

**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**

**ANASSE JENNANE**

**APPLICATION DES MÉTHODES DE DATATION PAR LUMINESCENCE  
OPTIQUE À L'ENVIRONNEMENT OCÉANIQUE DE  
L'ATLANTIQUE NORD**

**FÉVRIER 2002**



### 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.

## RÉSUMÉ

Dans le cadre de cette étude, la méthode de datation par luminescence optique a été appliquée à des sédiments pléistocènes de trois carottes forées dans la partie septentrionale de l'Atlantique Nord. Le site du forage de la carotte Troll 91/8903 se situe dans la partie nord-est de la Mer du Nord, au milieu du Chenal Norvégien. La deuxième carotte (SAB-85) est un forage situé sur l'Île de Sable, au large des côtes de la Nouvelle-Écosse en bordure externe de la plate-forme continentale. Le troisième forage (TWC/PC 84-030-001) est une carotte prélevée sur la plaine abyssale dans la partie méridionale de la Mer du Labrador. De par leur position géographique, les sédiments de ces carottes constituent de précieuses archives des fluctuations climatiques quaternaires et du développement et du retrait des glaciers en zone péri-atlantique. Les échantillons analysés sont des sédiments marins et glacio-marins dont la position chronostratigraphique est basée sur des données lithologiques, biostratigraphiques, aminostratigraphiques et de rares datations au  $^{14}\text{C}$ .

Afin de dater ces dépôts, nous avons exploité les caractéristiques physiques des grains minéraux qui composent le sédiment. Le feldspath potassique est utilisé comme un dosimètre naturel et les sédiments sont directement datés par la méthode de luminescence optique, IRSL (*Infrared Stimulated Luminescence*). Les analyses sont effectuées sur deux tailles granulométriques: la fraction fine polyminéralique de 4 à 11 microns et les grains individuels de feldspaths potassiques dont la taille est comprise entre 125 et 250 microns. Pour calculer les âges IRSL, la méthode des aliquotes multiples (*multiple-aliquot*) et la méthode de l'aliquote unique (*single-aliquot*) sont utilisées. Cette dernière englobe la méthode des grains individuels et la méthode de l'aliquote unique en régénération "SAR" (*Single Aliquot regeneration*). Pour évaluer la dose équivalente (De), nous avons appliqué les méthodes de doses additives, de régénération et de la "slide" (*Australian slide method*) qui combine les deux méthodes précédentes.

D'une manière générale, les âges apparents IRSL obtenus sur les grains fins polyminéraliques des échantillons de la carotte Troll 8903 concordent relativement bien avec les âges présumés établis à partir de la chronostratigraphie régionale. La bonne reproductibilité des mesures et l'obtention d'un plateau lorsqu'on reporte la valeur de la dose équivalente en fonction du temps de stimulation indiqueraient que le signal IRSL des échantillons analysés a été bien remis à zéro au moment du dépôt des sédiments. L'obtention d'un tel plateau dans le cas de sédiments diamictiques mal remis à zéro démontre cependant que le test du *shine plateau* constitue un critère nécessaire mais non suffisant pour documenter l'efficacité de la remise à zéro du signal luminescent. L'analyse de monograins grossiers de feldspath potassique a révélé que le sédiment est en fait composé d'une population hétérogène de grains bien et mal remis à zéro. Ce constat est mis en évidence par le rapport de l'intensité de luminescence induite par l'ajout d'une dose d'irradiation artificielle

sur l'intensité naturelle de chaque grain analysé ( $R_I = L_{N+\gamma}/L_N$ ). Ce rapport a donc servi d'indicateur de l'homogénéité et de l'efficacité de la remise à zéro du sédiment. Pour un échantillon mal remis à zéro, l'ajout d'une dose de radiation artificielle n'accroît pas le signal de luminescence par rapport à celui naturel car les pièges à électrons sont déjà remplis. Le rapport  $R_I$  pour de tels échantillons est proche de 1. Par contre, dans le cas d'un sédiment bien remis à zéro,  $R_I$  est supérieur à l'unité car le sédiment est sensible à l'ajout de la dose de radiation. La mesure du rapport  $R_I$  après un délai de quelques jours montre que le signal IRSL est instable et qu'il est affecté par le *fading*. Ce phénomène conduit à une sous-estimation des âges IRSL. La méthode *fadia* qui exploite la relation entre les rapport  $R_{I(t1)}$  et  $R_{I(t2)}$  a permis d'estimer un pourcentage de *fading* pouvant varier entre 7 et 30 %. Il semblerait que la concordance des âges apparents IRSL de la fraction fine (4 - 11  $\mu\text{m}$ ) avec les âges présumés de certain échantillons est le résultat de l'effet combiné et antagoniste de la mauvaise remise à zéro et du *fading*.

Les âges IRSL obtenus pour les échantillons de la carotte SAB-85 (Nouvelle-Écosse) indiquent que la glaciation majeure qui a affecté la plate-forme continentale de l'Est Canadien est antérieure au Wisconsinien inférieur et daterait probablement de l'Illinoien supérieur (stade isotopique 6) ou d'une période glaciaire encore plus ancienne. L'évidence de cette glaciation majeure serait, entre autres, l'incision des chenaux sous-glaciaires dont les sédiments de remplissage constituent la séquence obtenue par le forage SAB-85.

L'application d'une version modifiée de la méthode d'aliquote unique en régénération (SAR: *Single Aliquot Regeneration*) a montré que les résultats produits sont d'une grande reproductibilité et d'une précision remarquable. Ce protocole a été testé sur des échantillons des trois carottes en utilisant la fraction fine polyminérale et la fraction grossière composée de grains de feldspaths potassiques. Contrairement aux grains grossiers, la distribution de la dose équivalente estimée à partir de l'analyse des grains fins (4 - 11  $\mu\text{m}$ ) montre une grande homogénéité entre les aliquotes qui supposerait une bonne remise à zéro du sédiment. Les échantillons sont cependant affectés par le *fading* avec un taux de l'ordre de 2.5 à 5 % par décade. Les âges IRSL corrigés par rapport aux *fading* en utilisant le facteur de correction "g" (Huntley et Lamothe, 2001) donnent des âges surestimés par rapport aux âges présumés. Cette surestimation est le résultat, entre autres, du transfert thermique qui s'effectue au niveau de l'aliquote naturelle. Il semblerait enfin, que la méthode SAR peut constituer un bon outil pour rendre compte de l'efficacité de la remise à zéro du sédiment dans le cas où l'abondance absolue de grains par aliquote est relativement faible. L'application de la SAR à la fraction fine polyminérale a généré des doses équivalentes avec une très grande précision analytique et cela même pour des échantillons dont le signal IRSL naturel n'a pas été lessivé au moment du dépôt. La SAR constitue donc une méthode capable de livrer des âges IRSL très précis mais non nécessairement exacts lorsqu'il s'agit de sédiments mal remis à zéro.

## ABSTRACT

In this study, the optically stimulated luminescence dating method was applied to Pleistocene sediments from three cores from the northern sector of the North Atlantic. The drill site Troll 91/8903 lies in the middle of the Norwegian Channel in the northeastern region of the North Sea. The second core, SAB-85, is from Sable Island along the outer edge of the continental shelf of the coast of Nova Scotia. The third core (TWC/PC 84-030-001) comes from the abyssal plain of the southern sector of the Labrador Sea. The location of these three sediment cores provides a valuable record of Quaternary climatic fluctuations and ice sheet volumes in the circum-Atlantic zone. The analyzed samples represent marine and glacio-marine units, and their chronostratigraphic positions have been determined using lithologic, biostratigraphic and aminostratigraphic criteria, and a limited number of radiocarbon dates.

In order to date these samples, potassium feldspar was used as the natural dosimeter and the sediments were dated using the Infrared Stimulated Luminescence (IRSL). Analyses were performed on polymineralic fine grains (4-11  $\mu\text{m}$ ), and K-feldspar coarse grains (125-250  $\mu\text{m}$ ) and the IRSL ages were calculated using multiple and single aliquots. The latter included both the single grain and the single aliquot regeneration (SAR) methods. In order to measure the equivalent dose ( $D_e$ ), we applied the additive dose, regeneration, and Australian slide methods, the latter of which combines the first two.

The apparent IRSL ages obtained from the polymineralic 4-11  $\mu\text{m}$  fraction from core Troll 8903 are generally in agreement with the assumed sediment ages based on the regional chronostratigraphy. Together, the good reproducibility of the results, and the observation of a plateau of equivalent dose values plotted as a function of stimulation time would have indicated that the IRSL signal of the samples was reset to zero at the time of sediment deposition. Nevertheless, this type of plateau is also observed for partially bleached diamictic sediments. Analysis of the coarse, monomineralic K-feldspar fraction revealed indeed a heterogeneous collection of well to partially bleached grains, this being based on the variability of the parameter  $R_I$  ( $L_{N+\gamma}/L_N$ ). The  $R_I$  values measured after a delay of several days demonstrated that the IRSL signal was unstable and affected by fading. This phenomenon incurs an underestimation of IRSL ages. The *fadia* method, which uses the relationship between  $R_{I(t1)}$  and  $R_{I(t2)}$ , allowed for an estimation of fading, which varied between 7 and 30 %. For some of the fine-grained samples (4-11  $\mu\text{m}$ ), it appears that the agreement between apparent IRSL ages and assumed ages is therefore the result of the combined yet opposing effects of partial bleaching and fading.

The IRSL ages obtained for the samples from core SAB-85 (Nova Scotia) indicate that the major glaciation period that affected the Eastern Canada continental platform predates the Early Wisconsinan and probably prevailed until Late Illinoian (isotopic stage 6), or even earlier. Evidence of this major glaciation includes, among other facts, the incision

from sub-glacial channels that became filled with the sediment sequence sampled by drill hole SAB-85.

A modified version of the single aliquot regeneration method revealed that both reproducibility and precision of the results were excellent. This technique was tested on fine-grained polymineralic and coarse-grained K-feldspar samples from all three cores. In contrast to the coarser grains aliquots, the estimated equivalent doses for the fine-grained fraction displayed considerable homogeneity between aliquots, suggesting that the sediment was reset to zero. These samples, however, are affected by fading on the order of 2.5 to 5 % per decade. IRSL ages corrected for fading are therefore greater than the presumed ages. Some of this overestimation is the result of thermal transfer within the natural aliquot upon the first preheating.

## **REMERCIEMENTS**

Je tiens d'abord à remercier très sincèrement mon directeur de thèse Mr. Michel Lamothe qui m'a dirigé, conseillé et encouragé tout le long de mes études doctorales. Il m'a donné la chance de réaliser un rêve qui n'allait probablement plus se réaliser. Je lui exprime donc mon profond respect et ma grande reconnaissance.

Je remercie également Mme Dorothy I. Godfrey-Smith de l'Université Dalhousie pour son hospitalité durant mon séjour à Halifax et son soutien pour le sous-échantillonnage des sédiments des carottes SAB-85 et TWC/PC 84030-001. Je la remercie aussi d'avoir accepté de faire partie de mon comité examinateur.

Je remercie également Mr. Gilbert Prichonnet et Mr. Didier Miallier qui ont accepté de lire et de commenter ce travail.

Je remercie également Mr. Hafliði Hafliðason de l'Université de Bergen qui m'a fourni les échantillons de la carotte Troll 8903.

Cette thèse a bénéficié de l'aide financière allouée par le CRSNG à Michel Lamothe.

J'ai grandement bénéficié de l'expérience et de la disponibilité de Mme. Marie Auclair et de Mr. Sébastien Huot pour qui, par leur brillance "sans filtre!!", les problèmes techniques de laboratoire et de l'informatique ne sont qu'un jeu d'enfants. Qu'ils trouvent ici mes sincères remerciements.

Je tiens à remercier également Mme Michelle Laithier qui a dessiné avec professionnalisme certaines figures de la thèse.

J'adresse aussi mes remerciements au corps professoral, aux étudiants ainsi qu'aux membres du secrétariat du Département des Sciences de la Terre et de l'Atmosphère pour leur gentillesse et leur soutien permanent.

Je tiens à exprimer ma grande gratitude à mes parents, ma famille et ma belle-famille qui ont contribué par leurs supports de tout genre à la poursuite de mes études.

Je remercie mon épouse, Nawal, qui par son aide, son soutien constant et son affection a permis la réalisation de ce travail.

Enfin, je remercie Le Tout Puissant de m'avoir donné trois beaux enfants, Yassine, Chama et Fdéla qui ont illuminé ma vie. Je leur dédie non seulement cette thèse mais ma vie toute entière.

## **NOTE AU LECTEUR**

Dans ce manuscrit, nous avons traduit en français certains termes anglais (multiple aliquot, single aliquot) bien qu'ils soient couramment utilisés par la communauté scientifique francophone. Faute de traduire correctement d'autres termes, nous avons choisi de conserver la nomenclature anglo-saxonne. Ces termes sont écrit en italique (ex: *fading*).

La thèse est composée de quatre chapitres. Le premier expose les principes de la méthode de datation par luminescence optique ainsi que les protocoles méthodologiques. Les trois autres chapitres sont sous forme d'articles qui seront prochainement publiés. Cette formule implique certaines redondances au niveau des paragraphes méthodologiques qui sont cependant indispensables à la structure des articles. Nous nous en excusons auprès des lecteurs et lectrices.

## TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ.....	ii
ABSTRACT.....	iv
REMERCIEMENTS.....	vi
NOTE AU LECTEUR.....	vii
TABLE DES MATIÈRES.....	viii
LISTE DES FIGURES.....	xii
LISTE DES TABLEAUX.....	xix
INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
CHAPITRE 1 : MÉTHODES DE DATATION PAR LUMINESCENCE.....	7
1.1 Introduction.....	7
1.2 Principes de la méthode.....	8
<i>Ionisation</i> .....	10
<i>Stockage</i> .....	10
<i>Désexcitation</i> .....	10
1.3 Techniques de préparation et de mesure.....	13
1.3.1 Préparation d'échantillons.....	13
1.3.1.1 Conditions d'éclairage en laboratoire.....	13
1.3.1.2 Échantillonnage.....	15
1.3.1.3 Séparations granulométrique et minéralogique.....	15
1.3.1.4 Préparation de disques à grains fins et à grains uniques.....	17
1.3.2 Mesures.....	18
1.3.2.1 Préchauffe.....	18

1.3.2.2 Transfert thermique.....	20
1.3.2.3 Irradiation.....	22
1.3.2.4 Lessivage ( <i>bleach</i> ).....	22
1.4 Méthodes d'évaluation de la dose équivalente.....	22
1.4.1 Méthodes de parties aliquotes multiples.....	24
<i>Normalisation</i> .....	24
1.4.1.1 Méthode des doses additives.....	26
1.4.1.2 Méthode de régénération.....	26
1.4.1.3 Méthode combinant la régénération et l'additive <i>Australian Slide</i> <i>Method</i> .....	29
1.4.2 Méthode de parties aliquotes uniques.....	29
1.4.2.1 Méthode de régénération ( <i>Single Aliquot Regeneration: SAR</i> ).....	31
1.4.2.2 Méthode des grains individuels.....	32
1.5 Remise à zéro du signal prédépositionnel.....	34
1.6 Perte du signal avec le temps ( <i>anomalous fading</i> ).....	35
1.7 Dose annuelle.....	37

CHAPITRE 2 : DATATION DE SÉDIMENTS MARINS DU QUATERNAIRE RÉCENT PAR LA MÉTHODE DE LUMINESCENCE OPTIQUE (IRSL): EXEMPLE DE LA CAROTTE TROLL 8903, CHENAL NORVÉGIEN, NORVÈGE.....	41
2.1 Introduction.....	41
2.2 Localisation du forage, description et âges présumés des échantillons analysés.....	44
2.3 Principes de datation par luminescence.....	49
2.4 Méthodologie.....	50
2.4.1 Préparation d'échantillons.....	50
2.4.2 Fraction fine polyminéralique.....	51
2.4.3 Grains individuels extraits de la fraction grossière.....	51

2.4.4 Mesures .....	52
2.4.5 Détermination de la dose annuelle.....	54
2.5 Résultats et discussion .....	56
2.5.1 Âges IRSL apparents de la fraction fine polyminéralique.....	56
2.5.2 Remise à zéro du signal luminescent .....	61
2.5.3 <i>Anomalous fading</i> .....	65
2.6 Conclusion .....	69

**CHAPITRE 3 : CONTRIBUTION GÉOCHRONOLOGIQUE À LA DATATION  
DE SÉDIMENTS PLÉISTOCÈNES DU FORAGE SAB-85  
(PLATE-FORME EST CANADIENNE) PAR LA MÉTHODE DE  
LUMINESCENCE OPTIQUE.....** 73

3.1 Introduction .....	73
3.2 Localisation du site de forage et description des sédiments analysés .....	76
3.3 Principes de datation par luminescence .....	79
3.4 Méthodologie .....	80
3.4.1 Préparation d'échantillons.....	80
3.4.2 Mesures .....	82
3.5 Détermination de la dose annuelle.....	82
3.6 Détermination de la dose équivalente .....	84
3.6.1 Méthode des doses additives .....	84
3.6.2 Méthode combinant additive et régénération (Méthode de la <i>Slide</i> ).....	85
3.7 Résultats et discussion .....	85
3.7.1 Âges IRSL apparents de la fraction fine polyminéralique.....	85
3.7.2 Analyse de monograins.....	89
3.8 Conclusion .....	93

**CHAPITRE 4 : ESTIMATION DE LA PALÉODOSE DE GRAINS FINS  
POLYMINÉRALIQUES PAR LA MÉTHODE "SAR". APPLICATION  
À DES SÉDIMENTS QUATERNAIRES DE TROIS FORAGES EN  
ATLANTIQUE NORD.....** 96

4.1 Introduction .....	96
4.2 Sites et description des échantillons analysés.....	98
4.3 Méthodologie .....	100
4.3.1 Préparation des échantillons et mesure du signal IRSL.....	100
4.3.2 Méthode de l'aliquote unique en régénération ( <i>Single Aliquot Regeneration: SAR</i> ) .....	101
4.4 Résultats et discussion .....	105
4.4.1 Correction relative aux changements de sensibilité.....	105
4.4.2 Préchauffe.....	109
4.4.3 Instabilité du signal IRSL ( <i>Fading</i> ).....	109
4.4.4 Âges IRSL .....	110
4.5 Conclusion .....	116
CONCLUSION GÉNÉRALE.....	117
RÉFÉRENCES .....	121
ANNEXE.....	129

## LISTE DES FIGURES

### INTRODUCTION

Figure 1: Position géographique des sites de forage étudiés. La carotte Troll 8903 est située au centre du chenal Norvégien à 300 m de profondeur. Le forage Sab 85 est situé sur l'Île de Sable au large de la Nouvelle-Écosse. Lab 84 correspond au forage TWC/PC 84030-001 situé au sud de la Mer du Labrador à 3771 m de profondeur. Les flèches indiquent la circulation des masses d'eaux de surface (Schmitz et McCartney 1993). NAC = North Atlantic Current; LC = Labrador Current; WGC = West Greenland Current; EGC = East Greenland Current; IC = Irminger Current. ....5

### CHAPITRE 1

Figure 1.1: Schéma simplifié du modèle des bandes expliquant le phénomène de luminescence (tiré de Lamothe 1996). L'ionisation et la désexcitation correspondent à un mouvement de charges (électrons) entre les pièges à électrons et les centres de recombinaison. Ces mouvements se font via la bande de conduction. ....9

Figure 1.2: Schéma récapitulatif expliquant le principe de datation par luminescence optique. L'OSL héritée est remise à zéro suite à l'exposition du sédiment à la lumière solaire. Dès que le sédiment est enfoui ( $t_0$ ) les pièges à électrons commencent à se remplir suite à l'ionisation des atomes par les rayonnements  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  du milieu environnant. En laboratoire, la comparaison du signal naturel à celui induit par des doses d'irradiations artificielles permet de déterminer la dose équivalente. ....12

Figure 1.3: Fenêtre spectrale obtenue par la combinaison de filtres optiques *Lee 106* et *Detector Trimmer Glass* pour l'éclairage et les manipulations des échantillons en laboratoire (tiré de Lamothe 1995). ....14

Figure 1.4: Différentes étapes de séparation des fractions granulométriques mesurées. ....16

Figure 1.5: Longueurs d'onde de stimulation et de détection de la luminescence des feldspaths potassiques. (a) La stimulation est produite par des diodes infrarouges dont le pic de transmission est à 880 nm. (b) Bande

d'émission moyenne des feldspaths potassiques. (c) Fenêtre spectrale obtenue par la combinaison des filtres *Corning* 7-59 et *Schott* BG 39.....19

Figure 1.6: Test de détermination de la durée de préchauffe à 160 °C nécessaire pour éliminer la composante instable du signal luminescent (exemple de l'échantillon Tr140 de la carotte Troll 8903). Les points correspondent au signal IRSL irradié (665 Gy) et normalisé au naturel. Les mesures sont effectuées à des durées de 0, 60 minutes et plus. Après 360 minutes de préchauffe à 160 °C le signal IRSL reste constant. Le cercle plein représente un test de préchauffe à 220 °C / 10' (Li 1991) pour fin de comparaison. ....21

Figure 1.7: Exemple de correction d'une courbe de croissance additive par rapport au transfert thermique (exemple de l'échantillon S 82 de la carotte Sab-85). Les cercles représentent les parties aliquotes naturelles et irradiées permettant de construire une courbe de croissance additive. Les losanges correspondent à un autre lot de disques du même échantillon. Ces disques ont été dosés, lessivés puis préchauffés avant la mesure du signal IRSL. L'intersection de la courbe de croissance avec la droite définie par les aliquotes lessivées et préchauffées permet d'évaluer une dose équivalente corrigée par rapport au transfert thermique. Dans le cas présenté, la correction est négligeable. ....23

Figure 1.8: Exemple de normalisation au naturel (échantillon Tr 14 de la carotte Troll 8903). (a) Parties aliquotes naturelles et irradiées non normalisées montrant une large dispersion du signal IRSL pour la même dose. (b) Mêmes données normalisées par une courte stimulation (*short shine*) effectuée au début des mesures.....25

Figure 1.9: Représentation de la méthode des doses additives (exemple de l'échantillon S145 de la carotte Sab-85). La dose équivalente est obtenue par extrapolation de la courbe de croissance définie par les parties aliquotes naturelles et irradiées artificiellement.....27

Figure 1.10: Représentation de la méthode de régénération (exemple de l'échantillon Tr 14). La dose équivalente est obtenue par interpolation du signal IRSL naturel (cercle ouvert) sur la courbe de régénération. Cette dernière est obtenue à partir d'aliquotes préalablement lessivées (remis à zéro) puis irradiées avec des doses croissantes (losange). ....28

Figure 1.11: Figure montrant le principe de la méthode "*Australian slide*" (exemple de l'échantillon Tr 63 de la carotte Troll 8903). Le graphique du haut montre l'évolution en parallèle des courbes de croissance obtenues par les méthodes des doses additives et de régénération. La dose équivalente

correspond à la translation le long de l'axe des doses de ces deux courbes de croissances (graphique du bas).....30

Figure 1.12: Principe de mesure du rapport  $RI$  ( $L_{N+\gamma}/L_N$ ); tiré de Lamothe (1996). L'ajout d'une dose de radiation aux grains non remis à zéro n'induit pas une augmentation notable de la luminescence,  $RI$  est dans ce cas près de 1. Par contre, pour les grains bien remis à zéro, l'ajout de la même dose de radiation provoque une croissance significative du signal IRSL post-irradiation et donc du rapport  $RI$ . u = unbleached; b = bleached.....33

Figure 1.13: Principe de la méthode *fadia* (tiré de Lamothe et Auclair 1999).  $RI(t_1)$  et  $RI(t_2)$  sont les rapports des intensités  $L_{N+\gamma}/L_N$  mesurés rapidement après l'irradiation ( $t_1$ : prompte) puis à quelques jours après l'irradiation ( $t_2$ : délai). Les grains de feldspaths potassiques montrent un taux de *fading* qui est différent d'un grains à un autre pour le même échantillon. La droite reliant les intensités des rapports  $RI(t_1)$  vs  $RI(t_2)$  est appelée *fadia*. L'intersection de la *fadia* avec la droite de pente 1 définit le paramètre  $RI^0$  [ $RI(t_1) = RI(t_2)$ ] qui correspond au *fading* zéro. ....36

Figure 1.14: Chaînes radioactives de l'uranium 238, 235 et du thorium 232. Les flèches verticales représentent les désintégrations alpha, les flèches obliques les désintégrations bêta (modifié de Ivanovich et Harmon 1982).....39

## CHAPITRE 2

Figure 2.1: Localisation du site de forage Troll 91-1/89-03. Carotte Troll 91-1: 60° 38.1' N - 03° 43.5' E; Profondeur 300 m; Longueur 3 m. Carotte Troll 89-03: 60° 38.30' N - 03° 43.40' E; Profondeur 300 m; Longueur 219 m. Les carottes Troll 3.1 (Lehman *et al.*, 1991) et 5.1/5.2 (Sejrup *et al.*, 1989) sont évoquées dans le texte. Les flèches représentent un schéma de circulation des masses d'eaux de surface (d'après Nordberg, 1991). NEAC = Nord-East Atlantic Current; NCC = Norwegian Coastal Current.....45

Figure 2.2: Lithostratigraphie et interprétation génétique des différentes unités du forage Troll 91-1/89-03. Du plus récent au plus ancien, les échantillons analysés sont: Tr14 (14.56 m), Tr19 (19.82 m), Tr36 (36.51 m), Tr63 (63.23 m), Tr101 (101.05 m), Tr140 (140.84 m).....46

Figure 2.3: Corrélation des carottes Troll 91-1 et Troll 89-03 basée sur des âges  $^{14}C$  et sur la présence d'un marqueur chronostratigraphique (*Vedde ash*: cendre volcanique). Les âges radiocarbone obtenus par AMS sont effectués sur des foraminifères benthiques (Haflidason *et al.*, 1995).....47

- Figure 2.4: Courbes de croissance combinant les méthodes des doses additives et de régénération (*Australian slide method*). Les cercles correspondent aux aliquotes naturelles et irradiées, les losanges aux aliquotes lessivées puis irradiées. Le délai entre l'irradiation et la mesure du signal IRSL est d'environ 24 heures. ....58
- Figure 2.5: (a) Comparaison des doses équivalentes corrigées et non corrigées par rapport au transfert thermique, (b) comparaison des doses équivalentes obtenues par la méthode des doses additives et celles obtenues par la méthode de la *slide*. ....59
- Figure 2.6: Doses équivalentes représentées en fonction du temps de stimulation. Chaque point correspond à une moyenne sur cinq canaux (*i.e.* 5 secondes). ....62
- Figure 2.7: Distribution des valeurs du rapport  $R_I$  ( $L_{N+\gamma}/L_N$ ) pour chacun des échantillons analysés. Les mesures sont effectuées sur des grains individuels de feldspath potassique d'une taille granulométrique comprise entre 125 et 300  $\mu\text{m}$ . La dose induite est de 170.5, 524 et 2129 Gy pour les échantillons glacio-marins Tr14, Tr101 et Tr140 respectivement (graphiques à droite de la figure). Pour les échantillons diamictiques de l'unité L2 (Tr19, Tr36 et Tr63), la dose induite est de 174, 147 et 154 Gy respectivement.....64
- Figure 2.8: Correction de la dose équivalente en appliquant la méthode *fadia* sur l'échantillon Tr14 (nombre de grains est égal à 32). (a)  $R_I$  ( $t_1 \sim 3$  h) en fonction de  $R_I$  ( $t_2 \sim 7$  j). La dose induite est de 170.5 Gy. Les carrés correspondent aux grains dont le rapport du signal naturel sur le signal régénéré est supérieur à 1 (graphe inséré, Nat/Reg). Ces grains ne seraient pas bien remis à zéro et ne sont pas inclus dans la régression. (b) Courbes de croissance obtenues par la méthode des doses additives sur des parties aliquotes de grains fins polyminéraliques (4-11  $\mu\text{m}$ ). La courbe de croissance corrigée est obtenue en recalculant à la baisse (7 %) les valeurs de  $R_I$  pour chaque dose d'irradiation. L'extrapolation de la nouvelle courbe sur l'axe des doses donne une dose équivalente corrigée par rapport au *fading*. ....66
- Figure 2.9: Application de la *fadia* à 48 grains des échantillons Tr101 et Tr140 lessivés puis irradiés à 487 et 1241 Gy respectivement. La mesure prompte est de 3 heures après l'irradiation. La mesure délai est de 7 jours. Les graphiques du bas correspondent aux courbes de régénération obtenues par la méthode des aliquotes multiples sur la fraction de 4 à 11  $\mu\text{m}$ . La dose équivalente corrigée par rapport au *fading* est obtenue par interpolation de la naturelle sur la courbe de régénération corrigée. ....68

Figure 2.10: Âges IRSL absolus versus âges estimés à partir des datations au carbone 14 (\*: âge calendrier) et de la chronostratigraphie régionale. L'âge > 49 ka est obtenu par Lehman *et al.*, (1991) sur un forage, Troll 3.1, situé à proximité de la carotte Troll 91-1/8903. Les âges IRSL corrigés par rapport au *fading* (voir texte) sont écrits en italique. ....70

### CHAPITRE 3

Figure 3.1: (a) Localisation de l'Île de Sable en marge sud est de la plateforme continentale. Les lignes représentent les contours bathymétriques. (b) Réseau de tunnels sous glaciaires cartographié à partir de l'extrapolation de relevés sismiques effectués au Nord de l'Île de Sable (Boyd *et al.*, 1988) et site du forage de la carotte SAB-85 (43° 55' 33 N, 59° 56' 31 W) .....77

Figure 3.2: (a) Interprétation du profil sismique situé 2 km au Nord de l'Île de Sable. Les différentes séquences sismiques nommées dans les cercles sont séparées par des réflecteurs R. (b) Colonne stratigraphique de la carotte SAB 85 avec les séquences et les réflecteurs sismiques. H/P représente la limite Holocène-Pléistocène (Boyd *et al.*, 1988). K/T représente des fossiles remaniés d'âge Crétacé/Tertiaire. WWF représente des espèces de foraminifères benthiques d'environnement chaud. ....78

Figure 3.3: Courbes de croissance obtenues par la méthode de la *slide*. Les cercles correspondent aux aliquotes naturelles et irradiées, les losanges aux aliquotes dont le signal naturel a été lessivé puis régénéré avec des doses d'irradiations croissantes. Pour le signal naturel ainsi que pour chaque dose gamma ajoutée, 4 disques pour l'additive et 3 pour la régénération ont été utilisés. Le délai entre l'irradiation et la mesure du signal IRSL est d'environ 24 heures. ....86

Figure 3.4: Distribution des valeurs du rapport  $R_I$  ( $L_{N+\gamma}/L_N$ ) de trois groupes de grains ( $n = 48$ ) de feldspath potassique de l'échantillon S82. Chaque groupe de grains ayant subi une dose test différente (349, 991 et 1396 Gy). Le délai entre l'irradiation et la mesure du signal luminescent est d'environ 3 heures. ....90

Figure 3.5: Diagrammes  $RI(t_1)$  vs  $RI(t_2)$  et  $RRI(t_1)$  vs  $RRI(t_2)$  des trois groupes de grains de la figure 3.4.  $t_1 = 3$  heures après l'irradiation;  $t_2 = 7$  à 10 jours après l'irradiation. ....92

Figure 3.6: Comparaison des âges IRSL obtenus et des dates carbone 14 estimées pour les échantillons de la carotte SAB-85. Les dates entre parenthèses correspondent aux âges IRSL obtenus sur les échantillons S82 et S82.2 m. ....94

## CHAPITRE 4

Figure 4.1: Situation géographique des carottes étudiées. Les échantillons Tr14 et Tr36 appartiennent au forage Troll 89-03 situé au centre du Chenal Norvégien. L'échantillon S82 provient du forage SAB-85 situé sur l'Île de Sable au large des côtes de la Nouvelle-Écosse. T10 est un échantillon de la carotte TWC 84030-001 située dans la Mer du Labrador. Les flèches représentent la circulation des masses d'eaux de surface (Schmitz et McCartney 1993). NAC = North Atlantic Current; LC = Labrador Current; WGC = West Greenland Current; EGC = East Greenland Current; IC = Irminger Current. .... 99

Figure 4.2: Protocole de mesure d'aliquote unique en régénération SAR adopté dans la présente étude. .... 102

Figure 4.3: Exemple de courbes de croissance SAR obtenues sur la fraction fine polyminéralique (4 - 11  $\mu\text{m}$ ) d'une aliquote de chaque échantillon. Chaque point de la courbe représente le rapport  $L_D/L_{Dt}$  de la luminescence induite par l'ajout d'une dose de régénération sur la luminescence générée par une dose test fixe (10 Gy). Les cercles creux représentent une dose de régénération recyclée et mesurée après un délai de 1000 heures de la fin de l'irradiation. Les doses recyclées pour les échantillons Tr14, Tr36, S82 et T10 sont respectivement 40, 180, 100 et 125 Gy. L'interpolation de l'aliquote naturelle  $L_N/L_{Dt}$  (triangle) sur la courbe régénérée donne la valeur de la dose équivalente. Celle-ci est une moyenne sur 16 disques pour Tr14 et 12 disques pour Tr36, S82 et T10. .... 104

Figure 4.4: Histogramme de probabilité des doses de régénérations recyclées. Les valeurs indiquées sont les moyennes et les écarts types sur 12 ou 16 disques. En bas de l'axe des abscisses sont représentées les valeurs de la dose recyclée pour chaque aliquote. Pour l'échantillon S82, la moyenne des valeurs de la dose recyclée ne tient pas compte d'une aliquote (disque 11) dont la valeur du rapport est en dehors de la distribution. .... 106

Figure 4.5: Comparaison des intensités du signal IRSL induit par la dose test pour chaque cycle de régénération des l'aliquotes 11 et 6 de l'échantillon S82. Le signal de la dose test de l'aliquote 11 généré dans le cycle de régénération à 100 Gy montre une intensité plus élevée par rapport au signal de la même dose test (10 Gy) au niveau des autres cycles de régénération. Cette différence de comportement du signal est dûe probablement à un problème électronique et expliquerait le mauvais recyclage de la dose de régénération par cette aliquote. Le graphe du bas est un exemple de la décroissance du

signal IRSL naturel et celui induit par différentes doses de régénération en fonction du temps de stimulation (100 s)..... 108

Figure 4.6: Histogramme de probabilité des doses équivalentes obtenues par la méthode SAR sur des aliquotes de grains fins de 4 à 11  $\mu\text{m}$  (Tr14, Tr36, S82 et T10) et de grains grossiers de 125 à 250  $\mu\text{m}$  (Tr36, trame noire). En bas de l'axe des abscisses sont représentées les valeurs des doses équivalentes pour chaque aliquote analysée..... 113

## LISTE DES TABLEAUX

### CHAPITRE 2

Tableau 2.1: Données dosimétriques des échantillons analysés. La teneur en eau est évaluée *in situ*. La dose alpha est calculée en estimant une valeur d'efficacité du rayonnement alpha de  $0.1 \pm 0.01$ . La dose cosmique est considérée négligeable. La dose annuelle est calculée en utilisant les facteurs de conversion de Adamiec et Aitken (1998).....55

Tableau 2.2: Tableau des résultats d'âge IRSL .....57

### CHAPITRE 3

Tableau 3.1: Données dosimétriques des échantillons analysés. La teneur en eau est évaluée *in situ*. La dose alpha est calculée en estimant une valeur d'efficacité du rayonnement alpha de  $0.1 \pm 0.01$ . La dose cosmique est considérée négligeable. La dose annuelle est calculée en utilisant les facteurs de conversion de Adamiec et Aitken (1998).....83

Tableau 3.2: Tableau des résultats d'âge IRSL .....88

### CHAPITRE 4

Tableau 4.1: Tableau récapitulatif des résultats obtenu..... 111

## INTRODUCTION GÉNÉRALE

Indépendamment des différents environnements sédimentaires, l'analyse des séries géologiques constitue un élément majeur dans la compréhension de la dynamique du climat et son impact sur l'évolution de l'espèce humaine. Contrairement aux séquences continentales, les séries sédimentaires marines se caractérisent par des enregistrements continus. Les deux séquences couvrant une large échelle de temps (*ca.*  $10^2$  à  $10^6$  ans). De par l'abondance et la diversité de l'information qu'elles contiennent, ces séquences constituent des archives remarquables des changements paléoclimatiques d'une part et un incontournable test de validation de toute prédiction des tendances du climat futur d'autre part. Elles offrent souvent des informations de haute résolution sur l'évolution du climat en terme de changements environnementaux marins mais aussi en terme d'histoire géochronologique des glaciations quaternaires.

L'Atlantique Nord et les bassins subpolaires adjacents constituent une zone d'intenses échanges entre océan, atmosphère et cryosphère (e.g. Broecker et Denton, 1989). Les conditions des masses d'eau (température, salinité, éléments nutritifs) dans ces régions de hautes latitudes jouent un rôle déterminant dans la circulation thermohaline globale, les flux de chaleur, la productivité primaire et les échanges de CO<sub>2</sub> entre océan et atmosphère (Broecker *et al.*, 1990; Broecker et Denton, 1989; Mix, 1989). Or, ces conditions ont été fortement perturbées lors des fluctuations climatiques quaternaires. Ces dernières sont enregistrées dans les sédiments notamment par le biais de leur contenu en organismes planctoniques et benthiques. L'Atlantique Nord et ses bassins subpolaires constituent donc

une zone très importante pour comprendre la dynamique du système climatique durant le Quaternaire.

La chronologie des séquences marines constitue un élément important qui permet non seulement de situer un événement géologique ou climatique dans le temps mais aussi de faire des corrélations entre différents enregistrements sédimentaires à une échelle spatiale très grande. Cette chronologie repose sur des méthodes de datation absolue et/ou relative où le radiocarbone et la stratigraphie isotopique constituent des techniques usuellement utilisées. Ces méthodes de datation sont cependant indirectes car elles nécessitent la présence de matière organique et de carbonate biogénique contenus dans le sédiment à dater. Limitée dans le temps, la méthode du carbone-14 (demi vie 5730 ans) ne couvre que les 45 derniers mille ans. De ce fait, l'âge absolu des dépôts antérieurs à cette limite demeure inaccessible. De plus, la variation de la production de  $^{14}\text{C}$  dans le temps, le manque de précision pour dater des sédiments récents (< 100 ans) ainsi que l'effet de la bioturbation constituent souvent des éléments qui peuvent compromettre une interprétation juste des âges  $^{14}\text{C}$  (Duplessy *et al.*, 1986, Wu et Hillaire-Marcel, 1994).

La variation isotopique du  $\delta^{18}\text{O}$  dans les tests carbonatés des foraminifères offre généralement un cadre chronostratigraphique remarquable à des fins de reconstitution paléoclimatique. Cette technique requiert cependant la présence d'une quantité suffisante de tests de foraminifères (planctonique ou benthique) et suppose que la composition isotopique de ces tests carbonatés est en équilibre avec celle des carbonates dissous dans l'eau de mer. La chronostratigraphie isotopique a été développée sur la base des changements cycliques dans la distribution de la radiation solaire à la surface de la planète (Martinson *et al.*, 1987). Cette approche repose sur le fait que les facteurs majeurs qui régissent les changements du climat sont les variations des paramètres orbitaux de la Terre (Théorie de Milankovitch). D'une manière générale, on admet que la théorie astronomique du climat explique les

changements en phase de l'évolution des calottes glaciaires, de la composition isotopique des océans et du niveau marin au cours du dernier cycle climatique. Ce schéma général est cependant contesté par des âges U/Th obtenus sur des veines de calcites (Winograd *et al.*, 1992) et sur des coraux solitaires de terrasses marines de la côte californienne (Stein *et al.*, 1991). Ces études ont démontré que les cycles glaciaires sont apériodiques et que le dernier interglaciaire (stade isotopique 5) est une période plus longue et légèrement plus ancienne que ne le suggère la chronologie établie sur la base de la théorie astronomique du climat. De plus, l'interprétation de l'enregistrement isotopique peut être biaisée par le phénomène de bioturbation causé par les organismes fouisseurs, l'érosion et le transport latéral de sédiments.

La méthode de datation par luminescence apparaît comme une technique de datation alternative qui s'impose de plus en plus dans le domaine de la chronologie des dépôts quaternaires. Cette méthode couvre une grande échelle de temps géologique (*ca.* 10 à  $8 \cdot 10^5$  ans; Berger 1992; Huntley *et al.*, 1993) et ne s'appuie que sur les caractéristiques physiques de la matière particulaire inorganique. En s'appliquant aux grains minéraux qui composent le sédiment, elle permet de mesurer directement l'âge du dépôt, c'est à dire le temps écoulé depuis l'enfouissement du sédiment. Les minéraux les plus souvent utilisés pour la datation sont le quartz et le feldspath. Ce sont des minéraux très fréquents dans les milieux naturels et qui résistent bien aux différents processus d'altération. De par leur ubiquité, la méthode de datation par luminescence peut s'appliquer, en principe, à tout environnement sédimentaire aussi bien en milieu continental qu'en milieu marin, à condition bien sûr, que le signal acquis par les minéraux à dater soit lessivé (remis à zéro) au moment de l'enfouissement (Lamothe, 1996).

La remise à zéro du signal de luminescence des minéraux au moment du dépôt constitue la condition de base pour l'application des méthodes de datation par luminescence.

Le quartz et le feldspath se comportent comme des dosimètres naturels capables d'emmagasiner au cours du temps, sous forme d'électrons piégés, l'effet de la radiation naturelle sur le sédiment. Le signal de luminescence de ces minéraux est remis à zéro lorsqu'ils sont exposés à la lumière solaire durant le transport et la sédimentation. La remise à zéro du signal luminescent peut être reproduite en laboratoire soit en chauffant le minéral (Thermoluminescence, TL) ou en le stimulant optiquement (Optically Stimulated Luminescence, OSL). La lumière émise suite à la stimulation est proportionnelle à la quantité d'électrons piégés dans le cristal et permet donc d'évaluer la dose enregistrée par les minéraux depuis leur enfouissement. L'âge obtenu correspond donc au temps écoulé depuis la dernière exposition des minéraux aux rayonnements solaires.

Le travail élaboré dans le cadre de cette thèse vise à appliquer les développements récents des méthodes de datation par luminescence optique au domaine océanique et à évaluer les potentialités qu'elles offrent dans le domaine de la chronologie des dépôts marins. Connues pour être appliquées aux vestiges archéologiques, ces méthodes ont beaucoup évolué pour finalement être appliquées à des milieux sédimentaires aussi variés que les environnements éolien, fluvial, lacustre et littoral. Dans cette étude, trois forages en milieu marin ont été sous échantillonnés (figure 1). De par leur position géographique, ces carottes présentent des caractéristiques particulières quand à leur environnement de dépôt.

Le premier chapitre de cette thèse est consacré à la luminescence, les principes de la méthode y sont rappelés. Les aspects techniques de laboratoire et de mesure de luminescence (normalisation, préchauffe etc) y sont aussi présentés et discutés. Dans ce même chapitre, les méthodes d'évaluation de la dose équivalente, les techniques de mesure de la dose annuelle ainsi que les développements récents de la méthode (techniques des aliquotes uniques et de grains individuels) seront introduits.

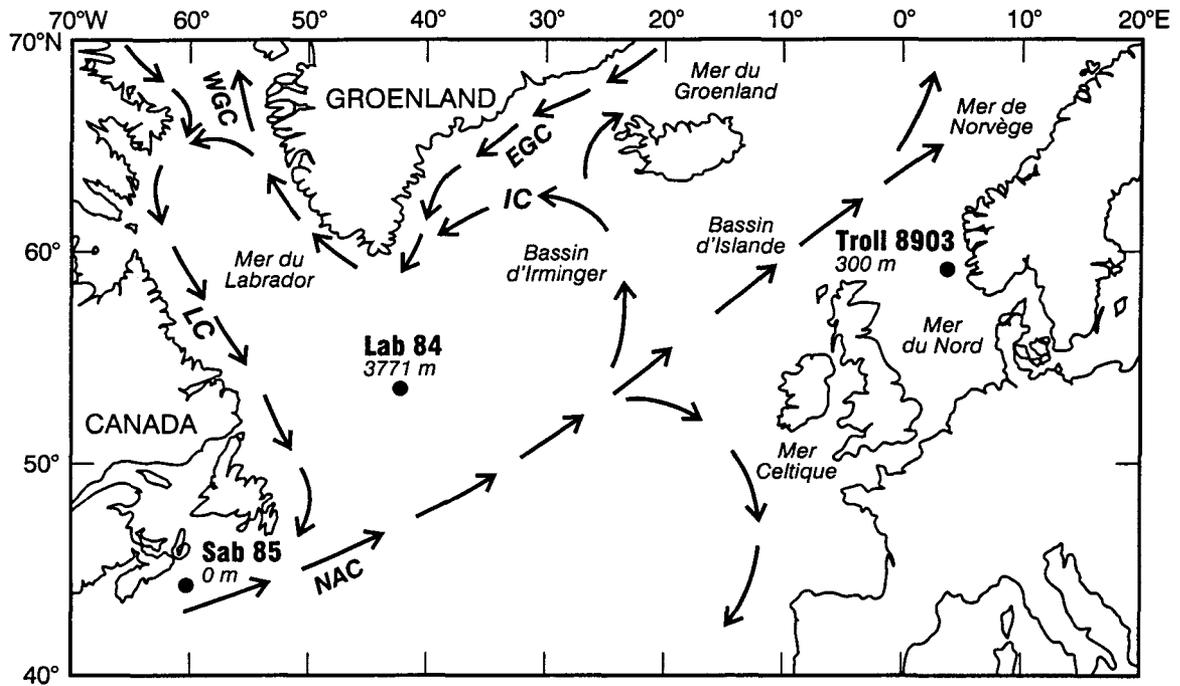


Figure 1: Position géographique des sites de forage étudiés. La carotte Troll 8903 est située au centre du chenal Norvégien à 300 m de profondeur. Le forage Sab 85 est situé sur l'Île de Sable au large de la Nouvelle-Écosse. Lab 84 correspond au forage TWC/PC 84030-001 situé au sud de la Mer du Labrador à 3771 m de profondeur. Les flèches indiquent la circulation des masses d'eaux de surface ( Schmitz et McCartney, 1993 ). **NAC** = North Atlantic Current; **LC** = Labrador Current; **WGC** = West Greenland Current; **IC** = Irminger Current.

Le deuxième chapitre est consacré à l'application de la méthode de datation par luminescence optique par infrarouge (Infrared Stimulated Luminescence: IRSL) à la datation de sédiments d'une carotte marine (Troll 8903) forée au milieu du Chenal Norvégien dans la partie nord-est de la Mer du Nord. De par sa position géographique, la datation de ces dépôts constitue un élément important dans la compréhension des changements climatiques qui ont marqué cette partie de la Mer du Nord durant le Quaternaire, en rapport avec l'évolution de la calotte de glace Scandinave. La chronostratigraphie de cette séquence est basée sur des données non radiométriques (profils sismiques, lithostratigraphie, biostratigraphie) sauf pour l'Holocène et le Pléistocène supérieur où des âges  $^{14}\text{C}$  ont été effectués.

Le troisième chapitre traitera de la chronologie des dépôts pléistocènes du forage SAB-85 pris au large de la côte Est-Canadienne (Ile de Sable, Nouvelle Ecosse). Les données chronologiques y sont très rares vue la rareté des carbonates biogéniques et la mauvaise conservation de la matière organique. La chronostratigraphie est établie sur des données lithologiques et sur quelques évidences biostratigraphiques.

Le dernier chapitre consiste à appliquer une nouvelle approche méthodologique appelée "Single-Aliquot Regeneration" SAR, sur des échantillons des carottes Troll 8903, SAB-85 et sur un échantillon de la carotte TWC/PC 84-030-001 forée dans la partie méridionale de la Mer de Labrador. Les sédiments de cette carotte ont été sous échantillonnés dans le but de déterminer les vitesses de sédimentation dans ce bassin à partir des activités de  $^{230}\text{Th}$  et  $^{231}\text{Pa}$  mesurées par la méthode de comptage par scintillation alpha (Huntley et Wintle, 1981; Huntley *et al.*, 1986). Seulement quelques échantillons de la carotte ont ainsi été analysés. Les résultats obtenus sont regroupés dans la partie annexe.

## CHAPITRE 1

### MÉTHODES DE DATATION PAR LUMINESCENCE

#### 1.1 Introduction

La luminescence est l'émission de lumière par un minéral, préalablement irradié, lors d'une stimulation. Cette dernière peut être thermique (TL) en chauffant le minéral ou optique en appliquant une stimulation lumineuse monochromatique (Laser à argon) ou encore émise par des diodes infrarouges (IRSL). La datation par luminescence permet de mesurer directement l'âge du sédiment en évaluant le temps écoulé depuis son enfouissement.

Le phénomène de luminescence est connu depuis quelques siècles déjà. Cependant, l'application des méthodes de datation par luminescence aux sédiments remonte aux années 80 seulement. Utilisée comme moyen de caractérisation des minéraux, la TL a fait un grand pas avec le développement des tubes photomultiplicateurs vers le milieu du siècle passé. Avec les travaux de Daniels *et al.* (1953), la TL devint un outil de datation et de recherche appliquée. C'est vers les années 70 que la méthode a été utilisée de façon routinière comme outil de datation dans le domaine de l'archéologie d'abord (Aitken *et al.*, 1964; Fleming, 1966) puis dans le domaine de la géochronologie des sédiments quaternaires (Wintle et Huntley, 1979; 1980). Ces auteurs démontrèrent pour la première fois que le signal TL issu de sédiments d'un forage océanique peut être remis à zéro par une exposition des minéraux à la lumière solaire. Cette découverte a permis d'étendre l'application de la TL à de nouveaux

environnements sédimentaires et de jeter les bases méthodologiques pour explorer de nouvelles techniques. Cependant, en utilisant la TL, la remise à zéro des minéraux est partielle car le signal naturel contient une TL résiduelle héritée au moment du dépôt. Afin de s'affranchir de cette composante résiduelle, Wintle et Huntley (1980) ont proposé la technique du lessivage partiel ("*partial bleach*") pour dater des sédiments océaniques. Cette étude a démontré que l'évaluation du signal TL hérité demeure la principale difficulté pour dater des sédiments mal remis à zéro. Huntley *et al.* (1985) ont mis au point et décrit pour la première fois une nouvelle méthode de datation (OSL) qui utilise une stimulation optique de l'échantillon plutôt que la chauffe. Ces travaux ont montré qu'une stimulation optique par laser à argon (514 nm) des minéraux de quartz induit un signal luminescent qui, comme pour la TL, est proportionnel à la dose de radiation naturelle ou artificielle reçue par les minéraux. L'OSL présente de nombreux avantages par rapport à la TL: (1) elle utilise le même processus de remise à zéro que l'environnement naturel, c'est-à-dire la lumière solaire pour vider les pièges à électron; (2) elle est rapide et offre plus de précision; (3) elle requiert moins de matériel puisqu'elle peut s'appliquer sur une seule aliquote de l'échantillon ou encore sur un grain minéral; (4) elle permet de dater une grande variété de sédiments et donc s'applique à différents milieux sédimentaires; (5) elle peut dater des sédiments très récents et (6) elle offre la possibilité de faire des mesures répétitives sur la même aliquote sans altérer de façon importante le signal naturel.

## 1.2 Principes de la méthode

La luminescence est le résultat de processus physiques qui régissent le comportement des électrons dans la structure cristalline des minéraux. Les processus mis en cause sont l'ionisation, le stockage et la désexcitation (figure 1.1).

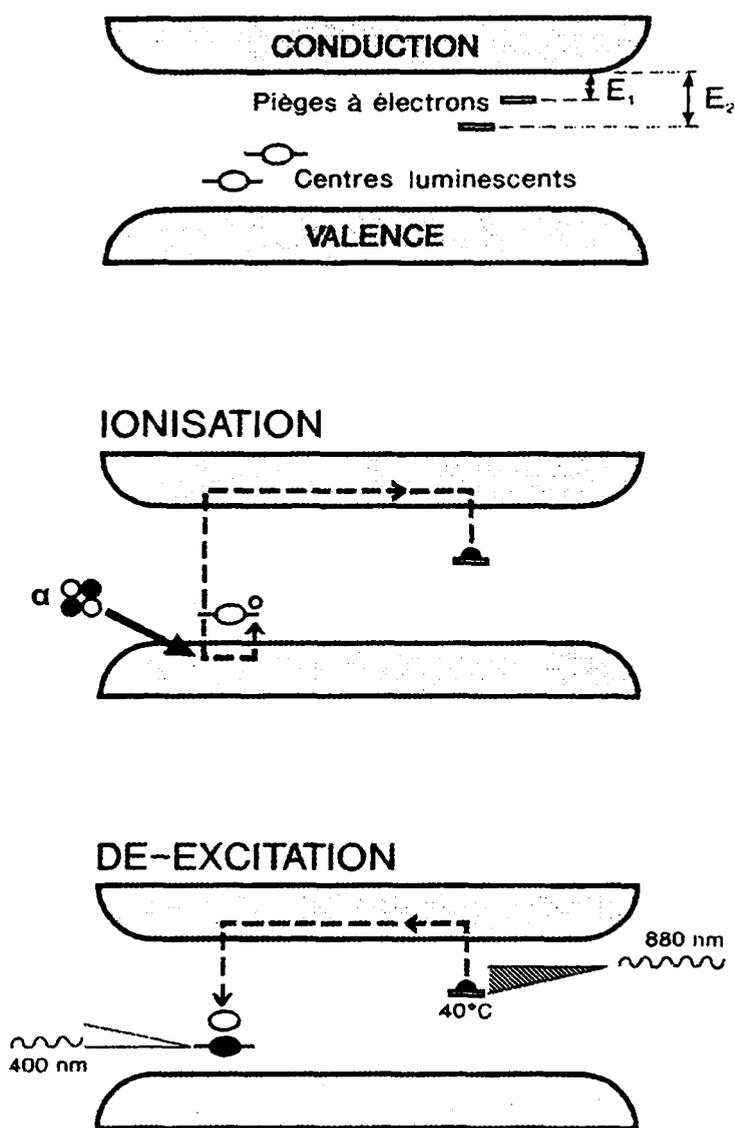


Figure 1.1: Schéma simplifié du modèle des bandes expliquant le phénomène de luminescence (tiré de Lamothe 1996). L'ionisation et la désexcitation correspondent à un mouvement de charges (électrons) entre les pièges à électrons et les centres de recombinaison. Ces mouvements se font via la bande de conduction.

### ***Ionisation***

Les minéraux ont une structure cristalline imparfaite. Cette imperfection est due à des dislocations, des impuretés ou encore à des lacunes (vacances) qui jouent le rôle de pièges à électrons. En milieu naturel, les minéraux subissent des irradiations alpha, gamma et bêta issues de la désintégration de radio-isotopes de l'uranium ( $^{238}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$ ), du thorium ( $^{232}\text{Th}$ ) et du potassium ( $^{40}\text{K}$ ). A ces éléments s'ajoute le rayonnement cosmique dont la contribution à la dose totale de radiation constitue une faible proportion. Ces irradiations ionisent le cristal en expulsant des électrons de leur état stable et en créant des "trous".

### ***Stockage***

Les électrons diffusent librement dans la bande de conduction (figure 1.1) et sont ensuite piégés dans les défauts cristallins à des "profondeurs" (niveaux d'énergie) variables entre les bandes de valence et de conduction. La durée de vie de ces pièges dépend de l'énergie qui les sépare de la bande de conduction et peut atteindre des millions d'années pour les pièges les plus profonds. Le nombre d'électrons piégés est proportionnel à la dose totale de radiation naturelle ou artificielle reçue par le minéral.

### ***Désexcitation***

L'apport d'une énergie externe sous forme de chaleur ou de lumière permet aux électrons de quitter les pièges, de diffuser dans la bande de conduction puis d'être saisis dans des centres de recombinaison. Cette recombinaison peut être radiative (production de lumière) ou non radiative (ex: énergie libérée sous forme thermique). Dans le cas d'une stimulation lumineuse par infrarouge, le mécanisme d'éviction des électrons vers la bande de conduction est assisté par l'apport d'une énergie supplémentaire ( $\sim 0.2$  eV) d'origine thermique (Hütt *et al.*, 1988). Le signal luminescent généré par la stimulation infrarouge est appelé "*Infrared Stimulated Luminescence*": IRSL. La quantité de lumière émise est proportionnelle à la

quantité d'électrons piégés par le minéral, qui est aussi proportionnelle à la quantité de radiation à laquelle le sédiment a été exposé. Il s'agit ici d'un bref rappel des processus physiques expliquant le phénomène de luminescence. Pour plus de détails, le lecteur peut se reporter aux monographies et aux publications de synthèse (*e.g.* Aitken, 1985; 1998; Lamothe, 1996).

Dans le milieu naturel, l'énergie nécessaire pour expulser les électrons de leur piège est produite par la lumière solaire. L'horloge OSL des minéraux est alors remise à zéro. Après le dépôt du sédiment et tout au long de son enfouissement, les minéraux sont exposés à la radiation naturelle du milieu environnant et emmagasinent de nouveau des électrons. La stimulation optique du minéral en laboratoire permet de mesurer le signal naturel qui n'est autre que la quantité d'électrons piégés au cours du temps (figure 1.2). La comparaison de la luminescence naturelle avec celle induite par l'ajout en laboratoire de doses de radiations artificielles permet de déterminer la dose équivalente à la paléodose enregistrée par le minéral. Si le débit de la dose de radiation par unité de temps (an) est resté constant, il en découle une relation directe entre la luminescence émise en stimulant le minéral et le temps qui s'est écoulé depuis son enfouissement. De là, on peut déduire l'équation d'âge qui est égal au rapport de la paléodose sur la dose annuelle.

$$\text{Age (t)} = \text{Paléodose (Gy)} / \text{Dose annuelle (Gy/t)}$$

t: temps en année ou ka (1 ka = 1000 ans).

Gy: unité de la dose de radiation (1 Gray = 1 J.kg<sup>-1</sup>)

La paléodose correspond à la dose de radiation totale reçue par le sédiment depuis l'événement à dater. La dose annuelle est la radiation naturelle totale du milieu environnant

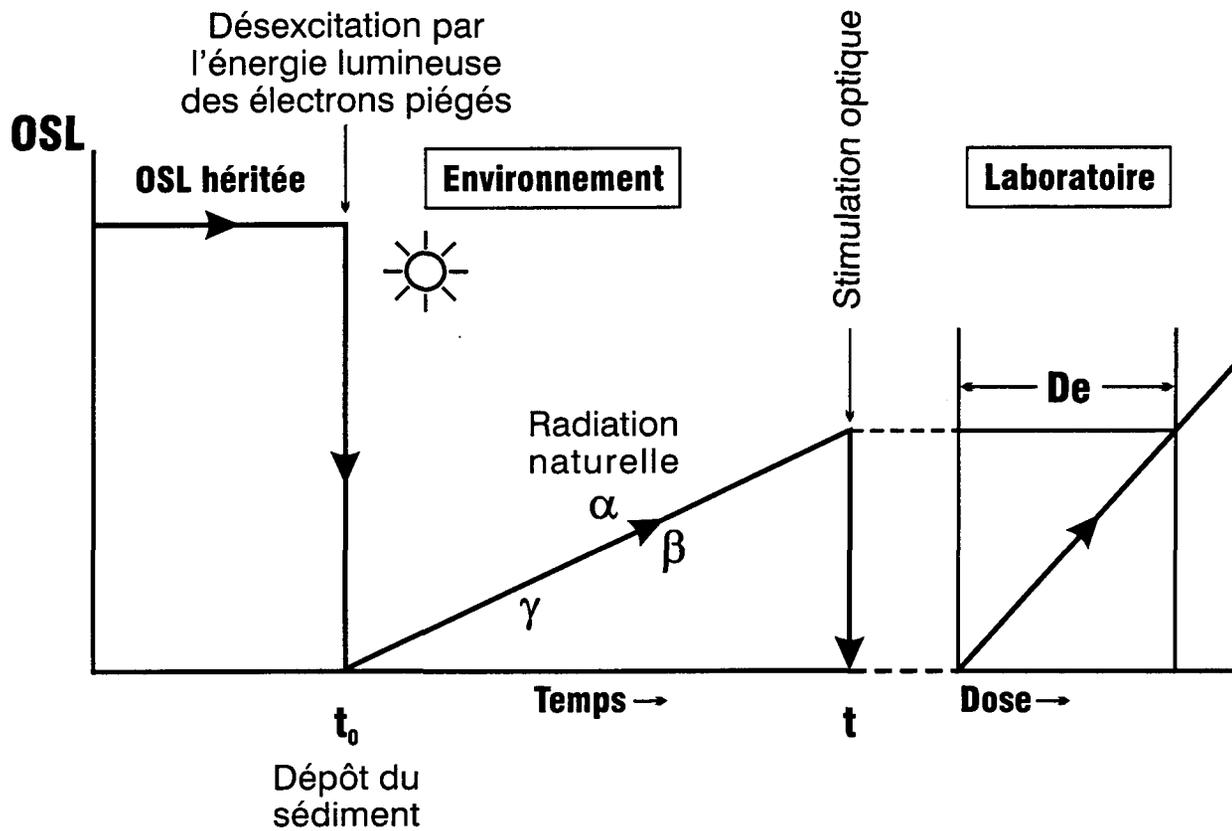


Figure 1.2: Schéma récapitulatif expliquant le principe de datation par luminescence optique. L'OSL héritée est remise à zéro suite à l'exposition du sédiment à la lumière solaire. Dès que le sédiment est enfoui ( $t_0$ ) les pièges à électrons commencent à se remplir suite à l'ionisation des atomes par les rayonnements  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  du milieu environnant. En laboratoire, la comparaison du signal naturel à celui induit par des doses d'irradiations artificielles permet de déterminer la dose équivalente.

par an. Cette équation d'âge est a priori très simple. Cependant, des problèmes inhérents à la méthode rendent parfois difficile la mesure des deux composantes de l'équation.

### **1.3 Techniques de préparation et de mesure**

#### **1.3.1 Préparation d'échantillons**

##### **1.3.1.1 Conditions d'éclairage en laboratoire**

Les méthodes de datation par luminescence sont basées sur la luminescence engendrée par un minéral suite à une stimulation. Il est donc essentiel de garder à l'esprit que l'exposition du sédiment à la lumière au cours de l'échantillonnage ou pendant les manipulations en laboratoire peut effacer en partie le signal naturel et par conséquent aboutir à un âge erroné. Le principal élément ici est de trouver le meilleur compromis entre un éclairage qui assure le maximum de visibilité pour mener à bien les manipulations et des conditions de luminosité qui garantissent le minimum de risque de lessivage du signal qu'on veut mesurer. Dans cette étude, un tube fluorescent avec une combinaison de trois pellicules de filtre Lee 106 et un filtre de verre (infrared trimming glass) ont été utilisés (Lamothe, 1995). La bande du spectre de transmission de cette combinaison de filtre se situe entre 600 et 650 nm (figure 1.3) et permet de ce fait d'éliminer les longueurs d'ondes qui correspondent à la résonance de stimulation des feldspaths dont la bande spectrale infrarouge est de  $880 \pm 80$  nm. D'autres lampes et d'autres combinaisons de filtres peuvent cependant être utilisées (Spooner et Prescott, 1986; Smith, 1988 b; Lang *et al.*, 1996).

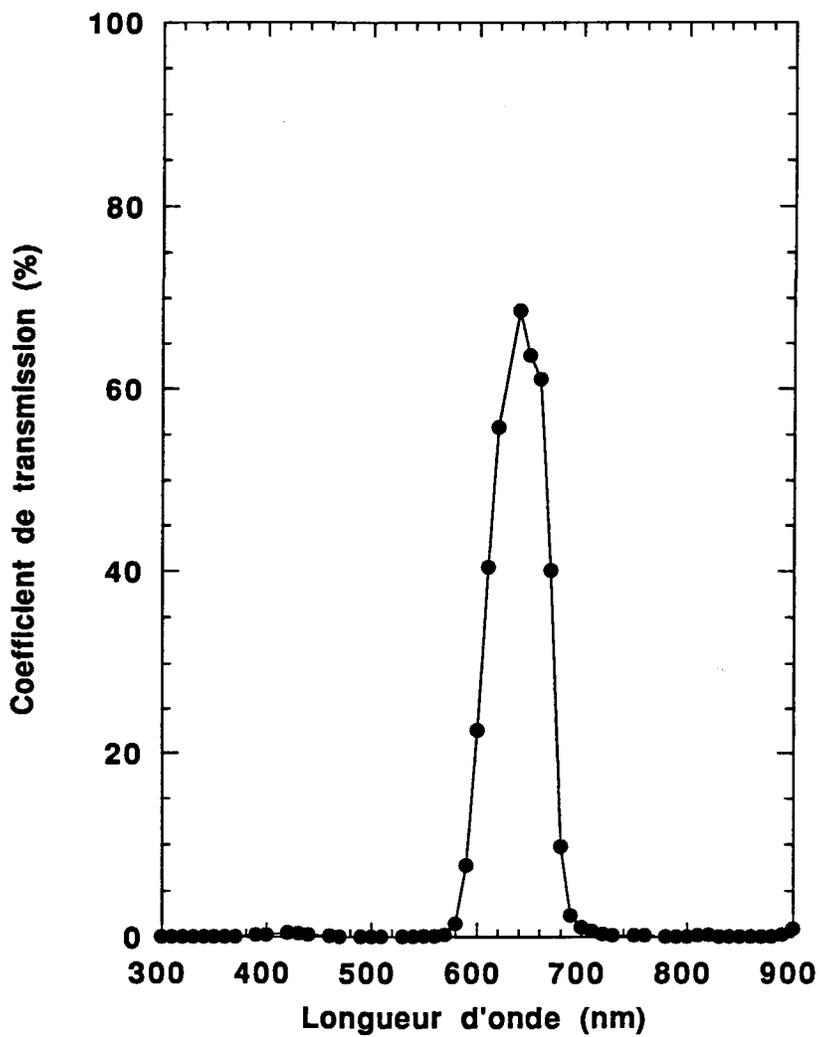


Figure 1.3: Fenêtre spectrale obtenue par la combinaison de filtres optiques *Lee 106* et *Detector Trimmer Glass* pour l'éclairage et les manipulations des échantillons en laboratoire (tiré de Lamothe 1995).

### **1.3.1.2 Échantillonnage**

Les échantillons proviennent de forages effectués par des géoscientifiques qui oeuvrent dans des domaines très variés mais pas des spécialistes en luminescence. C'est donc dire que les conditions de luminosité requises pour l'échantillonnage IRSL n'ont pas été respectées. Pour les mesures IRSL, nous avons effectué un sous-échantillonnage des carottes. Pour ce faire, des petits cylindres opaques (contenant de film photo) ont été introduits dans le sédiment aux niveaux choisis. Ces cylindres sont ensuite scellés avec un ruban adhésif noir pour le transport. Par précaution, environ un centimètre de sédiment est retiré, en laboratoire, sur toute la surface de l'échantillon et seule la partie centrale est retenue pour les mesures IRSL. La surface externe de l'échantillon est séchée, broyée en fine poudre puis utilisée pour les analyses géochimiques par INAA (Instrumental Neutron Activation Analysis) dans le but de calculer la dose annuelle.

### **1.3.1.3 Séparations granulométrique et minéralogique**

Les différentes étapes de préparation des échantillons en laboratoire sont résumées dans la figure 1.4. La première étape consiste à tremper l'échantillon dans un défloculant pour le désagréger. Il est ensuite rincé à plusieurs reprises à l'eau distillée avant de subir deux attaques chimiques. La première se fait à l'acide chlorhydrique (HCl 10%) pour éliminer les carbonates et la deuxième à l'eau oxygénée (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%) pour détruire la matière organique. Ces attaques peuvent durer de quelques minutes à quelques heures selon la nature du sédiment. Entre chaque attaque, plusieurs rinçages sont effectués. Les fractions granulométriques fine et grossière sont séparées selon la loi de Stoke puis séchées à la température de la pièce. La fraction silteuse polyminérale (4-11 µm) obtenue par

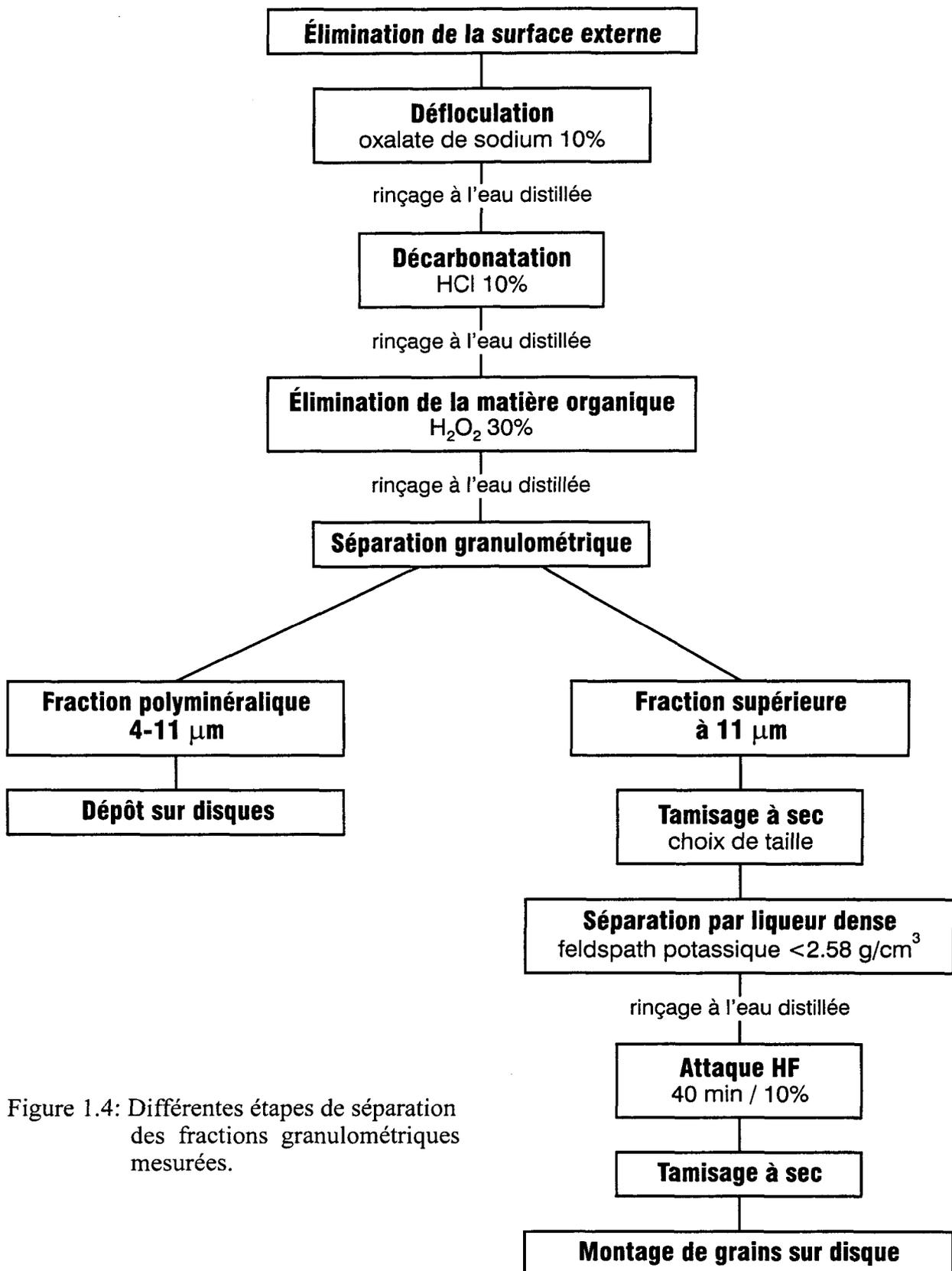


Figure 1.4: Différentes étapes de séparation des fractions granulométriques mesurées.

décantation est séchée. En utilisant une colonne de tamis, différentes fractions granulométriques (90-125; 125-250; 250-300  $\mu\text{m}$ ) sont obtenues à partir de la fraction grossière. Ces fractions sont constituées de différentes espèces minérales avec chacune, une densité spécifique. Nous avons donc utilisé une liqueur dense pour séparer les grains de feldspaths potassiques des autres minéraux en utilisant une solution de polytungstate de sodium ( $3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) selon la méthode de Mejdahl (1985). Une solution de densité  $2.58 \text{ g/cm}^3$  permet de séparer les grains de feldspath potassique ( $d < 2.58 \text{ g/cm}^3$ ). Les grains sont ensuite rincés à plusieurs reprises à l'eau distillée puis séchés à la température ambiante. Les grains subissent une attaque à l'acide fluorhydrique dilué (10%, 40 min). Cette attaque a pour but d'éliminer la couche externe des grains de feldspaths qui sont irradiés par les particules alpha. Ainsi, on peut négliger la contribution de la dose alpha à la dose de radiation totale reçue par l'échantillon. Compte-tenu de la petite quantité de matériel disponible au début des traitements (8 à 12  $\text{cm}^3$ ) et celle qui reste après les attaques à HCl et  $\text{H}_2\text{O}_2$ , certains échantillons n'ont pas subi d'attaque à l'acide fluorhydrique.

#### **1.3.1.4 Préparation de disques à grains fins et à grains grossiers uniques**

Une quantité d'environ 3 mg de la fraction 4 à 11  $\mu\text{m}$  est diluée dans un volume de méthanol. Des parties aliquotes de cette solution sont versées dans des petites éprouvettes à fond plat au fond desquelles un disque en aluminium d'un centimètre de diamètre est placé. Après évaporation du méthanol, les disques sont recouverts de sédiment et une centaine sont retenus pour les différentes mesures IRSL.

Pour la fraction grossière, les grains de feldspath potassique sont étalés dans une petite boîte de "Pétri" puis choisis en utilisant une loupe binoculaire. Ils sont ensuite collés sur des disques en aluminium préalablement enduits d'une mince couche d'huile adhésive au

silicone. L'utilisation d'éclairage contrôlé (Lamothe, 1995) et la rapidité d'exécution des différentes manipulations sont deux facteurs importants pour éviter l'altération du signal luminescent des grains à analyser.

### **1.3.2 Mesures**

Les mesures IRSL sont effectuées par un système automatisé Daybreak 1100 TL. Le système comprend une plaque tournante d'une capacité de 20 disques, une plaque chauffante et une unité composée d'un arrangement de diodes infrarouges. La luminescence est mesurée à l'aide d'un tube photomultiplicateur EMI 9635QA. La stimulation infrarouge est générée par 30 diodes infrarouges (Ga Al As, Optek OP296B) dont le pic de transmission est à 880 nm. La fenêtre de détection utilisée dans cette étude pour mesurer la luminescence se situe entre 350 et 450 nm. Cette bande spectrale caractérise les feldspaths potassiques et peut être obtenue par une combinaison de filtres optiques (Kopp-Corning 7-59/Schott BG39) placés à la base du tube photomultiplicateur (figure 1.5). Ces filtres permettent d'éliminer la lumière incidente infrarouge et d'absorber le rayonnement ultraviolet.

#### **1.3.2.1 Préchauffe**

Quelle que soit la méthode d'évaluation de la dose équivalente (aliquotes multiples vs aliquote unique), la préchauffe est une étape nécessaire avant la mesure d'un signal luminescent. Elle permet d'éliminer la composante instable du signal généré, suite à une irradiation, par les électrons provenant des pièges peu profonds et sensibles à la lumière. Ces pièges ne contribuent pas au signal luminescent naturel mais contaminent par contre le signal issu des aliquotes irradiées. La durée et la température de la préchauffe varient d'une étude à

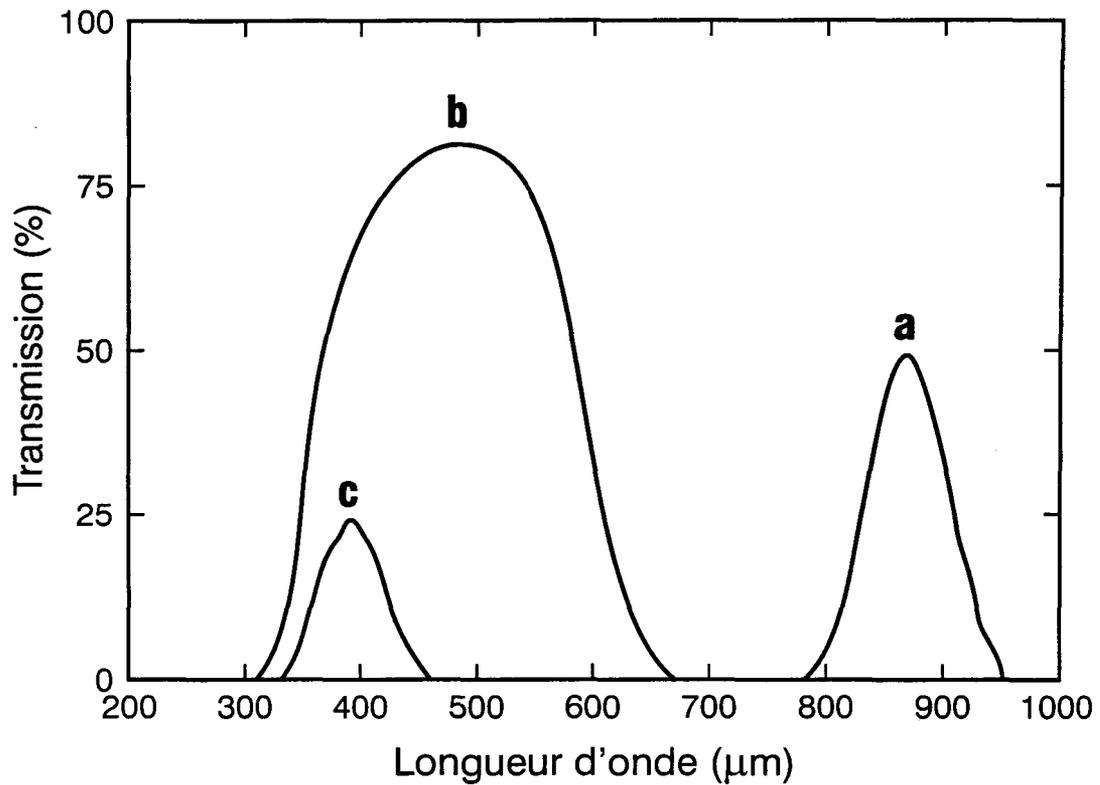


Figure 1.5: Longueurs d'onde de stimulation et de détection de la luminescence des feldspaths potassiques. (a) La stimulation est produite par des diodes infrarouges dont le pic de transmission est à 880 nm. (b) Bande d'émission moyenne des feldspaths potassiques. (c) Fenêtre spectrale obtenue par la combinaison des filtres Corning 7-59 et Schott BG 39.

une autre. Généralement, on utilise soit une température élevée pendant un courte période de temps (*e.g.* 220°C / 10 min; Li, 1991) soit des températures plus basses pendant des temps plus longs (*e.g.* 160°C / 4h; Spooner, 1993). Dans cette étude, la durée de la préchauffe a été déterminée en faisant un test qui consiste à mesurer la luminescence d'aliquotes irradiées et naturelles à différents temps de préchauffe à 160°C. Le rapport de la luminescence des aliquotes irradiées ( $L_{N+\gamma}$ ) sur celle des aliquotes naturelles ( $L_N$ ) diminue avec le temps puis atteint un plateau. Ce dernier signifie que la composante thermiquement instable du signal a été éliminée et définit donc la durée de la préchauffe qu'il faut utiliser (figure 1.6). La préchauffe cause cependant un effet indésirable appelé transfert thermique.

### 1.3.2.2 Transfert thermique

Le transfert thermique est un phénomène issu de la préchauffe (Huntley *et al.*, 1985; Ollerhead *et al.*, 1994). En effet, un échantillon qui est préalablement exposé à la lumière solaire ne devrait pas montrer de signal luminescent sauf si on lui applique au préalable une préchauffe. À température élevée, on provoque un transfert d'électrons de pièges insensibles à la lumière à température ambiante vers des pièges sensibles à la lumière au moment de la mesure de la luminescence. Cependant, ce phénomène n'a pas beaucoup d'incidence sur les échantillons plus vieux que quelques dizaines de milliers d'années. Le transfert thermique peut être contrôlé par des tests en laboratoire. Ces tests consistent à préparer des aliquotes dont une partie sert à construire une courbe de croissance additive pour déterminer la dose équivalente. Les autres aliquotes sont irradiées puis exposées à la lumière pour vider les pièges à électrons. La mesure du signal après le lessivage (*bleach*) et la préchauffe des aliquotes naturelles et irradiées permet de construire une droite dont l'intersection avec la

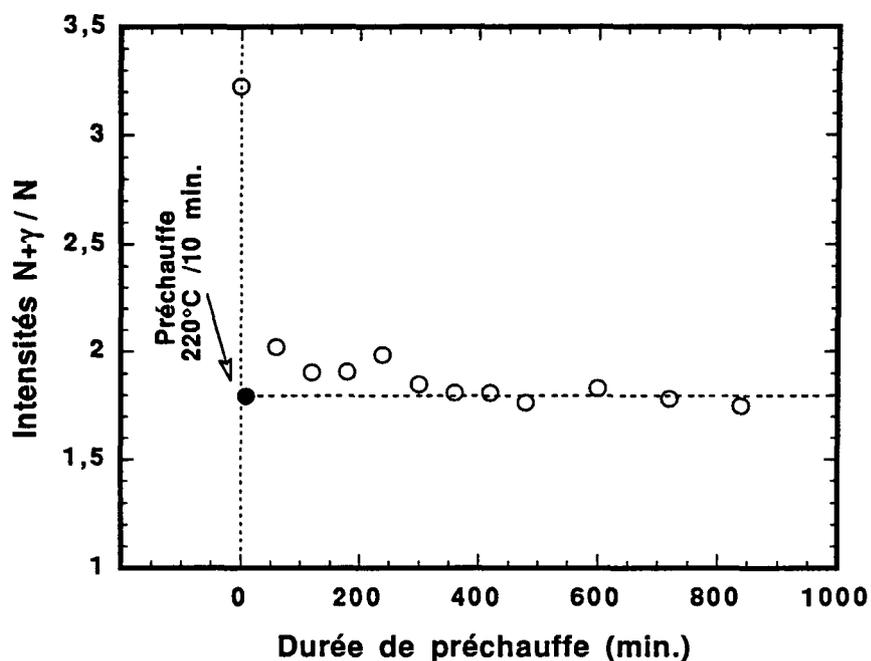


Figure 1.6: Test de détermination de la durée de préchauffe à 160 °C nécessaire pour éliminer la composante instable du signal luminescent (exemple de l'échantillon Tr140 de la carotte Troll 8903). Les points correspondent au signal IRSL irradié (665 Gy) et normalisé au naturel. Les mesures sont effectuées à des durées de 0, 60 minutes et plus. Après 360 minutes de préchauffe à 160 °C le signal IRSL reste constant. Le cercle plein représente un test de préchauffe à 220 °C / 10' (Li 1991) pour fin de comparaison.

courbe de croissance donne une dose équivalente corrigée par rapport au transfert thermique (figure 1.7).

### 1.3.2.3 Irradiation

L'irradiation des échantillons est effectuée par une source gamma ( $^{60}\text{Co}$ ,  $T = 5.27$  ans). Comme cette source n'est pas intégrée au système de mesure, les disques sont d'abord placés dans des porte-échantillons. Ces derniers sont fermés puis placés à l'intérieur de la source. La source gamma a une force de 0.71 Gy/min au 30-04-2001.

### 1.3.2.4 Lessivage (*bleach*)

La remise à zéro du signal de luminescence par la lumière solaire peut être reproduite en laboratoire. Pour cela, il est nécessaire de créer des conditions de lessivage qui permettent de réduire au maximum le signal luminescent. Dans cette étude, nous avons utilisé une lampe hydroponique (Hydrofarm) dont le spectre s'apparente à celui du soleil. Par ailleurs, une lampe halogène munie d'un filtre infrarouge a été aussi utilisée dans le protocole d'évaluation de la  $D_e$  par la méthode SAR.

## 1.4 Méthodes d'évaluation de la dose équivalente

L'évaluation de la dose équivalente peut être faite soit par la technique des aliquotes multiples ("*multiple-aliquot*") ou d'une aliquote unique ("*single-aliquot*"). Ces deux techniques exploitent cependant les mêmes méthodes de mesure soit la méthode des doses additives et/ou la méthode de régénération. De façon simple, la mesure de la dose équivalente

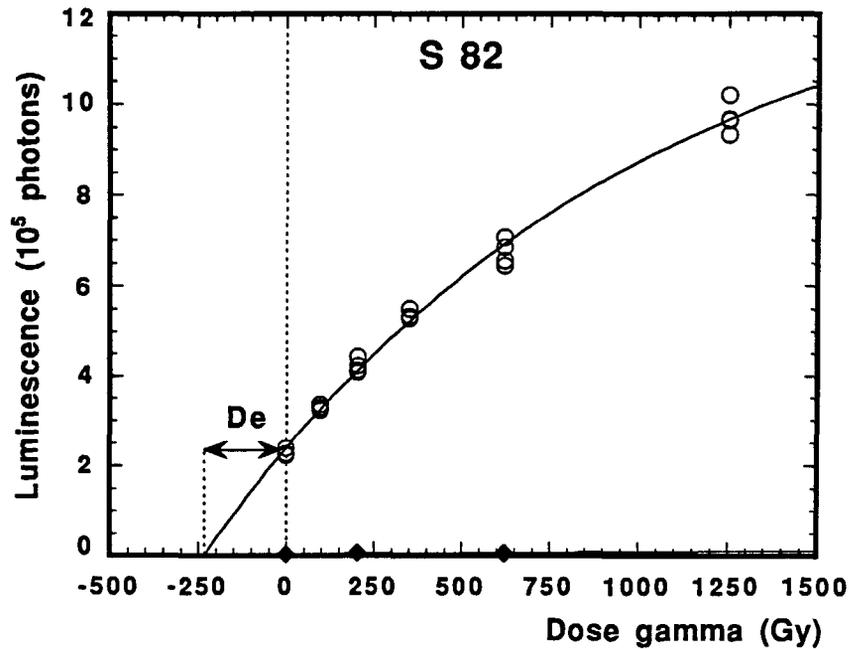


Figure 1.7: Exemple de correction d'une courbe de croissance additive par rapport au transfert thermique (exemple de l'échantillon S 82 de la carotte Sab-85). Les cercles représentent les parties aliquotes naturelles et irradiées permettant de construire une courbe de croissance additive. Les losanges correspondent à un autre lot de disques du même échantillon. Ces disques ont été dosés, lessivés puis préchauffés avant la mesure du signal IRSL. L'intersection de la courbe de croissance avec la droite définie par les aliquotes lessivées et préchauffées permet d'évaluer une dose équivalente corrigée par rapport au transfert thermique. Dans le cas présenté, la correction est négligeable.

consiste à comparer le signal naturel acquis au cours du temps d'enfouissement du sédiment à celui induit en laboratoire par l'ajout de doses connues de radiations artificielles.

#### 1.4.1 Méthodes des aliquotes multiples

##### *Normalisation*

L'évaluation de la  $D_e$  par la méthode des aliquotes multiples nécessite un certain nombre de disques. Afin de comparer le signal de luminescence généré par les différentes aliquotes, il est donc nécessaire de normaliser les disques entre eux. Il existe trois types de normalisation: une normalisation à la masse, une normalisation au signal généré par une dose standard à la fin du cycle de mesure (normalisation après dose) ou encore une normalisation au signal naturel produit par une brève stimulation (*short-shine*) avant toute autre manipulation (normalisation au naturel). La normalisation à la masse ne peut être efficace car d'une part les disques ne peuvent contenir exactement la même masse de sédiment et d'autre part à cause de l'hétérogénéité de luminescence produite par les grains. La normalisation après dose peut être compromise par les changements de sensibilité. La méthode de normalisation au signal naturel est la plus souvent utilisée. Elle consiste à stimuler brièvement (0.1s) chaque disque avant toute autre étape de mesure. Cette brève stimulation n'érode qu'une très faible portion ( $\leq 1\%$ ) du signal naturel et permet de normaliser les disques entre eux (figure 1.8).

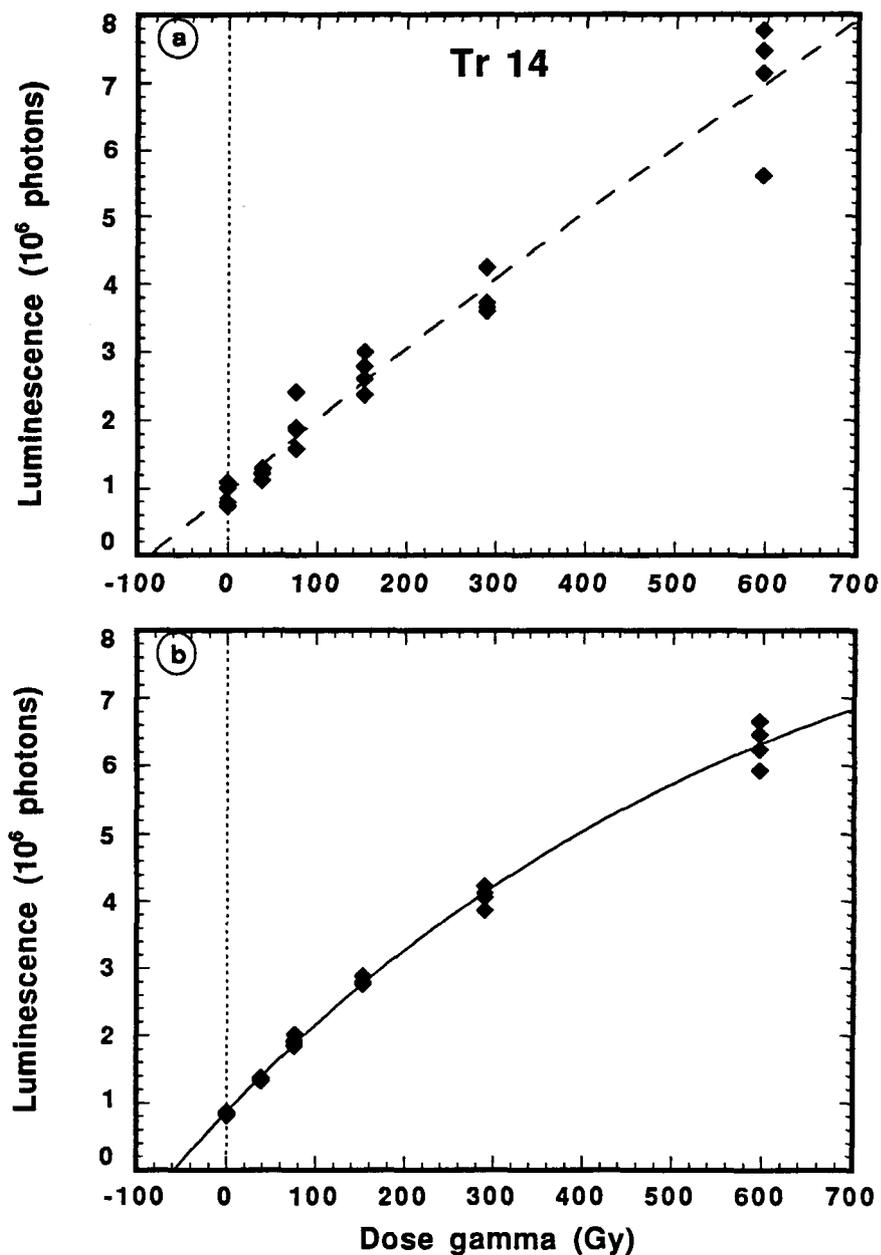


Figure 1.8: Exemple de normalisation au naturel (échantillon Tr 14 de la carotte Troll 8903). (a) Parties aliquotes naturelles et irradiées non normalisées montrant une large dispersion du signal IRSL pour la même dose. (b) Mêmes données normalisées par une courte stimulation (*short shine*) effectuée au début des mesures.

#### **1.4.1.1 Méthode des doses additives**

Comme son nom l'indique, cette méthode est basée sur la mesure de plusieurs aliquotes (de 24 à 48 disques) du même échantillon. Un groupe de disques sert à mesurer le signal naturel ( $L_N$ ), tandis que les autres groupes reçoivent des doses d'irradiations artificielles croissantes ( $L_N+\gamma_1$ ;  $L_N+\gamma_2$ ;  $L_N+\gamma_3...$ ). Après une préchauffe de tous les disques, la mesure de la luminescence des disques naturels et irradiés permet de construire une courbe de croissance dont l'extrapolation sur l'axe des abscisses (axe des doses) permet d'évaluer la dose équivalente (figure 1.9). L'approche de la méthode des doses additives est souhaitable dans le cas d'échantillons jeunes où la croissance du signal en fonction de la dose est linéaire. Pour les échantillons plus vieux ou proches de la saturation, la croissance est plutôt exponentielle et ne permet pas de bien définir la partie extrapolée de la courbe de croissance.

#### **1.4.1.2 Méthode de régénération**

Comme pour la méthode des doses additives, plusieurs aliquotes du même échantillon sont préparées. Un lot de disques sert à mesurer le signal naturel. Les autres sont remis à zéro en les exposant à la lumière puis sont irradiés par l'ajout de doses d'irradiations croissantes. L'avantage de cette méthode est que la valeur de la  $D_e$  est obtenue par une simple interpolation du signal généré par les disques naturels sur la courbe de régénération (figure 1.10). Cependant, le changement de sensibilité dû au lessivage artificiel du signal de luminescence peut être une limitation à l'application de la méthode de régénération.

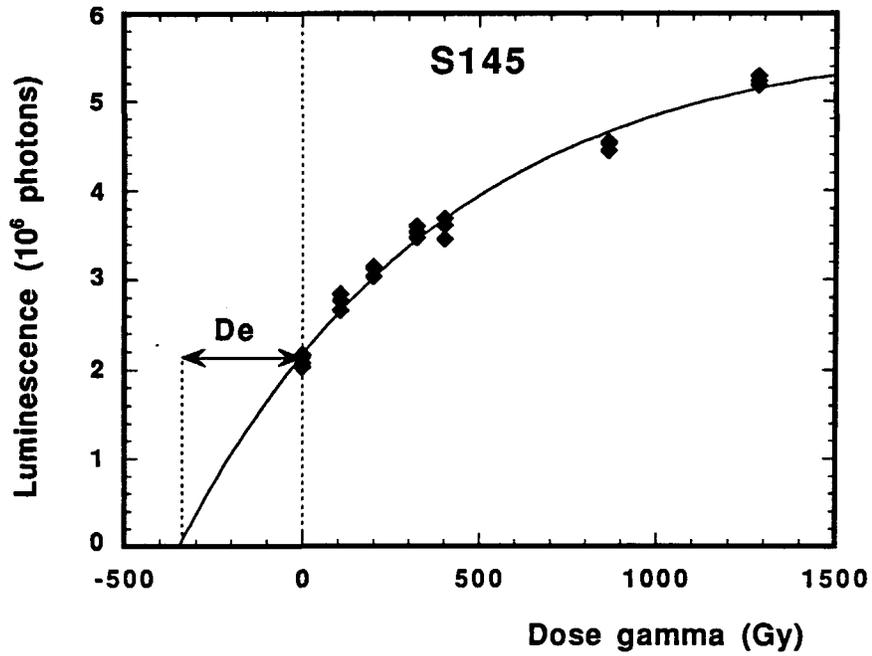


Figure 1.9: Représentation de la méthode des doses additives (exemple de l'échantillon S145 de la carotte Sab-85). La dose équivalente est obtenue par extrapolation de la courbe de croissance définie par les parties aliquotes naturelles et irradiées artificiellement.

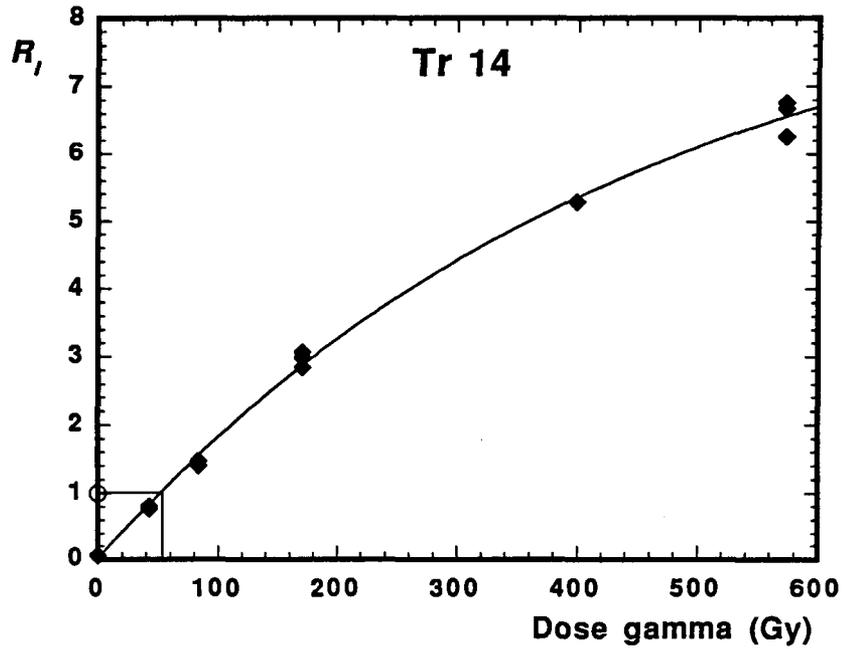


Figure 1.10: Représentation de la méthode de régénération (exemple de l'échantillon Tr 14). La dose équivalente est obtenue par interpolation du signal IRSL naturel (cercle ouvert) sur la courbe de régénération. Cette dernière est obtenue à partir d'aliquotes préalablement lessivées (remis à zéro) puis irradiées avec des doses croissantes (losange).

### 1.4.1.3 Méthode combinant la régénération et l'additive: "*Australian Slide Method*"

Cette technique exploite les avantages des deux méthodes sus-mentionnées et a l'avantage de s'appliquer aussi bien aux sédiments jeunes que ceux qui approchent la saturation. L'évaluation de la paléodose est basée sur le déplacement, le long de l'axe des doses, de la courbe de régénération jusqu'à coïncidence avec la courbe additive (figure 1.11). Mise au point par Prescott *et al.* (1993), cette technique de translation ne peut être utilisée cependant que si les deux courbes de croissance (additive et régénérée) évoluent de façon parallèle (homothétique). De ce fait, elle peut renseigner sur les changements de sensibilité.

### 1.4.2 Méthode des aliquotes uniques

L'évaluation de la dose équivalente par les méthodes des aliquotes uniques est basée sur des mesures effectuées sur un disque sur lequel est déposé soit une couche de grains ou encore un grain monominéralique. Cette méthode présente de nombreux avantages par rapport à la méthode des aliquotes multiples car (1) elle requiert une très petite quantité de sédiment, (2) elle offre une grande précision sur la mesure de la  $D_e$  en générant une population de paléodoses pour autant de disques utilisés, (3) elle permet de s'affranchir de problèmes techniques de manipulation (perte de disque, raclage de la surface du disque), (4) Elle n'utilise pas de normalisation, et (5) elle offre des informations sur l'homogénéité du sédiment. La méthode des aliquotes uniques a été proposée par Duller (1991) en utilisant l'IRSL des feldspaths potassiques. Avec la méthode des doses additives, l'aliquote subit plusieurs cycles de mesure qui comprennent à chaque fois l'ajout d'une dose d'irradiation, une préchauffe puis une brève stimulation. C'est la méthode SAAD (*Single Aliquot Additive Dose*). La répétition de ce cycle de mesure avec des doses d'irradiations cumulatives permet

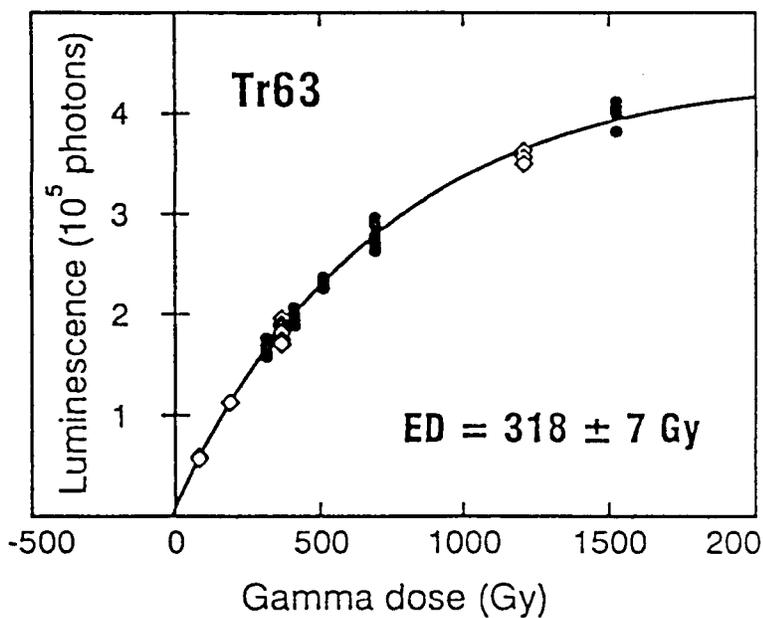
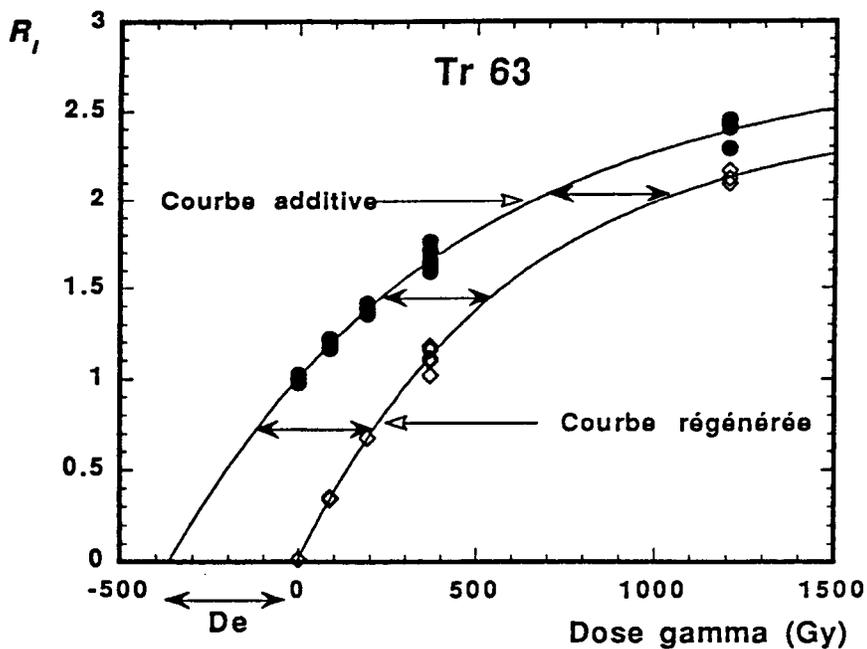


figure 1.11: Figure montrant le principe de la méthode "Australian slide" (exemple de l'échantillon Tr 63 de la carotte Troll 8903). Le graphique du haut montre l'évolution en parallèle des courbes de croissance obtenues par les méthodes des doses additives et de régénération. La dose équivalente correspond à la translation le long de l'axe des doses de ces deux courbes de croissances (graphique du bas).

de construire une courbe de croissance dont l'extrapolation permet de déterminer la De. Pour ne pas surestimer la De, il est nécessaire de tenir compte de l'effet de la perte du signal par les mesures et les préchauffes répétitives (Duller, 1991, 1994 a).

#### **1.4.2.1 Méthode de régénération (*Single Aliquot Regeneration: SAR*)**

Le principe de la méthode consiste à faire des cycles de mesures répétitifs d'une seule aliquote d'un même échantillon. Chaque cycle comprend: (1) une dose d'irradiation, (2) une préchauffe puis (3) la mesure du signal régénéré. Ceci permet de construire une courbe de croissance qui permet de calculer la dose de radiation artificielle susceptible de produire un signal luminescent équivalent au signal naturel. Cette méthode a l'avantage d'utiliser une interpolation du signal naturel sur la courbe régénérée plutôt qu'une extrapolation comme dans le cas de doses additives. Telle que présentée ci-dessus, la principale limitation de cette méthode réside dans le fait que des changements de sensibilité peuvent se produire entre la mesure du signal naturel et celui régénéré d'un cycle de régénération à un autre (e.g. Aitken, 1998). Murray et Roberts (1998) ont montré qu'il existe une forte relation entre le pic TL à 110°C et le signal OSL du quartz et ont proposé d'utiliser cette relation afin de corriger les changements de sensibilité. Plutôt que d'utiliser le pic TL à 110°C, Murray et Mejdahl (1999), Murray et Wintle (2000), Wallinga *et al.* (2000) proposent d'appliquer une faible dose test après la lecture du signal naturel et régénéré qui permet de suivre et de corriger pour les changements de sensibilité au cours des cycles de régénérations (voir chapitre 4 - Utilisation de la méthode SAR).

### 1.4.2.2 Méthode des grains individuels

La méthode d'une aliquote unique a aussi été appliquée à un seul grain monominéralique. La méthode des grains individuels a été développée d'abord sur des grains de feldspath potassique (Lamothe *et al.*, 1994) et a été appliquée sur des grains de quartz par plusieurs auteurs par la suite (Murray et Roberts, 1997; Olley *et al.*, 1999; Roberts *et al.*, 1999). Pour évaluer la dose équivalente à partir de monograins de feldspath potassique, Lamothe *et al.* (1994) ont étudié un échantillon de sable glacio-marin du Sud du Québec daté à 10 ka (âge  $^{14}\text{C}$ ). Parmi 120 grains analysés, 15 ont été sélectionnés. Ces grains ont montré une dispersion des paléodoses entre 25 et 300 Gy. Ces derniers ont donné des âges surestimés de 300 % par rapport à l'âge présumé. Les grains à faible paléodose, quand à eux donnent des âges apparents sous-estimés de 30 % par rapport à l'âge présumé. Les grains de forte dose constituent donc des grains non remis à zéro au moment du dépôt alors que les grains de faible dose seraient affectés par le fading. Outre l'évaluation de la dose équivalente (Lamothe *et al.*, 1994), la méthode des monograins permet de documenter l'efficacité de la remise à zéro du sédiment (Lamothe et Auclair, 1997). Le rapport de l'intensité du grain irradié sur celle naturelle du même grain ( $R_f = L_{N+\gamma}/L_N$ ; Lamothe, 1996) représente un facteur de discrimination qui permet d'évaluer l'homogénéité de l'échantillon analysé (figure 1.12). Les grains bien remis à zéro sont très sensibles à l'ajout de dose d'irradiation et se caractérisent par un rapport  $R_f$  supérieur à 1. Par contre, dans le cas de grains non remis à zéro, la luminescence induite par une dose de radiation est très faible par rapport au signal naturel ce qui se traduit par un rapport  $R_f$  proche de l'unité.

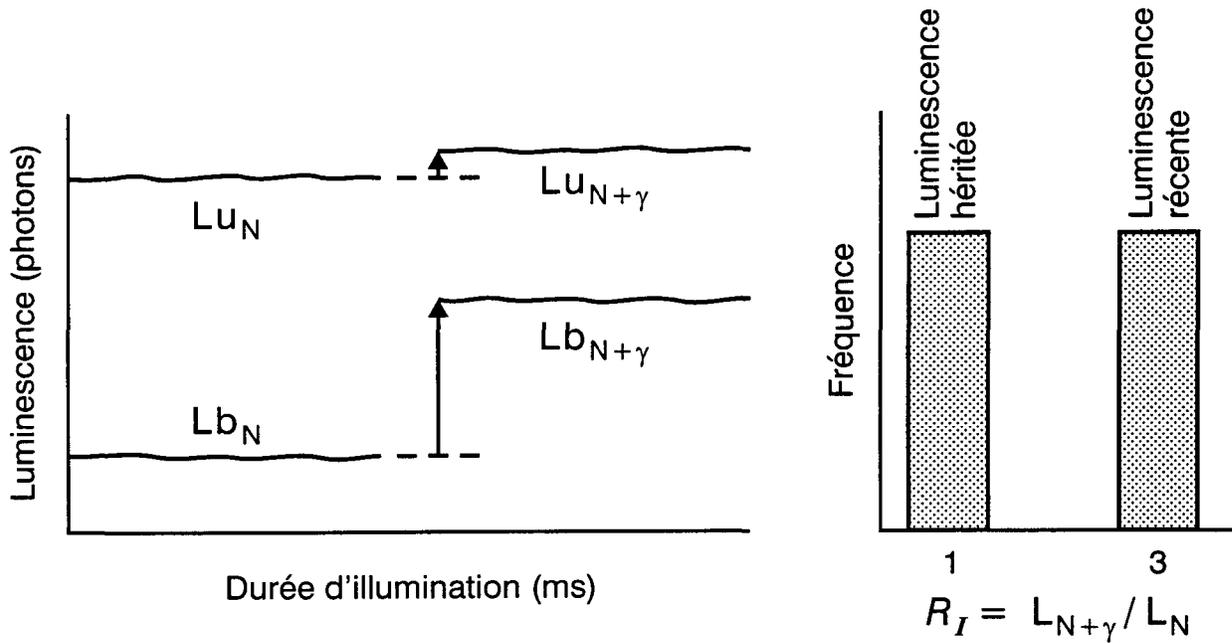


Figure 1.12: Principe de mesure du rapport  $R_I (L_{N+\gamma}/L_N)$ ; tiré de Lamothe (1996). L'ajout d'une dose de radiation aux grains non remis à zéro n'induit pas une augmentation notable de la luminescence,  $R_I$  est dans ce cas près de 1. Par contre, pour les grains bien remis à zéro, l'ajout de la même dose de radiation provoque une croissance significative du signal IRSL post-irradiation et donc du rapport  $R_I$ . u = unbleached; b = bleached.

## 1.5 Remise à zéro du signal prédépositionnel

Quelle que soit la méthode de luminescence favorisée (TL ou OSL), les techniques de mesure utilisées (GLSL, IRSL), la fraction granulométrique choisie (fraction fine polyminérale ou grains grossiers de quartz ou feldspath) et la méthode d'évaluation de la dose équivalente adoptée (*multiple aliquots* ou *single aliquots*), la remise à zéro constitue un postulat de base pour appliquer les méthodes de datation par luminescence. La chauffe d'un échantillon dans le cas des céramiques, poteries et outils archéologiques, implique un vidage total d'électrons des pièges et donc une bonne remise à zéro. Dans de tels cas, la TL constitue un bon outil de datation (e.g. Fleming, 1979). Dans le cas de sédiments, cependant, cette remise à zéro n'est pas complète. En effet, le signal TL naturel reste un signal composite engendré par la somme de la TL induite par la radiation subséquente des radioéléments dans le sédiment et la TL résiduelle non remise à zéro au moment du dépôt. Dans l'environnement éolien, de nombreuses études ont été entreprises, et avec succès, pour des fins de datation (e.g. Singhvi *et al.*, 1982; Prescott, 1983; Chawla *et al.*, 1992). Dans ce type de milieu, le sédiment est suffisamment exposé à la lumière solaire lors de son transport et/ou son dépôt. Dans ces conditions, la remise à zéro est effective. Par contre, dans d'autres milieux sédimentaires naturels (e.g. glaciaire ou glacio-marin), l'application de la TL peut être entravée par une exposition inadéquate du sédiment à la lumière ce qui a pour effet de surévaluer l'âge du sédiment (Forman et Ennis, 1992; Jennings et Forman, 1992; Gemmell, 1988, 1994, 1997; Balescu et Lamothe, 1994). Dans de tels environnements, l'alternative est d'appliquer la méthode de luminescence optique dont la stimulation optique de l'échantillon n'affecte que des pièges fortement sensibles à la lumière. Ceci est un grand avantage par rapport à la TL quant à la remise à zéro. Il a été démontré, en effet, que le signal optique d'un échantillon de quartz de 500 ka est réduit de 90 % après seulement 10 secondes d'exposition

à la lumière solaire comparativement à une diminution de 83 % du signal TL du même quartz après 20 h d'exposition (Godfrey-Smith *et al.*, 1988). Dans cette étude, nous avons utilisé le test du plateau (*shine plateau*: Huntley *et al.*, 1985) et le rapport  $R_I$  précédemment décrit pour documenter la remise à zéro du sédiment.

### 1.6 Perte du signal avec le temps (*anomalous fading*)

Le phénomène de *fading* est un processus "anormal" mais naturel qui consiste en la perte du signal de luminescence avec le temps. Ce phénomène a été observé aussi bien en TL (Wintle, 1973) qu'en OSL (Spooner, 1992; 1993) et a pour effet de sous-estimer les âges IRSL des feldspaths potassiques. Deux méthodes permettent de corriger pour le fading. La première repose sur l'analyse des grains individuels de feldspaths potassiques (Lamothe et Auclair, 1999). La comparaison du rapport  $R_I$  mesuré tout de suite après l'irradiation ( $R_I$  prompt) avec celui mesuré après un délai de quelques semaines ( $R_I$  délai) permet de détecter si les grains sont affectés par le fading et de corriger éventuellement les doses équivalentes obtenues par les méthodes des doses additives et/ou de régénération (figure 1.13; Lamothe et Auclair, 1999). Si les grains ne sont pas affectés par le fading, les rapports  $R_I$  prompt et délai sont égaux et les points se placeraient alors sur une droite de pente 1. Lorsque le signal IRSL induit est affecté par le fading, les points s'alignent selon une droite appelée *fadia*. L'intersection de la *fadia* avec la droite de pente 1 définit le point  $R_I^0$  où le *fading* est égal à zéro ( $R_I$  prompt =  $R_I$  délai). La méthode *fadia* a été appliquée récemment avec succès pour obtenir une dose équivalente corrigée par rapport au fading (Lamothe et Auclair, 2000; Balescu *et al.*, 2001). La deuxième méthode de correction exploite la relation logarithmique entre la décroissance du signal IRSL induit et le temps écoulé depuis l'irradiation artificielle (Huntley et Lamothe, 2001). Cette technique corrige l'âge plutôt que la dose équivalente

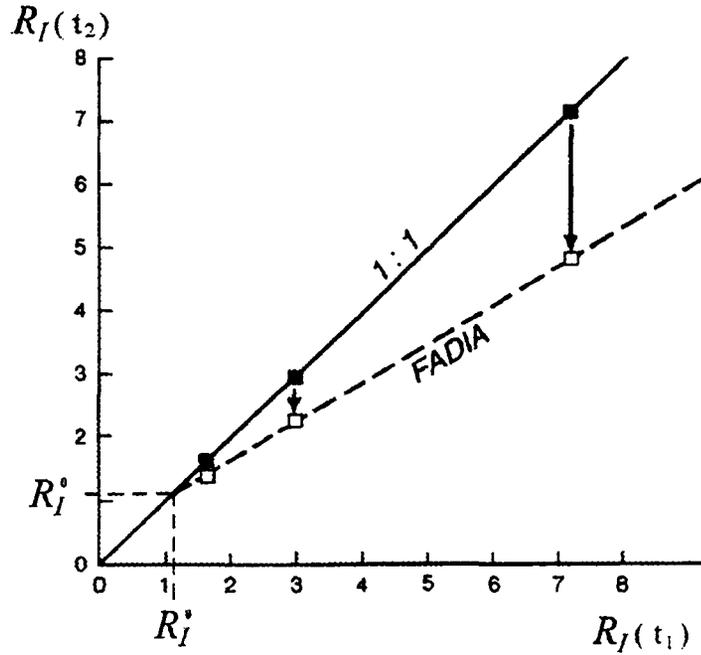


figure 1.13: Principe de la méthode *fadia* (tiré de Lamothe et Auclair 1999).  $R_I(t_1)$  et  $R_I(t_2)$  sont les rapports des intensités  $L_{N+\gamma}/L_N$  mesurés rapidement après l'irradiation ( $t_1$ : prompte) puis à quelques jours après l'irradiation ( $t_2$ : délai). Les grains de feldspaths potassiques montrent un taux de *fading* qui est différent d'un grains à un autre pour le même échantillon. La droite reliant les intensités des rapports  $R_I(t_1)$  vs  $R_I(t_2)$  est appelée *fadia*. L'intersection de la *fadia* avec la droite de pente 1 définit le paramètre  $R_I^0$  [ $R_I(t_1) = R_I(t_2)$ ] qui correspond au *fading* zéro.

comme c'est le cas pour la méthode *fadia*. Le taux de *fading* (g) exprimé en pourcentage par unité de temps (décade) est calculé et l'âge obtenu est corrigé en utilisant un calcul itératif qui exploite la dose équivalente mesurée. Dans le cadre de cette étude, le *fading* est observé lorsqu'on remesure le signal IRSL sur des aliquotes naturelles et irradiées après un délai de quelques semaines. Nous avons exploité la méthode *fadia* et la méthode "g" pour tenter de corriger soit la dose équivalente mesurée soit l'âge calculé.

### 1.7 Dose annuelle

Outre la dose équivalente, le calcul d'âge par les méthodes de luminescence repose sur la détermination de la dose annuelle. Celle-ci représente la dose absorbée par l'échantillon par unité de temps (année). Elle est due aux radiations, *in situ*,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  issues des radioisotopes de l'uranium, thorium et potassium plus une faible contribution de la radiation due au rayonnement cosmique. L'équation d'âge peut s'écrire sous la forme:

$$\text{Age} = D_e / (D'\alpha + D'\beta + D'\gamma)$$

Où:

$$D'\alpha = D\alpha / (1 + H\alpha \Delta) \quad \text{avec } D\alpha = (d\alpha_U * W_U + d\alpha_{Th} * W_{Th}) * b$$

$$D'\beta = D\beta / (1 + H\beta \Delta) \quad \text{avec } D\beta = (d\beta_K * W_K + d\beta_U * W_U + d\beta_{Th} * W_{Th})$$

$$D'\gamma = D\gamma / (1 + H\gamma \Delta) \quad \text{avec } D\gamma = (d\gamma_K * W_K + d\gamma_U * W_U + d\gamma_{Th} * W_{Th} + D_c)$$

$W_U$ ,  $W_{Th}$  et  $W_K$  sont les concentrations d'uranium, de thorium (en ppm) et le pourcentage de  $K_2O$ .

$\Delta$  est le rapport de la masse de l'eau sur la masse de l'échantillon sec.

$H$  est le coefficient d'absorption de la radiation par l'eau et il dépend du type de radiation.

$H\alpha = 1.49$ ;  $H\beta = 1.25$  et  $H\gamma = 1.14$  (Aitken, 1985).

$b$  est le facteur d'efficacité de la dose alpha. C'est la capacité qu'une dose alpha unitaire d'induire de la luminescence par rapport à la même dose de rayonnement  $\beta$  ou  $\gamma$ .

$d$  sont les facteurs d'activités spécifiques et sont empruntés à Adamiec et Aitken (1998):

$d\alpha_U = 2.78$ ;  $d\alpha_{Th} = 0.732$ ;  $d\beta_K = 0.782$ ;  $d\beta_U = 0.146$ ;  $d\beta_{Th} = 0.0273$ ;  $d\gamma_K = 0.243$ ;  $d\gamma_U = 0.113$ ;  $d\gamma_{Th} = 0.0476$ .

$D_c$  est la dose cosmique. D'une manière générale, elle constitue moins de 5 % de la dose de radiation totale. Dans le cas de cette étude, la contribution de la dose cosmique est considérée négligeable étant donné la profondeur des sites de forage.

Pour déterminer la contribution des différentes doses de radiations, nous avons utilisé la méthode de comptage par scintillation alpha et la méthode d'analyse par activation neutronique (INAA: Instrumental Neutron Activation Analysis). Celle-ci permet de déterminer les concentrations des radioisotopes en tête des chaînes radioactives de l'uranium et du thorium ainsi que le pourcentage en potassium. Le principe est de convertir ces radionucléides en isotopes de courte demi vie dont les produits de désintégration sont des émetteurs gamma. La méthode de comptage alpha consiste à mesurer les particules alpha émises par les isotopes des chaînes radioactives de l'uranium et du thorium (figure 1.14).

La technique de mesure est relativement simple. Elle consiste à placer une mince couche de sédiment, finement broyée, sur une feuille de sulfure de zinc à l'intérieur d'une capsule en plastique. Ce petit montage est ensuite placé sur un tube photomultiplicateur. A chaque désintégration, une particule alpha crée une scintillation au contact du sulfure de zinc. Ceci

Numéro atomique	Elément	Série $^{238}\text{U}$	Série $^{235}\text{U}$	Série $^{232}\text{Th}$
92	U	$^{238}\text{U}$ 4,469 10 <sup>9</sup> a	$^{235}\text{U}$ 7,13 10 <sup>8</sup> a	
91	Pa	$^{234}\text{Pa}$ 1,18m	$^{231}\text{Pa}$ 3,276 10 <sup>4</sup> a	
90	Th	$^{234}\text{Th}$ 24,1j	$^{231}\text{Th}$ 25,6h	$^{232}\text{Th}$ 1,39.10 <sup>10</sup> a
89	Ac		$^{227}\text{Ac}$ 22,0a	$^{228}\text{Ac}$ 6,13h
88	Ra	$^{230}\text{Th}$ 7,569.10 <sup>4</sup> a	$^{227}\text{Th}$ 18,6j	$^{228}\text{Th}$ 1,90a
87	Fr		$^{223}\text{Ra}$ 11,1j	$^{224}\text{Ra}$ 3,64j
86	Rn	$^{226}\text{Ra}$ 1599a	$^{223}\text{Rn}$ 3,92s	$^{220}\text{Rn}$ 54,5s
85	At	$^{222}\text{Rn}$ 3,825j		
84	Po	$^{218}\text{Po}$ 3,05m	$^{215}\text{Po}$ 1,83 10 <sup>-5</sup> s	$^{216}\text{Po}$ 0,158s
83	Bi	$^{214}\text{Po}$ 1,6 10 <sup>-4</sup> s	$^{211}\text{Bi}$ 2,16m	$^{212}\text{Bi}$ 60,5m
82	Pb	$^{214}\text{Bi}$ 19,7m	$^{210}\text{Bi}$ 5j	$^{212}\text{Pb}$ 10,6h
81	Tl	$^{214}\text{Pb}$ 26,8m	$^{210}\text{Pb}$ 21,4a	$^{208}\text{Pb}$ stable
		$^{210}\text{Pb}$ 26,8m	$^{207}\text{Tl}$ 4,79m	$^{208}\text{Tl}$ 3,1m
		$^{210}\text{Tl}$ 1,3m	$^{206}\text{Pb}$ stable	$^{206}\text{Tl}$ 4,19m
		$^{210}\text{Bi}$ 5j	$^{207}\text{Pb}$ stable	$^{208}\text{Pb}$ stable
		$^{210}\text{Po}$ 138,4j		

Figure 1.14: Chaînes radioactives de l'uranium 238, 235 et du thorium 232. Les flèches verticales représentent les désintégrations alpha, les flèches obliques les désintégrations bêta (modifié de Ivanovich et Harmon 1982).

produit des photoélectrons qui après amplification deviennent des pulsations électriques. Ces dernières sont enregistrées par un dispositif électronique qui a la particularité de livrer trois types d'informations (Turner *et al.*, 1958; Aitken, 1985): (i) Le compte total qui correspond aux désintégrations totales alpha émises par l'échantillon, (ii) le compte d'émission de particules alpha qui surviennent à intervalle inférieur à 0.4 s (*slow pairs*) et (iii) le compte d'émission alpha qui surviennent à intervalle inférieur à 4 ms (*fast pairs*). Le compte total étant proportionnel à la dose alpha, il permet de déterminer celle-ci. Le comptage des paires permet d'évaluer les doses bêta et gamma dues à l'uranium et au thorium. Pour le calcul d'âge, seul le compte "total" est utilisé. Il est comparé à celui produit par les abondances (INAA) de l'uranium et de thorium. Dans le cas où les isotopes des chaînes radioactives sont en équilibre, les deux techniques devraient livrer les mêmes activités (Aitken 1985).

La fuite du radon (gaz rare) cause un déséquilibre radioactif à l'intérieur de la chaîne radioactive de l'uranium et peut donc introduire des erreurs dans les résultats et fausser le calcul de la dose annuelle. Ce problème peut cependant être contrôlé soit en utilisant des échantillons préparés par fusion dans un verre de borate (Prescott et Jensen, 1980; Jensen et Prescott, 1983) soit en comparant systématiquement les taux de comptage de l'échantillon ouvert et fermé (Huntley et Wintle, 1981). Un taux de comptage identique indiquerait qu'il n'y a pas de fuite de radon.

Outre le calcul de la dose annuelle, la méthode de comptage par scintillation alpha a été exploitée dans le but de déterminer la vitesse de sédimentation à partir des activités d'isotopes de  $^{230}\text{Th}$  et  $^{231}\text{Pa}$ . Ces activités ont été déterminées selon la procédure décrite par Huntley et Wintle (1981). Les sédiments ainsi analysés proviennent de la carotte TWC/PC 84-030-001. Les résultats ainsi que la discussion sont reportés à l'annexe 1.

## CHAPITRE 2

### DATATION DE SÉDIMENTS MARINS DU QUATERNAIRE RÉCENT PAR LA MÉTHODE DE LUMINESCENCE OPTIQUE (IRSL): EXEMPLE DE LA CAROTTE TROLL 8903, CHENAL NORVÉGIEN, NORVÈGE.

#### 2.1 Introduction

Dans les années quatre-vingts, l'évolution des méthodes en thermoluminescence (TL) a donné naissance à une nouvelle méthode de datation, soit la luminescence optique (OSL: *Optically Stimulated Luminescence*). Cette dernière a été proposée par Huntley et ses collaborateurs en 1985 comme outil de datation de sédiments du Quaternaire récent. Cette étude fait suite, en fait, aux travaux de Wintle et Huntley (1979, 1980) qui révélèrent pour la première fois que le signal luminescent issu de la fraction clastique inorganique peut être remis à zéro par une exposition du sédiment à la lumière solaire. Ces auteurs démontrèrent que les âges TL de sédiments de forages dans l'Océan Pacifique montrent une bonne concordance avec les âges basés sur la stratigraphie isotopique et les dates au radiocarbone. Cependant, la remise à zéro du signal TL demeure partielle puisque le signal naturel reste, en fait, un signal composite engendré par la somme de la TL induite par la radiation subséquente des radioéléments dans le sédiment et la TL résiduelle non remise à zéro au moment du dépôt. De ce point de vue, l'enthousiasme pour les méthodes de luminescence optique (IRSL: *Infrared stimulated*

*luminescence*, GLSL: *Green light stimulated luminescence*) est justifié puisque la remise à zéro de ce signal est rapide et effective, et cela même en milieu aquatique (Godfrey-Smith, 1991; Perkins et Rhodes, 1994). Bien que la méthode ait une bonne assise dans le domaine de la géochronologie quaternaire continentale, deux problèmes constituent encore des obstacles à son application de façon universelle: (1) l'efficacité de la remise à zéro du signal luminescent avant l'enfouissement du sédiment et (2) la perte du signal naturel et induit par l'ajout de doses de radiations artificielles avec le temps (*anomalous fading*). Le processus de remise à zéro du signal luminescent constitue un postulat de base dans un programme de datation par luminescence. Contrairement aux sédiments éoliens où la remise à zéro est incontestable (*e.g.* Wintle, 1993), elle constitue un véritable défi lorsqu'il s'agit de dater par exemple des dépôts glacio-marins, glacio-lacustres, fluviaux ou encore fluvioglaciaires (Duller *et al.*, 1995; Lamothe et Auclair, 1997). Une mauvaise remise à zéro du sédiment conduit à une surestimation des âges IRSL car le signal hérité contribue de façon significative au signal naturel. L'*anomalous fading* (Wintle, 1973) est un phénomène physique naturel dont le processus, effet tunnel (Visocekas, 1985; Aitken, 1985), est relativement peu connu. Il affecterait plusieurs types de feldspath (*e.g.* Spooner, 1993) et conduit à une sous-estimation des âges IRSL. L'analyse des grains monominéraliques de feldspaths potassiques (Lamothe *et al.*, 1994) et de quartz (Murray et Roberts, 1997) s'avère une solution prometteuse pour résoudre ces problèmes. En effet, la technique des grains individuels peut servir non seulement comme indicateur de l'efficacité de la remise à zéro (Lamothe, 1996; Lamothe et Auclair, 1997), mais aussi comme moyen de détecter le fading et de corriger éventuellement les sous-estimations des âges IRSL (Lamothe et Auclair, 1999, 2000; Balescu *et al.*, 2001).

Durant la dernière décennie, la méthode de datation par luminescence optique a été largement utilisée pour contribuer à l'établissement de cadres chronologiques à des

séquences quaternaires continentales. Différents environnements sédimentaires (lacustre, fluvial, marin littoral, éolien) ont été étudiés (*e.g.* Aitken, 1998). Cependant, en milieu océanique, aucune étude géochronologique basée sur les méthodes de datation par luminescence optique n'a été rapportée à ce jour. Il s'agit pourtant d'un milieu sédimentaire d'importance dans la reconstitution des événements climatiques où la limite supérieure du  $^{14}\text{C}$  (*ca.* 40ka), méthode de datation usuellement utilisée, restreint l'accessibilité aux dépôts antérieurs à la glaciation du Wisconsinien supérieur.

Le forage étudié se situe dans la partie nord de la Mer du Nord, au centre du Chenal Norvégien. Les fluctuations climatiques dans ce secteur ont été marquées par des changements dans les paléocirculations océaniques d'une part et par l'évolution de la calotte de glace Scandinave qui a couvert les régions périphériques du bassin durant les maximums glaciaires (Lehman *et al.*, 1991; Lehman et Keigwin, 1992; Sejrup *et al.*, 1994). La chronologie absolue de cette séquence constitue dès lors un élément important dans la compréhension des changements des conditions paléocéanographiques d'une part et l'histoire complexe du dernier cycle climatique dans ce secteur de la Mer du Nord, d'autre part. Les sédiments mis en place depuis la dernière déglaciation ont fait l'objet de plusieurs publications. Leur cadre chronologique est bien établi par de nombreuses dates  $^{14}\text{C}$  effectuées sur des tests de foraminifères (Sejrup *et al.*, 1994; Haflidason *et al.*, 1995). Cependant, la chronologie des dépôts antérieurs aux derniers 15 mille ans demeure relative.

Dans cette étude, la méthode de datation par luminescence optique (IRSL) est appliquée à des sédiments marins pléistocènes de la carotte Troll 8903 (Sejrup *et al.*, 1994). Les mesures IRSL sont effectuées sur la fraction fine polyminérale (4-11  $\mu\text{m}$ ) et sur des monograins de feldspath potassique de la fraction grossière (125-300  $\mu\text{m}$ ). La méthode est testée sur un échantillon dont l'âge  $^{14}\text{C}$  est connu puis appliquée à des

échantillons plus anciens. La position chronostratigraphique de ces derniers est basée sur des corrélations avec des forages voisins pour lesquels on dispose d'informations lithologiques, biostratigraphiques et quelques données chronologiques. L'objectif de cette étude est donc d'élargir le champ d'application de la méthode de datation par IRSL en étudiant une séquence quaternaire marine. Cette étude permettra de tester les potentialités de la méthode, de définir ses limites et contribuera enfin à l'étude chronologique du dernier cycle climatique dans cette région de la Mer du Nord.

## **2.2 Localisation du forage, description et âges présumés des échantillons analysés**

Le site de la carotte Troll 8903 (Lat. 60°38'N; Long. 3°43'E) est situé dans le secteur nord-est de la Mer du Nord, au centre du Chenal Norvégien (figure 2.1). Le site est influencé par le courant côtier norvégien qui est une composante du courant de la dérive Nord Atlantique et par le courant Nord-Est Atlantique qui entre dans le bassin par le secteur septentrional au nord des Iles Shetland. Échantillonnés à quelques kilomètres des côtes, les sédiments de la carotte présentent la particularité d'enregistrer aussi bien les changements environnementaux marins que les fluctuations du front de la calotte de glace Scandinave. La carotte fait 219 m de long et a été forée à 300 m de profondeur. La séquence se compose de sédiments glaciaires denses à faible teneur en eau entrecoupés par des sédiments glacio-marins et marins riches en contenu micropaléontologique (figure 2.2). Il s'agit en fait, d'une séquence composite où les trois premiers mètres proviennent d'une carotte par gravité (91-1) prélevée au même site (figure 2.3). Ces deux carottes sont corrélées par un marqueur chronostratigraphique (Cendres volcaniques-*Vedde Ash*) et par de nombreuses dates  $^{14}\text{C}$  effectuées sur des foraminifères benthiques (Sejrup *et*

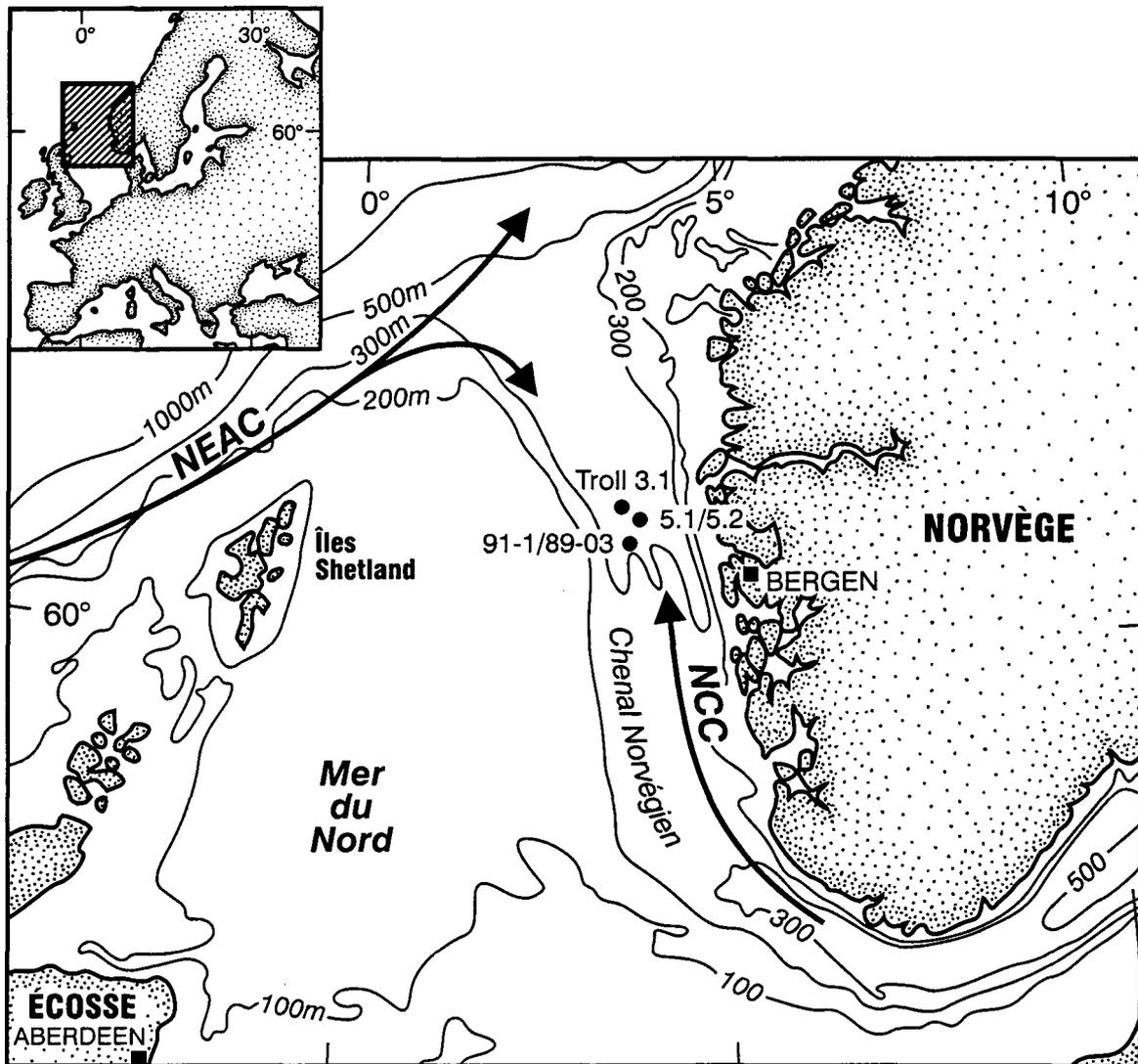


Figure 2.1: Localisation du site de forage Troll 91-1/89-03.

Carotte Troll 91-1:  $60^{\circ}38.1' N - 03^{\circ}43.5' E$ ; Profondeur 300 m; Longueur 3 m. Carotte 89-03:  $60^{\circ}38.30' N - 03^{\circ}43.40' E$ ; Profondeur 300 m; Longueur 219 m. Les carottes Troll 3.1 (Lehman *et al.*, 1991) et 5.1/5.2 (Sejrup *et al.*, 1989) sont évoquées dans le texte.

Les flèches représentent un schéma de circulation des masses d'eaux de surface (d'après Nordberg, 1991). NEAC: North-East Atlantic Current; NCC: Norwegian Coastal Current.

## Troll 91-1/89-03

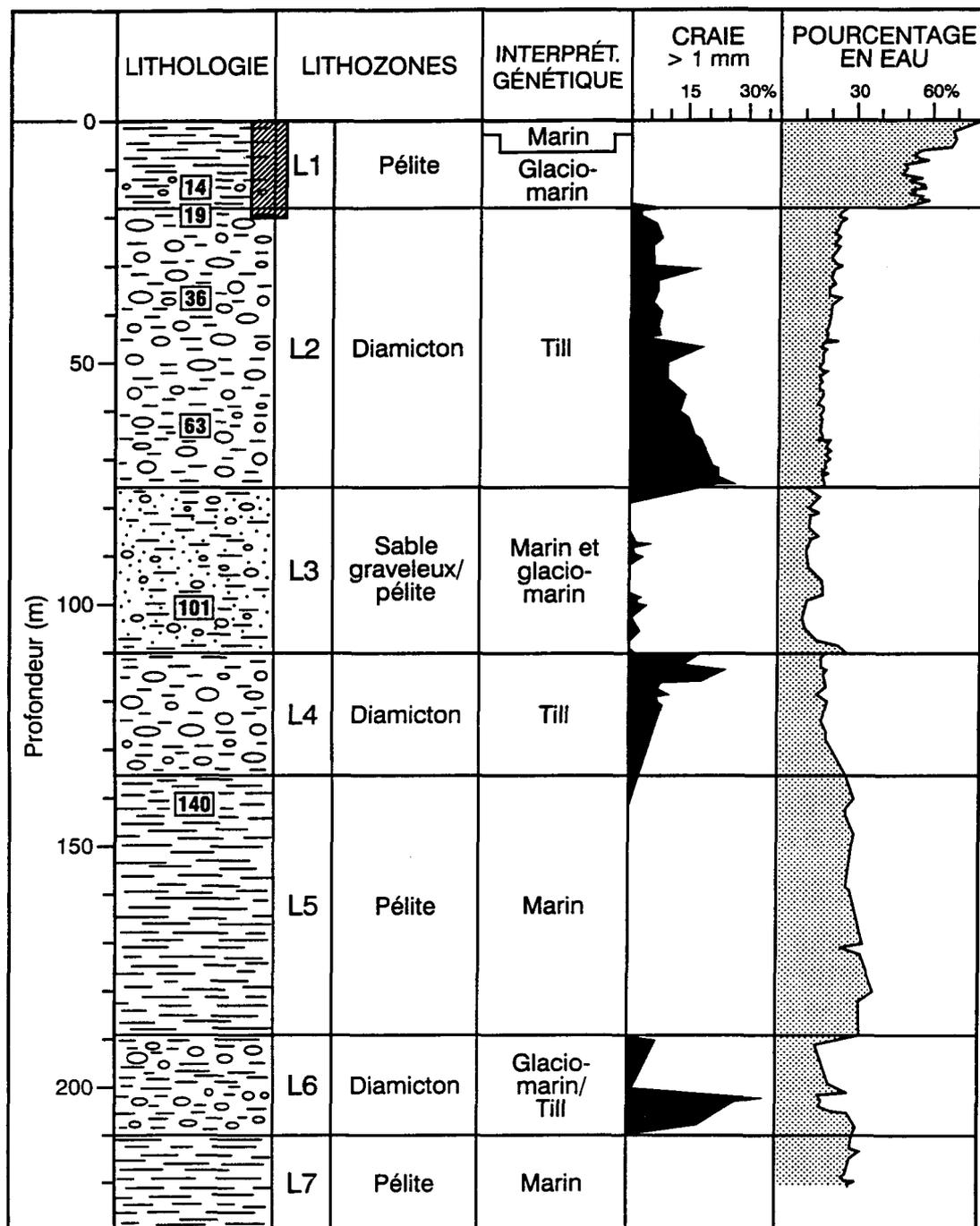


Figure 2.2: Lithostratigraphie et interprétation génétique des différentes unités du forage. Du plus récent au plus ancien, les échantillons analysés sont: Tr14 (14.56 m), Tr19 (19.82 m), Tr36 (36.51 m), Tr63 (63.23 m), Tr101 (101.05 m), Tr140 (140.84 m).

### Troll 91-1/89-03

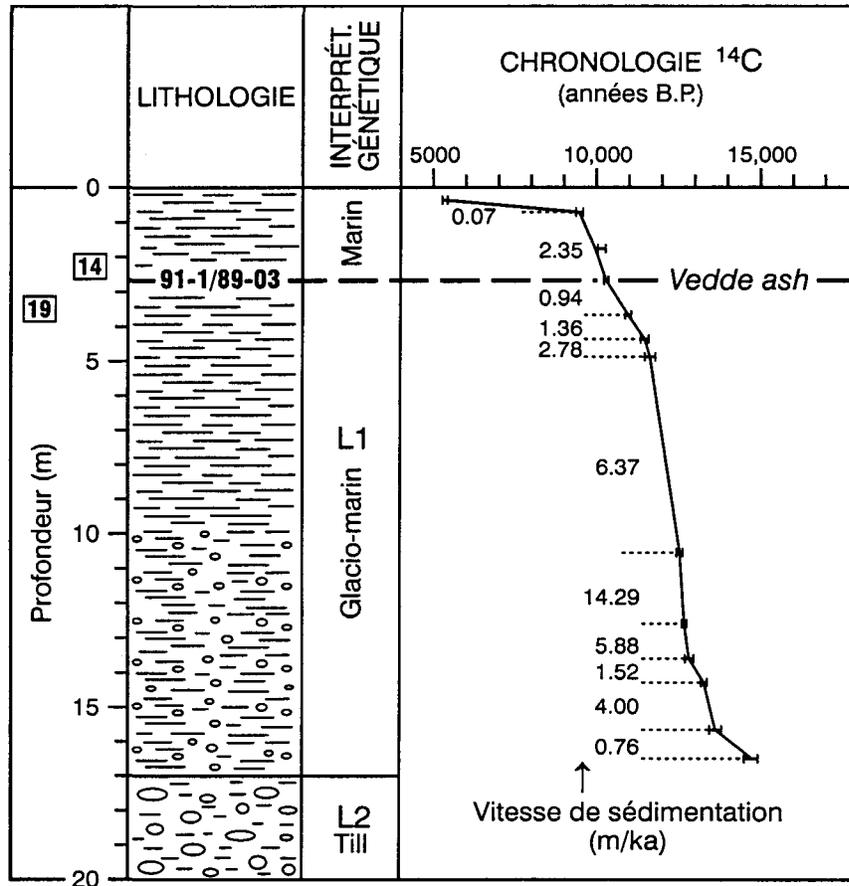


Figure 2.3: Corrélation des carottes Troll 91-1 et Troll 89-03 basée sur des âges  $^{14}\text{C}$  et sur la présence d'un marqueur chronostratigraphique (*Vedde ash*: cendre volcanique). Les âges radiocarbones obtenus par AMS sont effectués sur des foraminifères benthiques (Haflidason *et al.*, 1995).

*al.*, 1994; Haflidason *et al.*, 1995). La subdivision lithostratigraphique et l'interprétation génétique des différentes unités de la séquence sont basées sur des données lithologiques, biostratigraphiques, géotechniques et sur des évidences acoustiques (profils sismiques). Ces unités sont corrélées avec les lithozones L1-L5 décrites par Sejrup *et al.* (1989) dans d'autres forages de la région. Les 17 premiers mètres de la séquence (L1) se composent de sédiments marins et glacio-marins fins qui couvrent les derniers 15 ka. Cette unité se caractérise par une forte vitesse de sédimentation qui permet d'étudier à haute résolution les changements des conditions paléocéanographiques et paléoclimatiques depuis la dernière déglaciation (Sejrup *et al.*, 1994; Haflidason *et al.*, 1995; Rochon *et al.*, 1996). L1 correspond à la formation de *Kleppe Senior* qui se caractérise par des sédiments très argileux (Andersen *et al.*, 1995). A la base de cette unité, les foraminifères planctoniques et benthiques définissent un assemblage polaire arctique qui marque le retrait glaciaire autour de 15 ka. Vers le sommet, la microfaune devient diversifiée et de plus en plus riche en espèces subpolaires qui caractérisent la période holocène (Sejrup *et al.*, 1989). Ces dépôts reposent sur un diamicton massif (L2) qui représente la formation *Norwegian Trench*. Les sédiments diamictiques des lithozones L2 et L4 se caractérisent par une abondance de matériel clastique avec des fragments de craie d'âge Crétacé et Tertiaire qui affleure régionalement dans le bassin de la Mer du Nord. Les foraminifères y sont rares et représentent un mélange de taxons arctiques et subarctiques avec des espèces préquaternaires. L2 et L4 appartiendraient respectivement aux périodes glaciaires qui ont affecté la région durant le Weichsélien et le Saalien (Sejrup *et al.*, 1991). Les unités glacio-marines L3 et L5 se caractérisent par un assemblage de foraminifères benthiques dominé par des espèces boréales et par un assemblage de foraminifères planctoniques où les espèces subpolaires prédominent. Ces

unités correspondraient aux périodes interglaciaires de l'Eemien et de l'Holsteinien (Sejrup *et al.*, 1989; Sejrup *et al.*, 1991).

Six échantillons, appartenant à quatre unités lithologiques, ont été datés par luminescence optique (IRSL). L'échantillon Tr14 appartient à la base de l'unité L1 et a été daté à environ 16 ka (âge calendrier; # lab. TUA-756) par la méthode  $^{14}\text{C}$  sur des tests de foraminifères benthiques (Haflidason *et al.*, 1995). Trois échantillons appartenant à l'unité diamictique L2 (Tr19, Tr36 et Tr63), un à l'unité L3 (Tr101) et un autre à l'unité L5 (Tr140) ont aussi été analysés (figure 2.2).

### 2.3 Principes de datation par luminescence

Les méthodes de datation par luminescence ont l'avantage de dater directement des événements géologiques à partir des grains qui composent le sédiment. Le quartz et le feldspath sont des chronomètres naturels utilisés pour dater ces événements. Ces minéraux sont ubiquistes, peuvent être isolés facilement de la matrice et présentent généralement un fort signal luminescent. La luminescence est un phénomène physique qui s'explique par la structure imparfaite des minéraux. Cette imperfection est due à des dislocations de la structure cristalline, à des impuretés ou encore à des vacances (sites où un des ions de la maille cristalline est manquant). Dans les environnements sédimentaires naturels, les minéraux subissent des irradiations ( $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ ) issues de la désintégration de radio-isotopes des chaînes de l'uranium ( $^{238}\text{U}$ ;  $^{235}\text{U}$ ), du thorium ( $^{232}\text{Th}$ ) et du potassium ( $^{40}\text{K}$ ). Le rayonnement cosmique et le rubidium ( $^{87}\text{Rb}$ ) contribuent à la dose de radiation globale mais en faible proportion. Ces irradiations induisent l'ionisation d'atomes du minéral et la libération d'électrons. Une certaine proportion de ces électrons libres peuvent se loger dans des défauts cristallins (pièges à électron) et ne reviennent pas à leur

état initial. Ainsi le nombre d'électrons piégés est proportionnel à la dose de radiation reçue. Les électrons se trouvent dans un état métastable et peuvent être libérés suite à un apport d'énergie externe (excitation thermique : TL ou optique : OSL) puis se recombiner à des sites déficients en charge négative. Cette recombinaison peut être radiative, et ces sites sont dits centres luminescents. Si le flux de la radiation naturelle est resté constant dans le temps, la quantité de lumière mesurée est proportionnelle à la dose de radiation reçue par les minéraux et donc au temps écoulé depuis leur dernière remise à zéro (soit dans le cas des sédiments, depuis leur enfouissement). Les mécanismes qui régissent le transfert d'électrons à l'intérieur du réseau cristallin peuvent être modélisés par la théorie des bandes décrite dans plusieurs publications (*e.g.* Aitken, 1985; Lamothe, 1996 et Aitken, 1998). L'âge IRSL est donné par le rapport de la dose équivalente à la dose accumulée par le minéral depuis son enfouissement ( $D_e$ ) sur la dose de radiation émanant du milieu environnant ( $D_a$ ). Soit, l'Âge = Dose équivalente ( $D_e$ ) / Dose annuelle ( $D_a$ ), où l'âge est exprimé en ka, la  $D_e$  en Gy ( $1\text{Gy} = 1\text{ J/kg}$ ) et la  $D_a$  en Gy/ka.

## 2.4 Méthodologie

### 2.4.1 Préparation d'échantillons

Deux fractions granulométriques de six échantillons, Tr14, Tr101 et Tr140 appartenant respectivement aux unités glacio-marines L1, L3 et L5 et, Tr19, Tr36 et Tr63 appartenant à l'unité diamictique L2, ont été analysés. Le sédiment subit deux attaques chimiques. La première attaque à l'HCl (20%) pendant quelques heures pour éliminer les carbonates et une deuxième attaque à H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (10%) pendant une nuit afin d'éliminer la matière organique. Les réactions sont vives dans le cas des échantillons Tr14, Tr101 et

Tr140 car le sédiment contient beaucoup de carbonates biogéniques (foraminifères) et de réseaux organiques. Par contre, les réactions aux acides dans le cas des échantillons Tr19, Tr36 et Tr63 sont faibles puisque le sédiment est composé essentiellement de matériel clastique. Le sédiment est ensuite rincé à l'eau distillée puis tamisé sur une colonne de tamis de différentes mailles granulométriques.

#### **2.4.2 Fraction fine polyminéralique**

La fraction silteuse polyminéralique (4-11  $\mu\text{m}$ ) est obtenue par décantation selon la loi de Stoke. Cette fraction est séchée puis une aliquote d'environ 0.3 g est diluée dans 200 ml de méthanol. Des aliquotes de la solution ainsi préparée sont transposées dans une éprouvette à fond plat dans lequel repose un disque d'aluminium d'un centimètre de diamètre. Après l'évaporation du méthanol, une centaine de disques sont retenus pour les mesures IRSL.

#### **2.4.3 Grains individuels extraits de la fraction grossière**

Le minéral utilisé dans l'analyse des grains individuels est le feldspath potassique (125-250  $\mu\text{m}$ ). Suivant la méthode de Mejdahl (1985), les grains de feldspath (densité < 2.58  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) sont séparés des autres minéraux à l'aide d'une solution de polytungstate de sodium ( $3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). Normalement, les grains de feldspath doivent subir ensuite une attaque dans une solution diluée d'acide fluorhydrique (10%, 40 min) afin d'éliminer la surface externe (10  $\mu\text{m}$ ) du grain et donc d'éliminer la contribution de la dose alpha. Dans le cas de cette étude, aucun échantillon n'a subi ce traitement compte tenu de la petite quantité de matériel disponible au départ et celle qui reste après les

attaques chimiques. Les grains de feldspath (48) sont choisis en utilisant une loupe binoculaire, et sont déposés sur des disques en aluminium préalablement enduits d'une couche d'adhésif pour maintenir les grains en place. Toutes les manipulations en laboratoire sont effectuées sous des conditions de luminosité contrôlées (Lamothe, 1995) afin d'éviter une altération du signal. La méthode appliquée pour les monograins de feldspaths potassiques est celle adoptée par Lamothe *et al.*, (1994), Lamothe et Auclair (1997) et peut être brièvement décrite comme suit:

(1) Sélection de 48 grains dont l'intensité du signal luminescent est supérieure à 400 comptes. (2) Préchauffe des grains à 250°C pendant une minute. (3) Brève stimulation (short shine, 1s) pour déterminer le signal naturel  $L_N$ . (4) Dose gamma. (5) Préchauffe 1 minute à 250°C. (6) Brève stimulation (1s) pour déterminer le signal induit par la dose ajoutée ( $L_{N+\gamma}(t1)$ ). Cette mesure est dite *prompte* car le délai entre l'irradiation et la mesure est de l'ordre de 3 heures. (7) Remesure du signal après un délai de 7 jours ( $L_{N+\gamma}(t2)$ ). (8) Lessivage du signal IRSL par une exposition des grains à une lampe solaire pendant une nuit. (9) Dose gamma (régénération). (10) Préchauffe 1 minute à 250°C. (11) Brève stimulation (1s) pour déterminer le signal régénéré *prompt* ( $L_R(t1)$ ). (12) Remesure du signal régénéré après un délai de 7 jours ( $L_R(t2)$ ). Les doses gamma artificielles sont effectuées à l'aide d'une source gamma ( $^{60}\text{Co}$ , 0.9 Gy/min au 25/06/1999) à température ambiante.

#### 2.4.4 Mesures

Les mesures IRSL sont effectuées par un système automatisé Daybreak 1100 TL. La stimulation (100 s) est générée par 30 diodes infrarouges (Ga Al As, Optek OP296B) dont le pic de transmission est de 880 nm. Le signal IRSL est détecté par un tube

photomultiplicateur EMI 9635QA à la base duquel une combinaison de filtres optiques (*Corning 7-59/Schott BG39*) est placée. La lecture du signal luminescent se fait dans la bande spectrale de 400 à 450 nm. Compte tenu de l'hétérogénéité des aliquotes du même échantillon, le signal IRSL est normalisé par une courte stimulation (*short shine: 1s*). Cette normalisation n'érode pas de façon significative ( $\leq 1\%$ ) le signal naturel et elle est effectuée avant toute autre manipulation. Pour les grains fins polyminéraliques (4 - 11  $\mu\text{m}$ ), une préchauffe de 6 heures à 160 °C (Li, 1991) est effectuée afin d'éliminer le signal issu de pièges instables. Pour chaque échantillon, un test de préchauffe (*preheat plateau test*) est effectué: le rapport  $L_{N+\gamma}/L_N$  est reporté en fonction de la durée de préchauffe (de 0 à 14 heures). Après 6 h, ce rapport demeure constant. L'effet de la luminescence induite par la préchauffe (transfert thermique, Ollerhead *et al.*, 1994) sur l'estimation de la dose équivalente est négligeable. Les méthodes utilisées pour déterminer la dose équivalente sont les méthodes des doses additives et l'*Australian Slide Method* (Prescott *et al.*, 1993). Cette dernière combine les méthodes des doses additives et de la régénération. Ces deux approches consistent à comparer le signal naturel acquis durant la période d'enfouissement du sédiment avec le signal produit, en laboratoire, par l'ajout de doses artificielles de radiation gamma. Avec la méthode des doses additives, la dose équivalente est obtenue en extrapolant la courbe de croissance obtenue par 4 aliquotes naturelles et 20 autres aliquotes irradiées avec des doses gamma croissantes (soit 4 pour chaque dose). Avec la méthode *Australian Slide*, un autre groupe d'aliquotes est exposé à la lumière (lampe solaire) puis le signal luminescent est régénéré en appliquant des doses d'irradiations croissantes. Le déplacement de la courbe de croissance additive le long de l'axe des abscisse (axe des doses) jusqu'à ce qu'elle coïncide avec la courbe de régénération donne une lecture directe de la dose équivalente.

### 2.4.5 Détermination de la dose annuelle

La dose annuelle constitue la dose de radiation que reçoit le sédiment dans son environnement naturel, par unité de temps. Cette dose de radiation est due aux rayonnements, *in situ*,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  issues de radio-isotopes des chaînes radioactives de l'uranium, du thorium et du potassium. Le rayonnement cosmique est considéré négligeable car les sédiments proviennent d'une carotte profonde. Les concentrations en U, Th et K sont mesurées par activation neutronique afin d'évaluer la contribution des doses bêta et gamma à la dose totale. La contribution alpha est mesurée par comptage alpha (*thick-source alpha-counting*). La valeur de la teneur en eau est celle mesurée *in situ* après le forage. Cependant, le sédiment a subi de la compaction et la valeur de la teneur en eau ne traduit certainement pas la valeur réelle au moment du dépôt du sédiment. Les facteurs de conversion des concentrations en doses sont ceux de Adamiec et Aitken (1998). Les concentrations des radioéléments ainsi que la contribution alpha, bêta et gamma sont présentées dans le tableau 2.1.

Échantillon (4 - 11 $\mu\text{m}$ )	U (ppm) $\pm 10\%$	Th (ppm) $\pm 6\%$	K (%) $\pm 3.2\%$	Teneur en eau (%)	Dose alpha (Gy / ka)	Dose bêta (Gy / ka)	Dose gamma (Gy / ka)	Dose annuelle (Da) (Gy / ka)
Tr14	2.9	8.3	2.74	52	$0.79 \pm 0.12$	$1.78 \pm 0.14$	$0.94 \pm 0.11$	$3.51 \pm 0.22$
Tr19	2.4	8.2	2.31	24	$0.84 \pm 0.11$	$1.88 \pm 0.11$	$1.00 \pm 0.10$	$3.71 \pm 0.19$
Tr36	2.3	7.6	2.29	21	$0.84 \pm 0.11$	$1.91 \pm 0.11$	$1.00 \pm 0.10$	$3.75 \pm 0.18$
Tr63	2.0	6.1	2.01	16	$0.90 \pm 0.12$	$1.83 \pm 0.09$	$0.94 \pm 0.10$	$3.68 \pm 0.18$
Tr101	2.2	7.3	2.19	11	$1.07 \pm 0.13$	$2.12 \pm 0.10$	$1.11 \pm 0.11$	$4.29 \pm 0.20$
Tr140	3.6	13.8	3.13	28	$1.02 \pm 0.14$	$2.41 \pm 0.15$	$1.35 \pm 0.14$	$4.78 \pm 0.25$

**Tableau 2.1: Données dosimétriques des échantillons analysés. La teneur en eau est évaluée *in situ*. La dose alpha est calculée en estimant une valeur d'efficacité du rayonnement alpha de  $0.1 \pm 0.01$ . La dose cosmique est considérée négligeable. La dose annuelle est calculée en utilisant les facteurs de conversion de Adamiec et Aitken (1998).**

## 2.5 Résultats et discussion

### 2.5.1 Âges IRSL apparents de la fraction fine polyminérale

Les doses équivalentes ( $D_e$ ), les doses annuelles et les âges IRSL sont reportés dans le tableau 2.2. À l'exception des échantillons Tr101 et Tr140, les âges IRSL sont en accord avec les dates  $^{14}\text{C}$  et les âges présumés à partir de la chronostratigraphie régionale. Les  $D_e$  ont été estimées par la méthode *Slide* qui combine les méthodes des doses additives et de régénération (figure 2.4). Huntley et Clague (1996) ont démontré que le transfert thermique peut causer une surévaluation de la  $D_e$  et donc une sur-estimation des âges IRSL. Dans la présente étude, la valeur de la  $D_e$  estimée avec et sans la correction relative au transfert thermique est pratiquement la même (figure 2.5 a). Les résultats montrent en général une bonne reproductibilité à l'exception du sédiment diamictique (Tr19) de l'unité L2 où les signaux naturels et irradiés montrent une large dispersion avec les doses additives et les doses régénérées. L'évolution en parallèle des courbes de croissance additive et régénérée ainsi que la concordance des doses équivalentes estimées par les méthodes des doses additives et de la *slide* pourraient indiquer qu'il n'y a pas de changements de sensibilité dus au lessivage des aliquotes pour obtenir la courbe de régénération. La figure 2.5 b. montre cependant que les doses équivalentes obtenues par la *slide* sur les échantillons les plus anciens (Tr101 et Tr140) sont nettement sous-estimées par rapport à celles déterminées par la méthode des doses additives. Cette sous-estimation serait due à la courbe de régénération dont les aliquotes sont susceptibles au *fading*.

Échantillons (4-11µm)	Dose annuelle (Gy / ka)	Dose équivalente <sup>a,b</sup> (Gy)	Dose équivalente corrigée <sup>c</sup> (Gy)	Âge mesuré (ka)	Âge corrigé (ka)
Tr14	3.51 ± 0.22	53.8 ± 1.4 (58.8 ± 2.4) <sup>#</sup>	57.9 ± 2.1	15.3 ± 1.0	16.5 ± 1.2
Tr19	3.71 ± 0.19	135.0 ± 6.4 (146.0 ± 6.6) <sup>*</sup>	--	36.4 ± 2.5	--
Tr36	3.75 ± 0.18	154.0 ± 3.0 (169.0 ± 3.1) <sup>§</sup>	--	41.1 ± 2.2	--
Tr63	3.68 ± 0.18	318.0 ± 7.2 (354.0 ± 7.5) <sup>§</sup>	--	86.5 ± 4.6	--
Tr101	4.29 ± 0.20	331.0 ± 12.0 (397 ± 14) <sup>¶</sup>	720 ± 42	77.1 ± 4.5	168 ± 12
Tr140	4.78 ± 0.25	396.0 ± 7.2 --	852 ± 13	82.8 ± 4.6	178.2 ± 9.8

<sup>a</sup> : Mesure prompte de la De par la méthode *Australian Slide*

<sup>b</sup> : Mesure délai: <sup>#</sup> 183 jours; <sup>\*</sup> 56 jours; <sup>§</sup> 65 jours; <sup>¶</sup> 156 jours

<sup>c</sup> : Doses équivalentes corrigées avec la méthode de la *Fadia*

Tableau 2.2: Tableau des résultats d'âge IRSL

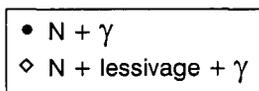
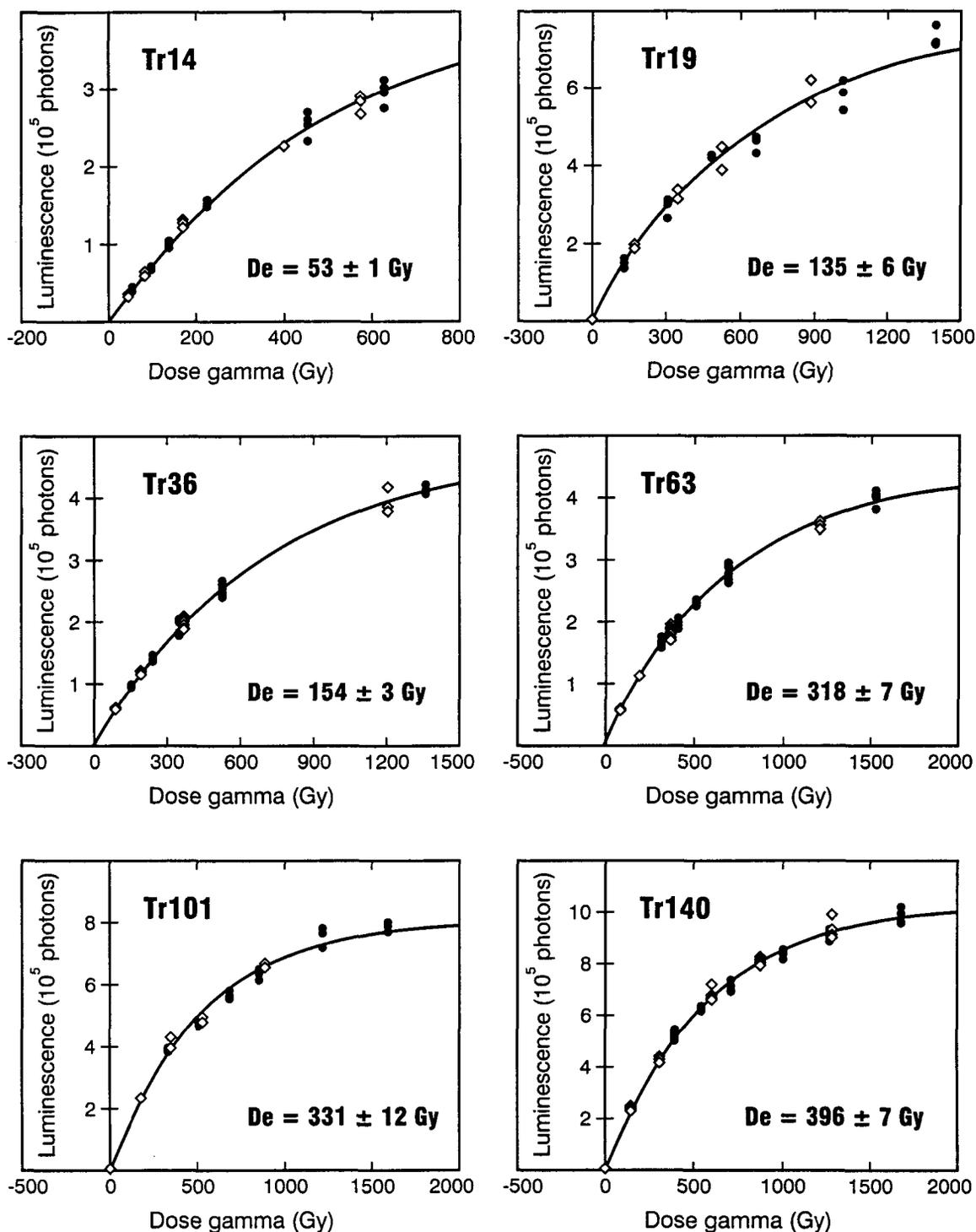


Figure 2.4: Courbes de croissance combinant les méthodes des doses additives et de régénération (*Australian slide method*). Les cercles correspondent aux aliquotes naturelles et irradiées, les losanges aux aliquotes lessivées puis irradiées. Le délai entre l'irradiation et la mesure du signal IRSL est d'environ 24 heures.

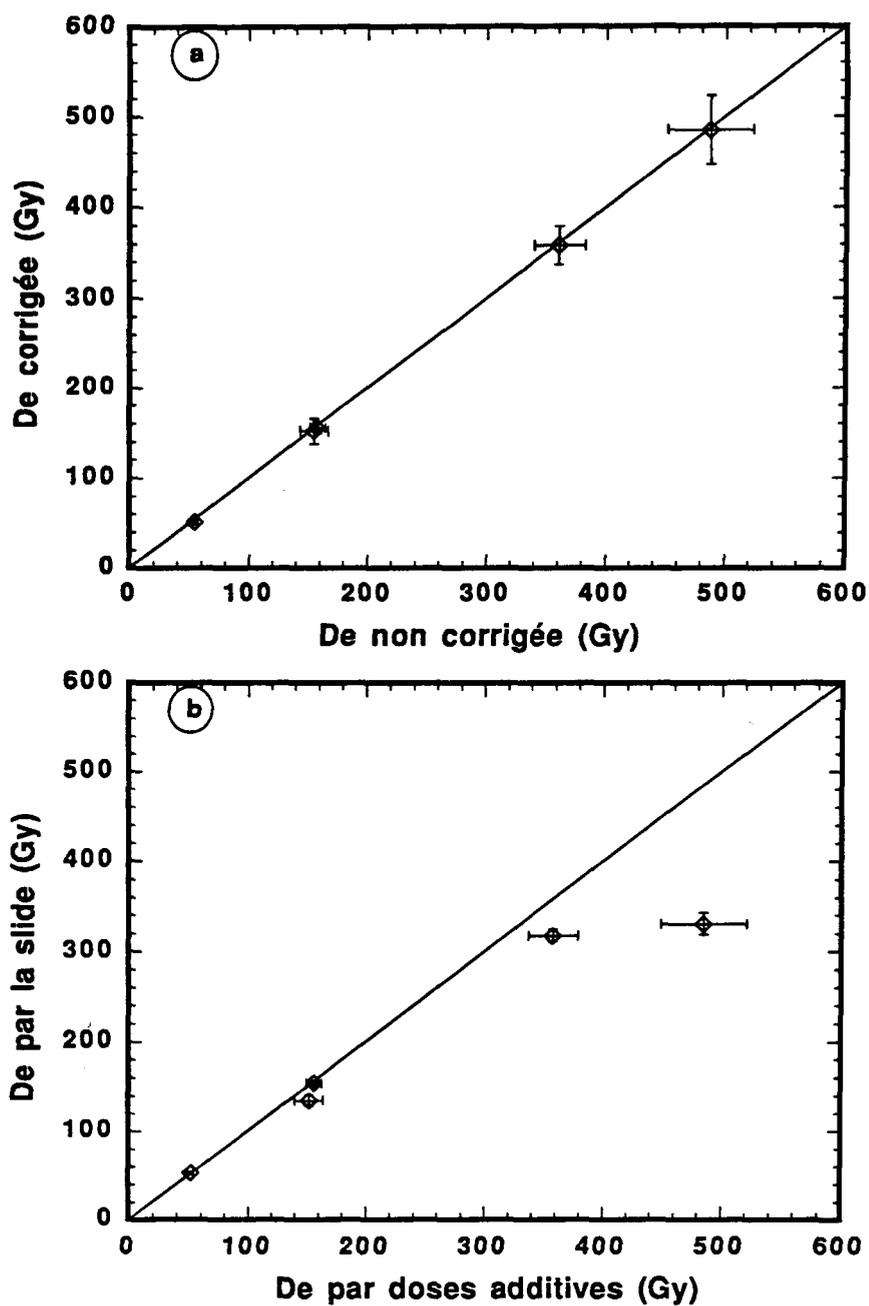


Figure 2.5: (a) Comparaison des doses équivalentes corrigées et non corrigées par rapport au transfert thermique, (b) comparaison des doses équivalentes obtenues par la méthode des doses additives et celles obtenues par la méthode de la *slide*.

Un âge IRSL apparent de  $15.3 \pm 1$  ka est estimé pour le sédiment glacio-marin (Tr14). Cet âge est en accord avec l'âge  $^{14}\text{C}$  (15.96 ka: âge calendrier) obtenu par AMS sur des tests de foraminifères benthiques (Haflidason *et al.*, 1995). Attribués à la dernière période glaciaire (Sejrup *et al.*, 1989), les sédiments de l'unité diamictique L2 (Tr19, Tr36 et Tr63) donnent respectivement des âges IRSL apparents de  $36.4 \pm 2.5$ ,  $41.1 \pm 2.2$  et  $86.5 \pm 4.6$  ka. L'écart entre les âges IRSL de la base de l'unité L1 (Tr14) et le sommet de l'unité L2 (Tr19) corrobore celui des âges  $^{14}\text{C}$  effectués sur un forage voisin (Troll 3.1) par Lehman *et al.* (1991). En analysant des tests de foraminifères benthiques remaniés, ces auteurs ont daté le sommet de l'unité L2 à 49 ka (âge  $^{14}\text{C}$ ). La transition L1-L2 est aussi marquée par un écart important dans le rapport D-alloisoleucine/L-isoleucine d'acides aminés enregistré dans les sédiments des carottes 5.1/5.2 forées dans le Chenal Norvégien (Sejrup *et al.*, 1989) et dans d'autres carottes forées dans le secteur nord-est de la Mer du Nord (Sejrup *et al.*, 1987). Cet écart a été interprété comme une réponse aux changements des processus de sédimentation reflétés aussi bien par les assemblages de foraminifères que par les caractéristiques sédimentologiques des deux unités (Andersen *et al.*, 1995). Les échantillons Tr101 et Tr140 appartiennent aux unités glacio-marines L3 et L5. Ces unités ont été corrélées aux périodes interglaciaires de l'Eemien et l'Holsteinien (Sejrup *et al.*, 1989; Sejrup *et al.*, 1991). Leurs âges IRSL apparents sont de  $77.1 \pm 4.5$  et  $82.8 \pm 4.6$  ka. Ces âges sont sous-estimés par rapport aux âges présumés et le facteur pouvant expliquer ces sous-estimations, l'*anomalous fading* sera abordé plus loin.

### 2.5.2 Remise à zéro du signal luminescent

La conformité de l'âge IRSL avec l'âge  $^{14}\text{C}$  pour l'échantillon Tr14 et celle des âges IRSL avec les âges présumés pour les échantillons Tr36 et Tr63 ainsi que la bonne reproductibilité des analyses pourraient indiquer que les sédiments ont été bien remis à zéro au moment du dépôt. Contrairement aux grains grossiers pour lesquels des méthodes ont été développées pour vérifier le degré et l'efficacité de la remise à zéro (Li, 1994; Duller *et al.*, 1995), pour les grains fins, le test du *Shine plateau* est un moyen qui permet de vérifier le degré de la remise à zéro. Introduit par Huntley *et al.* (1985), le test du *shine plateau* consiste à reporter sur un graphique la  $D_e$  en fonction du temps de stimulation. Ces auteurs ont suggéré que l'augmentation de la valeur de la  $D_e$  en fonction du temps de stimulation pourrait indiquer une mauvaise remise à zéro du sédiment. Les graphiques de la figure 2.6 montrent un plateau pour tous les échantillons analysés. L'obtention du plateau indiquerait que les sédiments sont bien remis à zéro. Cependant, cette remise à zéro ne peut être effective dans le cas des sédiments diamictiques de l'unité L2. Tr19 par exemple, montre une large dispersion dans le signal luminescent aussi bien pour les aliquotes naturelles que celles irradiées. Une telle dispersion reflèterait plutôt une mauvaise remise à zéro du sédiment. Le test du *shine plateau* constitue donc un critère nécessaire mais non suffisant pour documenter l'efficacité de la remise à zéro du sédiment.

L'analyse des grains individuels (Lamothe *et al.*, 1994) constitue une autre approche pour documenter l'efficacité de la remise à zéro du sédiment. Lamothe *et al.* (1994) ont pu caractériser et dater pour la première fois des sédiments à partir de l'analyse de monograins de feldspath potassique. Le rapport  $R_I$  ( $L_{N+\gamma}/L_N$ ) de l'intensité du signal émis par le grain suite à une dose d'irradiation artificielle sur celle du signal naturel est

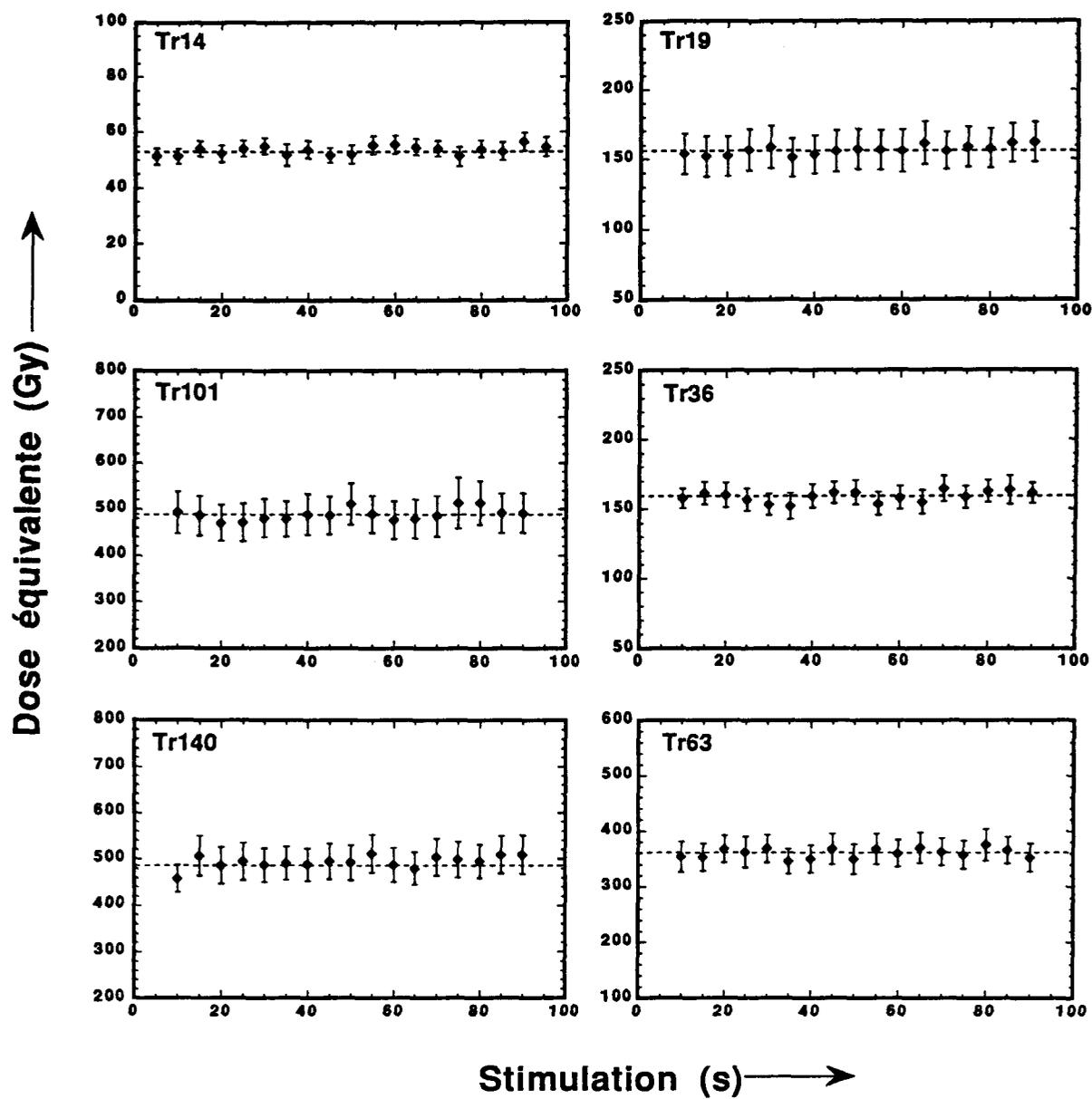


Figure 2.6: Doses équivalentes représentées en fonction du temps de stimulation. Chaque point correspond à une moyenne sur cinq canaux (*i.e.* 5 secondes).

utilisé comme indicateur du degré de la remise à zéro (Lamothe, 1996; Lamothe et Auclair, 1997). La distribution de la valeur de  $R_f$  mesuré à partir des monograins de feldspath potassique des six échantillons analysés est présentée dans la figure 2.7. Les histogrammes de fréquence montrent une distribution différente entre les échantillons glacio-marins (Tr14, Tr101 et Tr140) des unités L1, L3 et L5 et les échantillons diamictiques (Tr19, Tr36 et Tr63) de l'unité L2. Pour ces derniers, le rapport  $R_f$  montre une distribution unimodale qui indiquerait une même évolution sédimentaire des grains. Les valeurs de  $R_f$  sont regroupées autour de 2. Les grains sont très peu sensibles à l'ajout d'une dose d'irradiation artificielle (174 Gy pour Tr19; 147 Gy pour Tr63 et 154 Gy pour Tr36) et seraient par conséquent des grains non remis à zéro. Dans le cas des échantillons glacio-marins, les valeurs de  $R_f$  montrent une distribution bimodale qui reflète l'hétérogénéité des grains luminescents. Le premier mode, proche de 1, caractérise une population de grains mal remis à zéro. Le deuxième mode ( $R_{f(Tr14;Tr140)} \sim 5$  et  $R_{f(Tr101)} \sim 3$ ) caractérise une population de grains sensibles à l'ajout d'une dose d'irradiation artificielle (170.5 Gy pour Tr14; 2129 Gy pour Tr 140; 524 Gy pour Tr101) et donc des grains probablement bien remis à zéro. Si l'échantillon Tr14 est composé d'une population hétérogène de grains, comment peut on expliquer l'accord entre l'âge IRSL et l'âge  $^{14}C$ ? Deux éléments de réponse peuvent être évoqués: (1) Mode de transport. L'âge IRSL est estimé à partir des mesures effectuées sur la fraction fine polyminérale. Le temps de séjour de cette fraction dans la colonne d'eau est long par rapport aux grains grossiers. Les grains fins de la taille des silts et des argiles demeurent en suspension plus longtemps et sont par conséquent plus propices à une bonne remise à zéro. (2) Le sédiment est composé d'un mélange de grains bien remis à zéro et d'autres qui ne le sont pas et ces grains sont affectés par le *fading*. La mauvaise remise à zéro induit une surestimation de la dose équivalente alors que le *fading* conduit à sa sous-

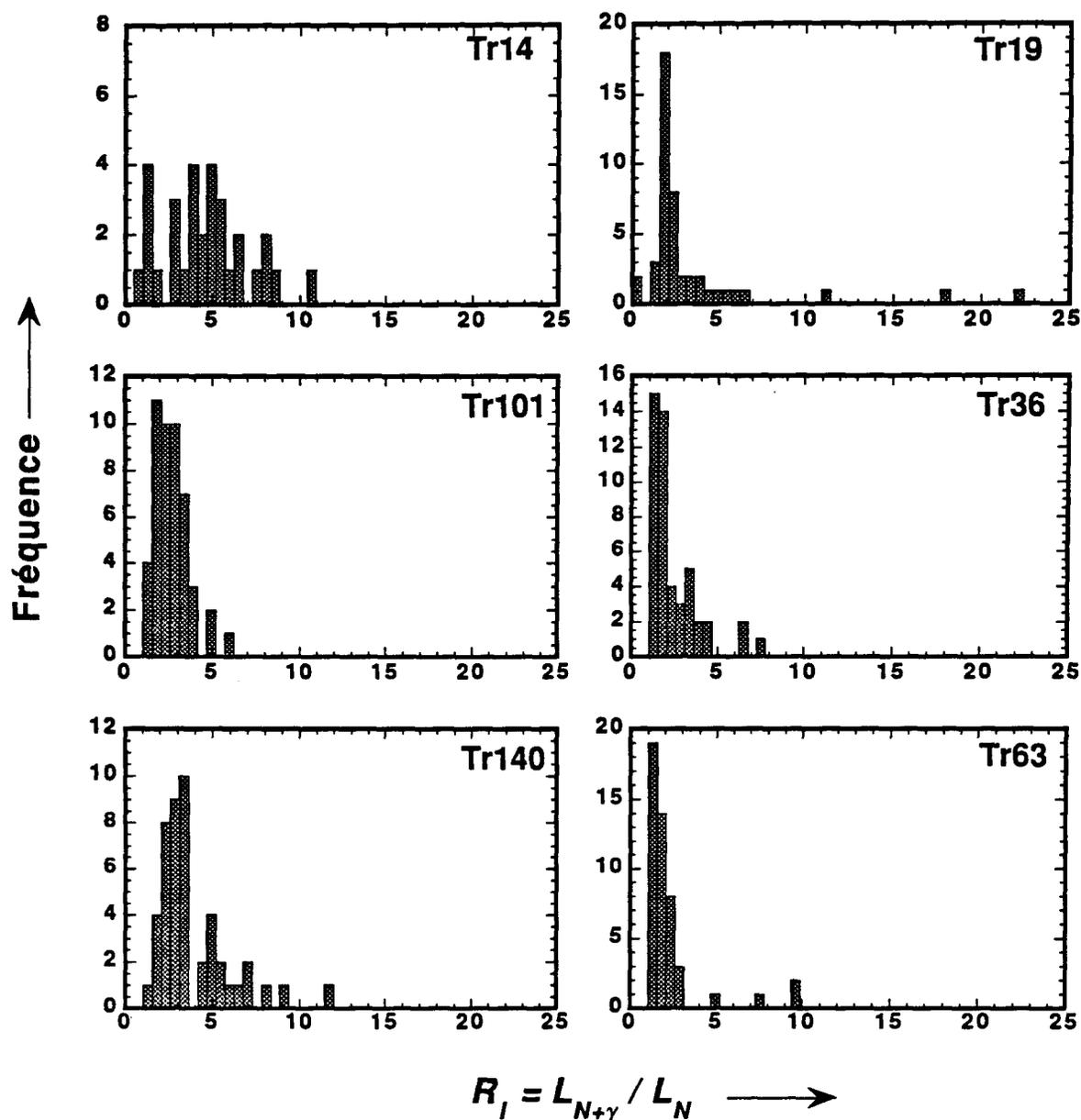


Figure 2.7: Distribution des valeurs du rapport  $R_I$  ( $L_{N+\gamma}/L_N$ ) pour chacun des échantillons. Les mesures sont effectuées sur des grains individuels de feldspath potassique d'une taille granulométrique comprise entre 125 et 300  $\mu\text{m}$ . La dose induite est de 170.5, 524 et 2129 Gy pour les échantillons glaciomarins Tr14, Tr101 et Tr140 respectivement (graphiques à droite de la figure). Pour les échantillons diamictiques de l'unité L2 (Tr19, Tr36 et Tr63), la dose induite est de 174, 147 et 154 Gy respectivement.

estimation. Il semblerait que l'âge IRSL apparent pour cet échantillon en particulier serait le résultat de l'effet combiné et antagoniste de la mauvaise remise à zéro et du phénomène de *fading*.

### 2.5.3 Anomalous fading

Le phénomène de *fading* se traduit par une perte du signal luminescent avec le temps. Après quelques semaines d'entreposage à température ambiante, la remesure des aliquotes ayant servi à construire les courbes de croissance additive et régénérée montre une baisse du signal luminescent, attribuée au *fading*. Pour les grains individuels de feldspath potassique, la méthode *fadia* (Lamothe et Auclair, 1999) a été appliquée aux échantillons Tr14, Tr101 et Tr140 des unités glacio-marines L1, L3 et L5.

La figure 2.8 montre que la réponse des monograins de l'échantillon Tr14 à la dose d'irradiation ajoutée (170.5 Gy) est très différente et que le taux de *fading* varie d'un grain à un autre. Le rapport  $R_I(t_1)$  du signal obtenu tout de suite après l'irradiation et la préchauffe et celui mesuré après un délai de 7 jours  $R_I(t_2)$  montre qu'il y a du *fading*. L'extrapolation de la droite  $R_I(t_1)$  vs  $R_I(t_2)$  sur la droite de pente 1 définit un point qui correspond au signal de luminescence stable. Autrement dit, à ce point d'intersection  $R_I^0$  les rapports  $R_I(t_1)$  et  $R_I(t_2)$  sont égaux et le *fading* est égal à zéro. Une valeur de 3.3 a été estimée pour l'intercept  $R_I^0$ . Les grains dont le rapport  $R_I$  est inférieur à 3 ne sont pas considérés dans la régression. Ces grains se caractérisent par des valeurs de  $R_I$  dont le mode est égal à 1 et sont facilement détectables lorsqu'on applique une dose de régénération. Après lessivage (*bleach*), une dose de 89 Gy (environ 2 fois la  $D_e$ ) est appliquée à tous les grains. Le rapport *Nat/Reg*, du signal naturel sur le signal induit par la dose de régénération montre des valeurs très élevées pour les grains non

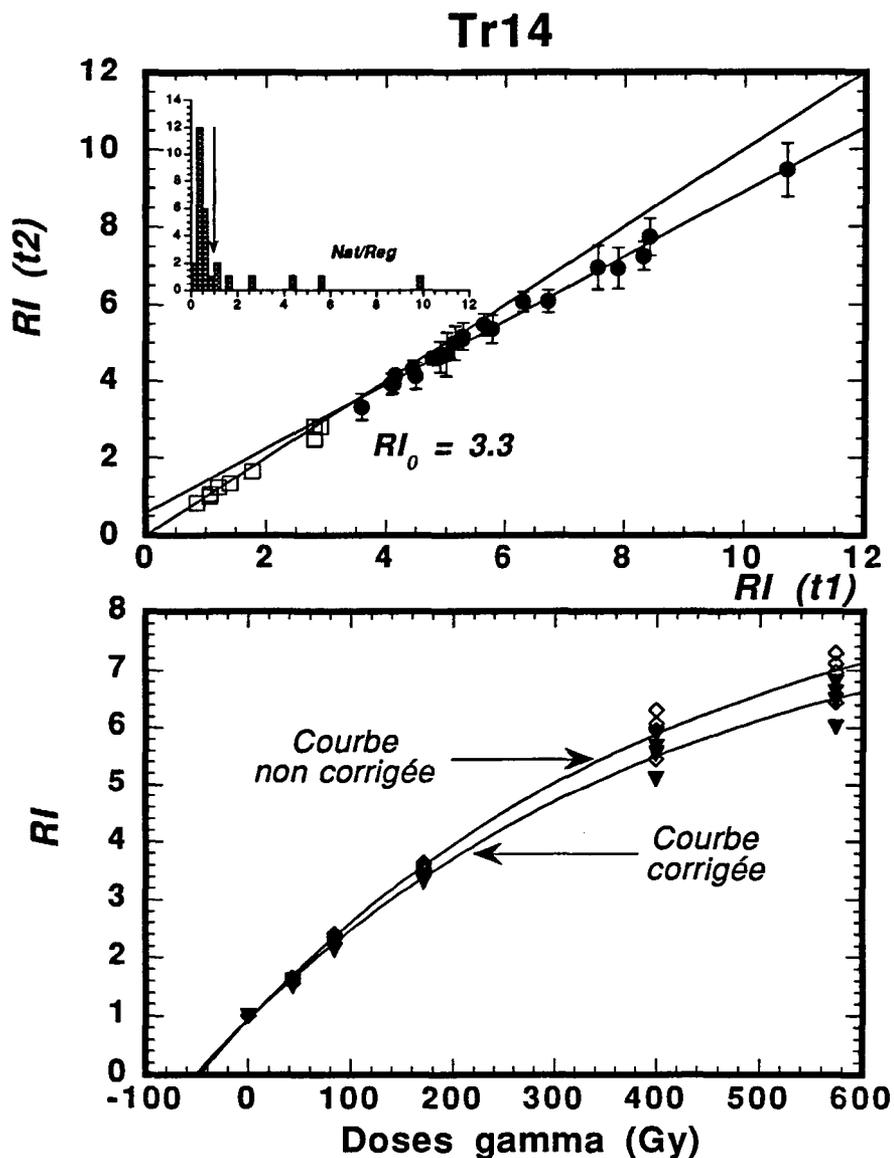


Figure 2.8: Correction de la dose équivalente en appliquant la méthode *fading* sur l'échantillon Tr14 (nombre de grains est égal à 32). (a)  $RI(t_1 \sim 3\ h)$  en fonction de  $RI(t_2 \sim 7\ j)$ . La dose induite est de 170.5 Gy. Les carrés correspondent aux grains dont le rapport du signal naturel sur le signal régénéré est supérieur à 1 (graphe inséré,  $Nat/Reg$ ). Ces grains ne seraient pas bien remis à zéro et ne sont pas inclus dans la régression. (b) Courbes de croissance obtenues par la méthode des doses additives sur des parties aliquotes de grains fins polyminéraux (4-11  $\mu m$ ). La courbe de croissance corrigée est obtenue en recalculant à la baisse (7 %) les valeurs de  $RI$  pour chaque dose d'irradiation. L'extrapolation de la nouvelle courbe sur l'axe des doses donne une dose équivalente corrigée par rapport au *fading*.

remis à zéro soit ceux qui ne font pas partie de la régression. Comme le rapport  $R_I$  pour la même dose de radiation (170.5 Gy) est de 3.58 sur la courbe de croissance établie par la méthode des aliquotes multiples, cela veut dire qu'une faible partie du signal luminescent induit, d'environ 7%, est instable. Comme il n'y a pas de changement de sensibilité, la même correction a été apportée sur l'ensemble des données et a produit une nouvelle courbe de croissance corrigée par rapport au *fading*. Une nouvelle dose équivalente ( $57.9 \pm 2.1$  Gy) est alors estimée et un âge de  $16.5 \pm 1.2$  ka est calculé.

L'âge IRSL apparent estimé pour les échantillons Tr101 et Tr140 à partir de la méthode *slide* est de  $77.1 \pm 4.5$  et  $82.8 \pm 4.6$  ka respectivement. Ces âges sont clairement sous-estimés par rapport aux âges présumés à partir de la chronostratigraphie régionale. Les résultats des monograins montrent en effet, une importante perte du signal imputable au *fading* (figure 2.9). Pour Tr101, trois cycles de régénération (151, 487 et 1318 Gy) ont été appliqués aux monograins. Chaque cycle correspond à l'ajout d'une dose de radiation, une préchauffe suivie de la mesure du signal induit par la dose de régénération ( $RR_I(t_1)$  : mesure prompte). Ce signal est ensuite remesuré après un délai de 7 jours et correspond au rapport  $RR_I$  délai ( $RR_I(t_2)$ ). La *fadia* [ $RR_I(t_1)$  vs  $RR_I(t_2)$ ] génère respectivement des rapports  $RR_I^o$  de 0.2, 0.8 et 1.5 pour les doses de régénération de 151, 487 et 1318 Gy. En comparant ces rapports à ceux livrés par la méthode de régénération sur les aliquotes multiples, on peut déduire que le signal induit a baissé d'environ 35%. L'interpolation de la naturelle sur la courbe de croissance régénérée et corrigée pour Tr101 donne une De de  $720 \pm 42$  Gy et un âge IRSL de  $168 \pm 12$  ka.

L'analyse des grains individuels de l'échantillon Tr140 montre que le signal de luminescence est influencé par le *fading*. La *fadia* générée par les rapports  $RR_I$  prompt et délai conduit à un intercept ( $RR_I^o$ ) de 1.16. La dose de régénération appliquée est de

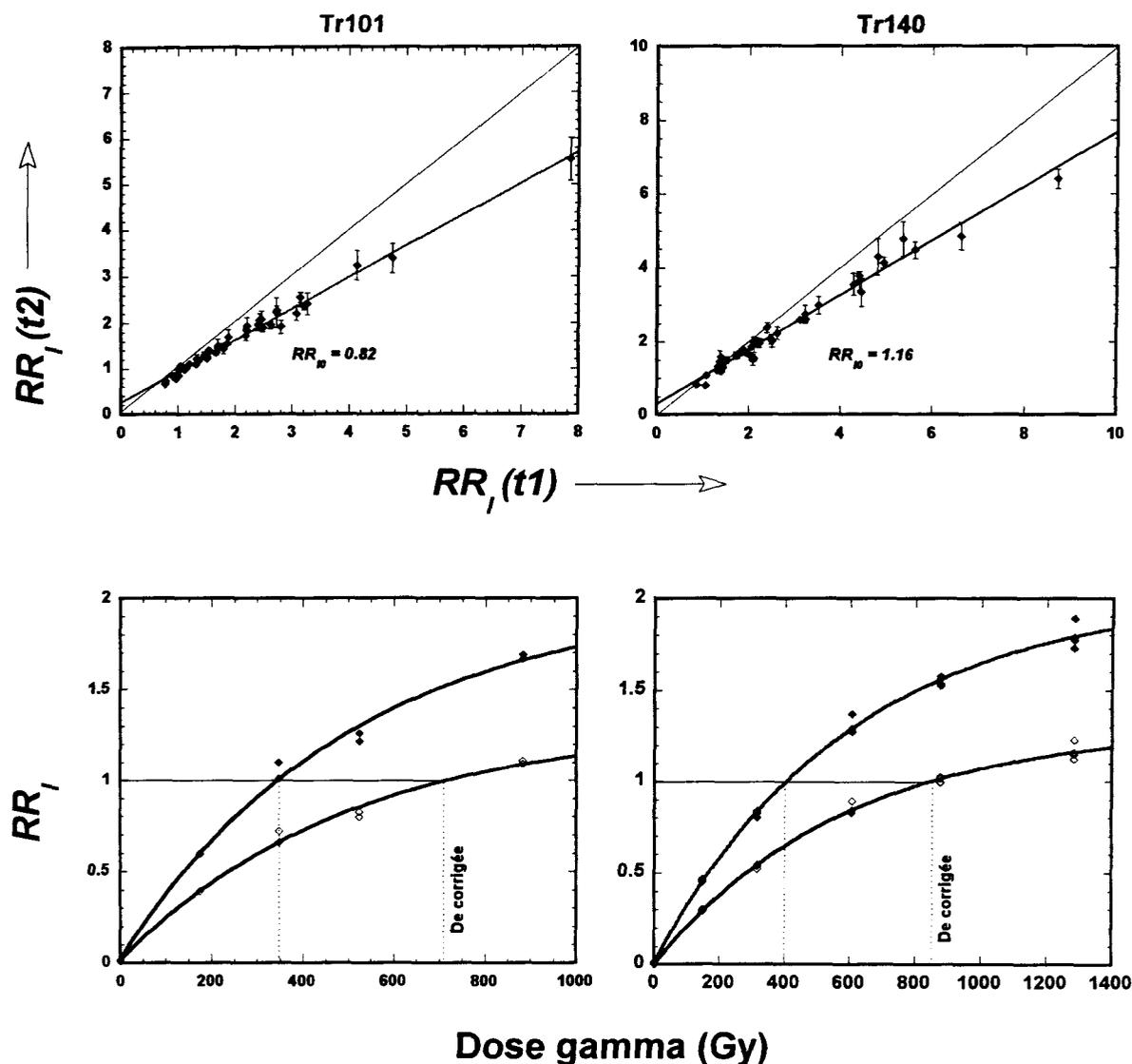


Figure 2.9: Application de la *fadia* à 48 grains des échantillons Tr101 et Tr140 lessivés puis irradiés à 487 et 1241 Gy respectivement. La mesure prompte est de 3 heures après l'irradiation. La mesure délai est de 7 jours. Les graphiques du bas correspondent aux courbes de régénération obtenues par la méthode des aliquotes multiples sur la fraction de 4 à 11  $\mu\text{m}$ . La dose équivalente corrigée par rapport au *fading* est obtenue par interpolation de la naturelle sur la courbe de régénération corrigée.

1241 Gy. Pour cette même dose, la méthode des aliquotes multiples (régénération) a donné un rapport de 1.78. Ceci suggère aussi une baisse d'environ 35% du signal induit. L'interpolation de la naturelle sur la courbe de croissance régénérée et corrigée donne une  $D_e$  de  $852 \pm 13$  Gy et un âge IRSL de  $178.2 \pm 9.8$  ka. L'échantillon Tr140 appartient à l'unité L5 qui a été attribuée sur la base de l'amino-stratigraphie au Pléistocène moyen entre 200 et 300 ka (Sejrup *et al.*, 1989). L'âge IRSL corrigé corrèlerait ce sédiment à une période interglaciaire du Pléistocène moyen, probablement au stade isotopique 7.

## 2.6 Conclusion

Les résultats de cette étude constituent une première application de la méthode de datation par luminescence optique (IRSL) à des sédiments marins quaternaires. Les âges IRSL obtenus en combinant les méthodes des doses additives et de la régénération (*slide*) sur la fraction fine polyminérale (4-11  $\mu\text{m}$ ) des échantillons des unités L1 et L2 sont généralement en accord avec les dates  $^{14}\text{C}$  et les âges présumés à partir de la chronostratigraphie régionale (figure 2.10). Dans le cas des sédiments des unités L3 et L5, les âges IRSL sont largement sous-estimés. La correction relative au transfert thermique montre que la préchauffe n'a pas d'incidence sur la valeur calculée de la dose équivalente. L'évolution quasi-parallèle des courbes de croissance additive et régénérée et la bonne concordance des doses équivalentes ainsi déterminées pourraient indiquer qu'il n'y a pas de changement de sensibilité. Les échantillons analysés montrent en général une bonne reproductibilité ce qui laisse supposer que le sédiment a été bien remis à zéro au moment du dépôt. Ce constat est corroboré par le diagramme dose équivalente vs temps de stimulation (*shine plateau*). Cependant, l'exemple du sédiment diamictique (Tr19) qui montre un bon shine plateau révèle que ce test est inapproprié pour documenter

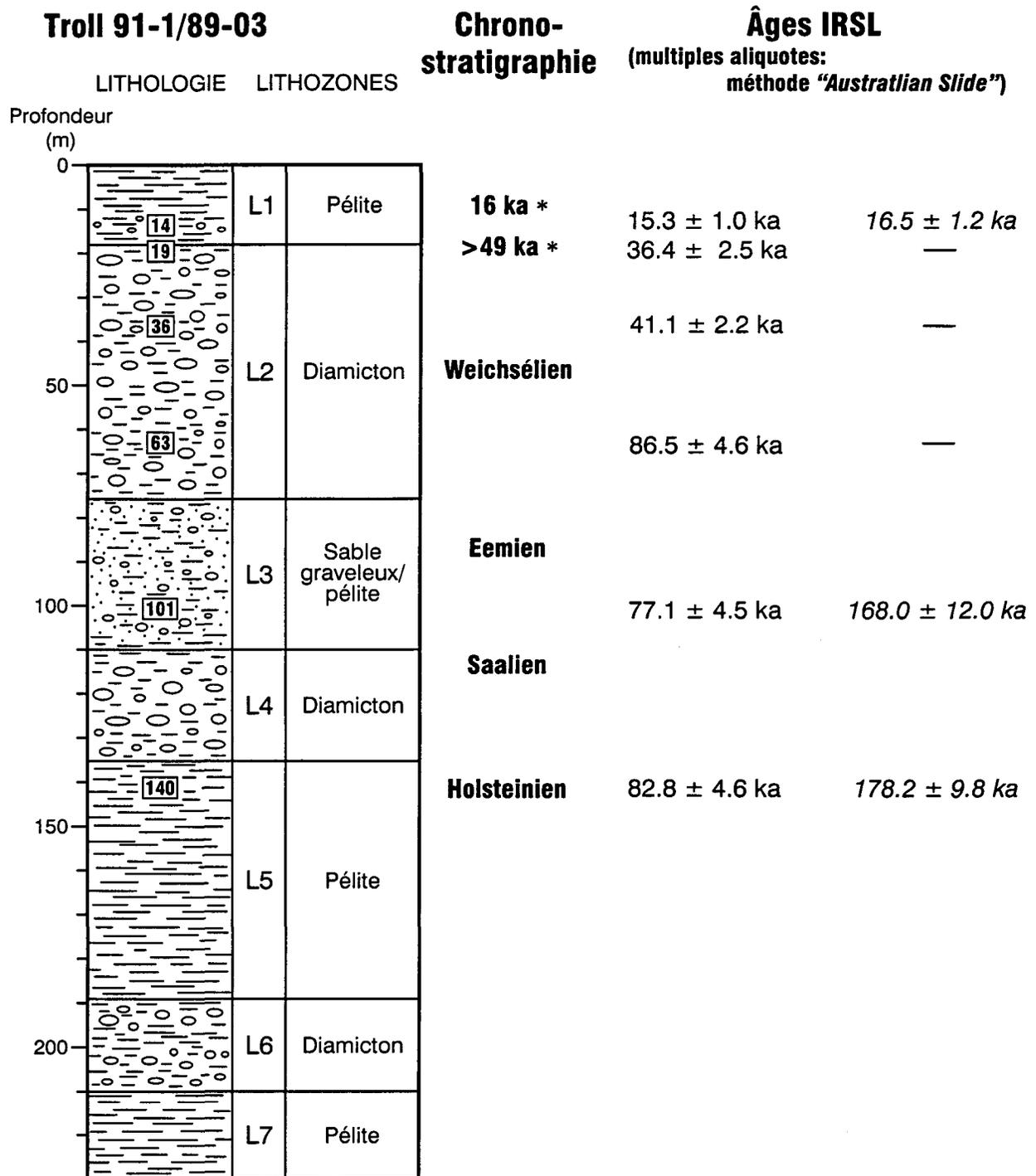


Figure 2.10: Âges IRSL absolus versus âges estimés à partir des datations au carbone 14 (\*: âge calendrier) et de la chronostratigraphie régionale. L'âge > 49 ka est obtenu par Lehman et *al.*, (1991) sur un forage, Troll 3.1, situé à proximité de la carotte Troll 91-1/ 8903. Les âges IRSL corrigés par rapport au *fading* (voir texte) sont écrits en italique.

l'efficacité de la remise à zéro. Les mesures IRSL effectuées sur des grains individuels de feldspath potassique montrent que la fraction grossière des échantillons analysés constitue, en fait, un mélange de populations de grains bien et mal remis à zéro. La distribution du rapport  $R_I$  a permis de rendre compte de l'efficacité de la remise à zéro du sédiment au moment du dépôt. La méthode *fadia* a montré que les échantillons analysés sont affectés par le *fading* à des degrés variables. La comparaison des rapports des intensités  $R_I$  et  $RR_I$  prompt et délai a permis d'extrapoler ces rapports aux points  $R_I^0$  et  $RR_I^0$  où le *fading* est égal à zéro. Les rapports  $R_I^0$  et  $RR_I^0$  ont été utilisés pour corriger respectivement les courbes de croissance additive et régénérée, et donc les doses équivalentes obtenues par la méthode des aliquotes multiples de la fraction polyminérale de 4 à 11  $\mu\text{m}$ . La méthode *fadia* a permis ainsi de corriger les âges IRSL sous-estimés. Ces âges corrigés concordent généralement bien avec les âges présumés. Cependant, des problèmes subsistent même après toutes les corrections appliquées, tel l'échantillon Tr101 qui livre un âge IRSL sous-estimé de  $77.1 \pm 4.5$  ka avant la correction et un âge légèrement surestimé de  $168 \pm 12$  ka après la correction.

L'environnement océanique ne constitue probablement pas le milieu idéal pour appliquer les méthodes de datation par luminescence à cause de l'exposition limitée des sédiments à la lumière solaire. Cette étude démontre cependant un certain potentiel de la méthode de luminescence optique comme outil de datation de sédiments océaniques quaternaires. Les grains fins ( $< 11 \mu\text{m}$ ) constitueraient la fraction granulométrique appropriée dans ce type d'environnement. Ces grains séjournent longtemps dans la colonne d'eau avant le dépôt et sont par conséquent plus propices à une bonne remise à zéro que ne le sont les grains grossiers. La méthode de grains individuels monominéraux ouvre, cependant, de nouvelles perspectives de recherche dans le domaine de la géochronologie des dépôts océaniques quaternaires. Avec cette méthode, il

serait possible d'isoler à partir d'une population hétérogène de grains, le "bon" grain qui est bien remis à zéro et de générer donc un âge IRSL absolu.

## CHAPITRE 3

# CONTRIBUTION GÉOCHRONOLOGIQUE À LA DATATION DE SÉDIMENTS PLÉISTOCÈNES DU FORAGE SAB-85 (PLATE-FORME EST CANADIENNE) PAR LA MÉTHODE DE LUMINESCENCE OPTIQUE

### 3.1 Introduction

Le plate-forme continentale au large de la Nouvelle-Ecosse présente une physiographie particulière avec un ensemble de hauts fonds (bancs) et de bassins de sédimentation de dimensions variables. Ces bassins ont joué le rôle de pièges à sédiments durant le Quaternaire et constituent dès lors d'importants enregistreurs des variations climatiques et de l'évolution des glaciations pléistocènes qui ont affecté toute la plate-forme Est-Canadienne. Cette dernière constitue une zone charnière entre le domaine océanique profond et le milieu continental où les sédiments glaciaires livrent une histoire complexe de l'évolution des calottes de glace d'Amérique du Nord. Cette complexité est d'autant plus importante lorsqu'on tente de faire des corrélations entre les dépôts glaciaires continentaux et leurs homologues en milieu marin (e.g. King, 1996; Stea *et al.*, 1998). La marge continentale de la Nouvelle-Ecosse a été recouverte de glace à plusieurs reprises durant le Pléistocène. La chronologie de ces avancées glaciaires reste cependant incertaine. La plus récente glaciation date du Wisconsinien supérieur (ca. 26-20 ka). Les évidences de celle-ci sont enregistrées, entre autres, dans les sédiments du Banquereau (Amos et Knoll, 1987) et dans la région du Canyon Verrill (Mosher *et al.*, 1989). King et

Fader (1986) ont démontré de leur part que le maximum d'extension de la glace sur la marge continentale du Sud-Est canadien s'est effectué plutôt au Wisconsinien inférieur vers 70 ka. Ce résultat est corroboré par les travaux de Boyd *et al.* (1988) qui ont documenté l'existence d'un réseau de tunnels sous-glaciaires sous le banc de l'Ile de Sable dont l'âge présumé de son incision est compris entre 60 et 75 ka. La plate-forme continentale de la Nouvelle-Ecosse aurait donc connu une intense glaciation au cours du Wisconsinien inférieur ou pendant une période glaciaire encore plus ancienne. Mosher *et al.* (1989) ont rapporté en effet des évidences de deux glaciations majeures antérieures au Wisconsinien supérieur autour de 70 et 150 ka. Plusieurs éléments rendent difficile de fournir un cadre chronologique clair de l'évolution des glaciations quaternaires qui ont affecté cette marge continentale: (1) les âges  $^{14}\text{C}$  sont mesurés sur différentes espèces de foraminifères ou de fossiles d'une séquence à une autre, ce qui rend les corrélations entre les différents enregistrements sédimentaires très difficiles, (2) l'âge des avancées glaciaires antérieures au Wisconsinien supérieur repose sur des dates aux limites de l'utilisation de la méthode  $^{14}\text{C}$  et constituent de ce fait des âges minimums et (3) la difficulté de s'assurer que le sédiment à dater ne constitue pas un dépôt remanié.

Le forage étudié se situe sur l'Ile de Sable. Cette dernière constitue la seule terre qui émerge sur la plate-forme continentale au large de la Nouvelle-Ecosse. Cette particularité a permis à Scott *et al.* (1989) d'étudier les changements relatifs du niveau marin depuis les derniers 15 ka. Le niveau marin aurait été à son plus bas niveau (~ -78 m) à la fin de la glaciation wisconsinienne. Compte tenu de la rareté des carbonates biogéniques et de la mauvaise préservation de la matière organique, le volet chronologique de cette séquence est très peu documenté. Deux niveaux organiques ont livré cependant assez de foraminifères pour pouvoir effectuer des datations au radiocarbone. Le premier à 28.5 mètres a donné un âge de 3.4 ka et place ce niveau

organique à l'Holocène supérieur. Plus bas dans la séquence, entre 65 et 80 mètres, la présence d'un assemblage dominé par *Elphidium excavatum* et un âge  $^{14}\text{C}$  de 37.2 ka à 72 m de profondeur (Boyd *et al.*, 1988) suggèrent un intervalle non glaciaire qui a été corrélé par Scott *et al.* (1989) au stade isotopique 3. Ces résultats suggèrent que l'incision du système de chenaux sous-glaciaire décrite par Boyd *et al.* (1988) s'est produite durant un événement glaciaire majeur précédant la glaciation du Wisconsinien supérieur, probablement durant le stade isotopique 4. L'âge  $^{14}\text{C}$  de 37.2 ka constitue probablement un âge minimum puisqu'on est à la limite supérieure de la méthode de datation au radiocarbone. Le problème reste donc entier car on ne peut situer dans le temps l'événement glaciaire qui a conduit à l'incision du système de chenaux sous-glaciaire qui caractérise le secteur Nord de l'Île de Sable.

Dans cette étude, la méthode de datation par luminescence optique est appliquée à des sédiments glaciomarins pléistocènes de la carotte SAB-85. Cette méthode de datation a l'avantage de s'appliquer directement sur la fraction détritique inorganique qui compose le sédiment. Elle ne requiert donc pas la présence de matière organique ou de carbonate biogénique indispensables pour produire des dates  $^{14}\text{C}$ . De plus, la portée chronologique de la méthode de luminescence optique est beaucoup plus grande que la méthode de datation au radiocarbone. Les mesures ont été effectuées sur la fraction fine polyminéralique (4 à 11  $\mu\text{m}$ ) et sur des grains individuels de feldspaths potassiques (125 à 250  $\mu\text{m}$ ). Les méthodes de doses additives et de la *slide* ont été exploitées pour estimer la dose équivalente. Le but de cette étude est de dater les sédiments de remplissage du tunnel sous-glaciaire atteint par le forage en vue de dater l'événement glaciaire qui a conduit à son incision et de documenter l'étendue de cette glaciation qui a affecté la marge continentale est-canadienne.

### 3.2 Localisation du site de forage et description des sédiments analysés

Le forage se situe sur l'Île de Sable (figure 3.1). Cette dernière est à 160 km au large des côtes de la Nouvelle-Ecosse en bordure externe de la marge continentale. L'île fait 40 km de long et moins de 2 km de large et constitue la seule terre qui émerge au Sud-Est des côtes canadiennes. L'île est constituée de sable dont l'origine est probablement des dépôts glaciaires et glacio-marins remaniés (James et Stanley, 1968). La carotte étudiée (SAB-85; 43° 55' 33 N, 59° 56' 31 W) est longue de 152 m et elle est située au centre d'un chenal fossile orienté Nord-Sud de 400 m de profondeur. Ce chenal fait partie d'un réseau de tunnels sous-glaciaires qui aurait été façonné par l'écoulement d'un important volume d'eau de fonte au pied d'une marge glaciaire au Wisconsinien inférieur (Boyd *et al.*, 1988). La stratigraphie de la carotte est basée sur des relevés sismiques effectués à quelques kilomètres au nord de l'île, des données lithologiques, des propriétés géotechniques et enfin sur des analyses biostratigraphiques des sédiments (McClelland, 1985; Boyd *et al.*, 1988; Scott *et al.*, 1989; figure 3.2). Les premiers 50 mètres de la séquence sont constitués essentiellement de sable riche en quartz avec moins de 10% d'argile, de fossiles et de matière organique. Un niveau organique à 28.5 m daté à 3.4 ka, met en évidence une microfaune benthique abondante à *Elphidium spp* qui témoignerait de conditions lagunaires avec une salinité élevée et une tranche d'eau dépassant les dix mètres (Scott *et al.*, 1989). La présence de foraminifères planctoniques à ce même niveau témoigne d'une ouverture de la lagune sur l'Océan Atlantique. En se basant sur l'interprétation des profils sismiques et sur la présence, à 56 m de profondeur, d'une microfaune remaniée d'âge crétacé et tertiaire qui marque des conditions glaciaires, Boyd *et al.* (1988) ont placé la limite Holocène-Pléistocène à 51 m de profondeur. Sous l'Holocène, les sédiments sont composés essentiellement d'argile et de sable avec de

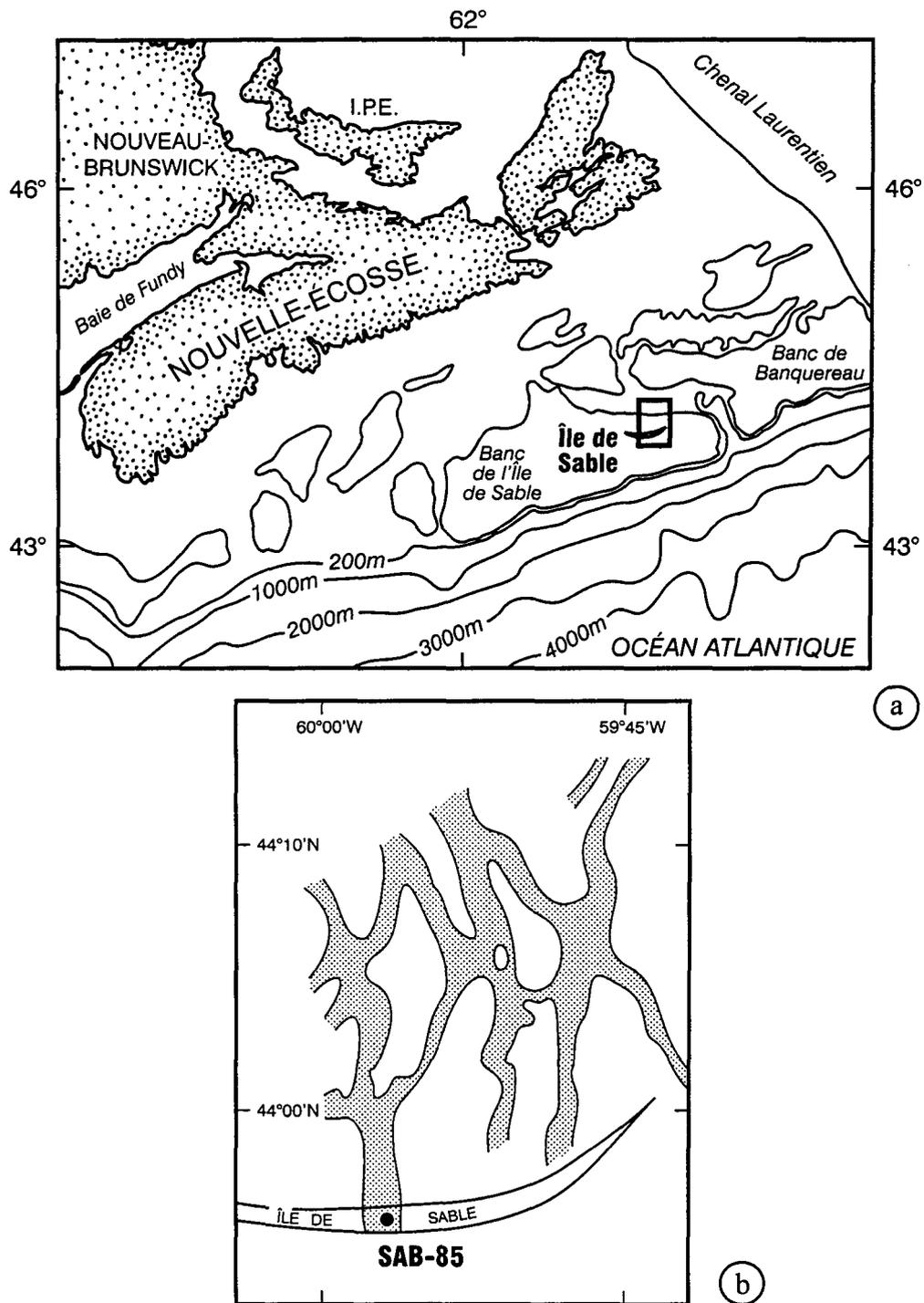


Figure 3.1: (a) Localisation de l'Île de Sable en marge sud est de la plateforme continentale. Les lignes représentent les contours bathymétriques. (b) Réseau de tunnels sous glaciaires cartographié à partir de l'extrapolation de relevés sismiques effectués au Nord de l'île de Sable (Boyd *et al.*, 1988) et site du forage de la carotte SAB-85 (43°55'33"N, 59°56'31"W).

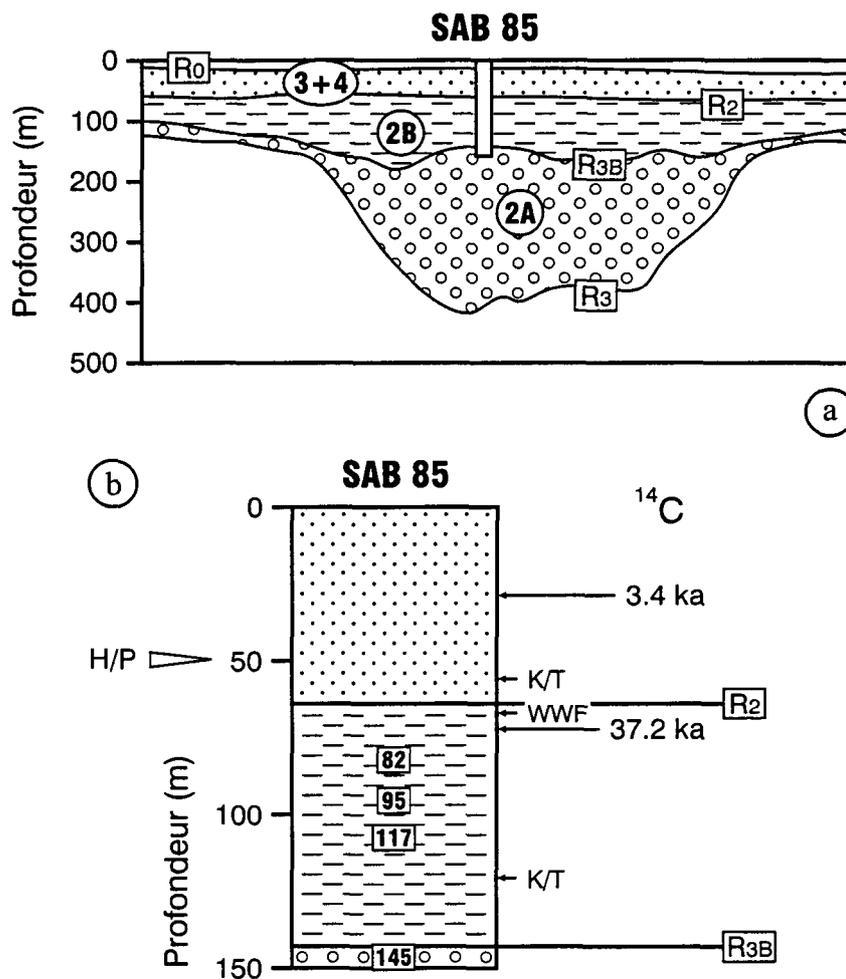


Figure 3.2: (a) Interprétation du profil sismique situé 2 km au Nord de l'Île de Sable. Les différentes séquences sismiques nommées dans les cercles sont séparées par des réflecteurs sismiques R nommés dans les carrés. (b) Colonne stratigraphique de la carotte SAB 85 avec les séquences et les réflecteurs sismiques. H/P représente la limite Holocène / Pléistocène (Boyd *et al.*, 1988). K/T représente des fossiles remaniés d'âge Crétacé / Tertiaire. WWF représente des espèces de foraminifères benthiques d'environnement chaud.

rare niveaux organiques. Scott *et al.* (1989) ont identifié un intervalle non glaciaire entre 65 et 80 m et l'ont corrélé avec le stade isotopique 3. Cette corrélation est basée sur la présence, à 67.6 m, de foraminifères benthiques (*Elphidium excavatum*) qui supposent des conditions chaudes et sur un âge  $^{14}\text{C}$  de 37.2 ka à 72 m de profondeur. Au delà de 80 m, la séquence se caractérise par des argiles denses qui représentent probablement la dernière étape de remplissage du chenal sous-glaciaire.

Les échantillons analysés (SAB-85/ 82; 82.2; 95.2; 117 et 145.9 m) se composent d'argile et d'argile silteuse très compacte avec un faible pourcentage en eau (~ 20%). D'un point de vue chronologique, aucune datation absolue n'est disponible au delà de 72 m. À cette profondeur, l'âge  $^{14}\text{C}$  de 37.2 ka nous servira de repère chronologique. Ainsi, les sédiments analysés dateraient du Wisconsinien moyen ou d'une période encore plus ancienne.

### 3.3 Principes de datation par luminescence

Les méthodes de datation par luminescence ont l'avantage de dater directement des événements géologiques à partir des grains qui composent le sédiment. Le quartz et le feldspath sont des chronomètres naturels qui sont utilisés pour dater ces événements. Ces minéraux sont ubiquistes, peuvent être isolés facilement de la matrice et présentent généralement un fort signal luminescent. La luminescence est un phénomène physique qui s'explique par la structure imparfaite des minéraux. Cette imperfection est due à des dislocations de la structure cristalline, à des impuretés ou encore à des vacances (sites où un des ions de la maille cristalline est manquant). Dans les environnements sédimentaires naturels, les minéraux subissent des irradiations ( $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$ ) issues de la désintégration de radio-isotopes des chaînes de l'uranium ( $^{238};^{235}\text{U}$ ), du thorium ( $^{232}\text{Th}$ ) et du potassium

( $^{40}\text{K}$ ). Le rayonnement cosmique et le rubidium ( $^{87}\text{Rb}$ ) contribuent à la dose de radiation globale mais en faible proportion. Ces irradiations induisent l'ionisation d'atomes du minéral et la libération d'électrons. Une certaine proportion de ces électrons libres peuvent se loger dans des défauts cristallins (pièges à électron) et ne reviennent pas à leur état initial. Ainsi le nombre d'électrons piégés est proportionnel à la dose de radiation reçue. Les électrons se trouvent dans un état métastable et peuvent être libérés suite à un apport d'énergie externe (excitation thermique: TL ou optique: OSL) puis se recombiner à des sites déficients en charge négative. Cette recombinaison peut être radiative, et ces sites sont dits centres luminescents. Si le flux de la radiation naturelle est resté constant dans le temps, la quantité de lumière mesurée est proportionnelle à la dose de radiation reçue par les minéraux et donc au temps écoulé depuis leur dernière remise à zéro (soit dans le cas des sédiments, depuis leur enfouissement). Les mécanismes qui régissent le transfert d'électrons à l'intérieur du réseau cristallin peuvent être modélisés par la théorie des bandes décrite dans plusieurs publications (e.g. Aitken, 1985; Lamothe, 1996 et Aitken, 1998). L'âge IRSL est donné par le rapport de la dose totale accumulée par le minéral depuis son enfouissement ( $D_e$ ) sur la dose de radiation émanant du milieu environnant ( $D_a$ ). La  $D_e$  est exprimée en Gy ( $1\text{Gy} = 1\text{J/kg}$ ) et la  $D_a$  en Gy/1000 ans.

### **3.4 Méthodologie**

#### **3.4.1 Préparation d'échantillons**

La fraction fine polyminérale (4-11  $\mu\text{m}$ ) et la fraction grossière composée de grains de feldspath potassique de taille comprise entre 125 et 250  $\mu\text{m}$  ont été analysées. Le sédiment subit une première attaque chimique à l'HCl (20%) pour éliminer les

carbonates puis une deuxième attaque à  $\text{H}_2\text{O}_2$  (10%) afin d'éliminer la matière organique. Le sédiment est ensuite rincé à l'eau distillée puis tamisé sur une colonne de tamis de différentes mailles granulométriques.

La fraction silteuse polyminérale (4-11  $\mu\text{m}$ ) est obtenue par décantation. Cette fraction est séchée puis une partie aliquote d'environ 0.3 g est diluée dans 200 ml de méthanol. Des parties aliquotes de la solution ainsi préparée sont transposées dans une éprouvette à fond plat dans laquelle repose un disque en aluminium d'un centimètre de diamètre. Après l'évaporation du méthanol, le sédiment adhère à la surface des disques et une centaine de disques ainsi préparés sont retenus pour les mesures IRSL.

Le minéral utilisé dans l'analyse des grains individuels est le feldspath potassique. Suivant la méthode de Mejdahl (1985), les grains de feldspath (densité  $< 2.58 \text{ g/cm}^3$ ) sont séparés des autres minéraux à l'aide d'une solution de polytungstate de sodium ( $3\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 9\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ). Les grains sont ensuite attaqués avec une solution diluée d'acide fluorhydrique (10%, 40 mn) afin d'éliminer la surface externe (10  $\mu\text{m}$ ) du grain et donc d'éliminer la contribution de la dose alpha. Les grains de feldspath ( $n = 48$ ) sont choisis en utilisant une loupe binoculaire, et sont déposés sur des disques en aluminium préalablement enduits d'une couche d'adhésive pour maintenir les grains en place. Toutes les manipulations en laboratoire sont effectuées sous des conditions de luminosité contrôlées (Lamothe, 1995) afin d'éviter une altération du signal. La méthode appliquée pour les monograins de feldspaths potassiques est celle décrite par Lamothe *et al.*, (1994) et Lamothe et Auclair (1997). La méthode est brièvement décrite dans le chapitre 2.

Les irradiations artificielles sont effectuées à l'aide d'une source gamma ( $^{60}\text{Co}$ ,  $T = 5.27$  ans) à température ambiante. Le débit de la dose est de 0.71 Gy/min au 30-04-2001.

### 3.4.2 Mesures

Les mesures IRSL sont effectuées par un système automatisé Daybreak 1100 TL. La stimulation est générée par 30 diodes infrarouges (Ga Al As, Optek OP296B) dont le pic de transmission est autour de 880 nm. Le signal IRSL est détecté par un tube photomultiplicateur EMI 9635QA à l'entrée duquel une combinaison de filtres optiques (Coming 7-59/Schott BG39) est placée pour éliminer les photons infrarouges incidents. La lecture du signal luminescent se fait dans la bande spectrale de 400 à 450 nm. Compte tenu de l'hétérogénéité des aliquotes du même échantillon, le signal IRSL est normalisé par une courte stimulation ("*short shine*": 1s). Cette normalisation n'érode pas de façon significative le signal naturel et elle est effectuée au début des mesures.

### 3.5 Détermination de la dose annuelle

La dose annuelle est la dose de radiation par unité de temps, que reçoit le sédiment dans son environnement naturel. Cette dose de radiation est due aux rayonnements, *in situ*,  $\alpha$ ,  $\beta$  et  $\gamma$  issus de radio-isotopes des chaînes radioactives de l'U, du Th et du K. Le rayonnement cosmique contribue à la dose de radiation avec une faible proportion. Les concentrations en U, Th et K et la contribution des doses alpha, bêta et gamma sont calculées à partir des mesures par activation neutronique et par comptage par scintillation alpha (*thick-source alpha-counting*). La valeur de la teneur en eau est mesurée *in situ* sur le site du forage. Les facteurs de conversion des concentrations en doses sont ceux de Adamiec et Aitken (1998). Les concentrations des radioéléments ainsi que la contribution alpha, bêta et gamma sont présentées dans le tableau 3.1.

Échantillon (4 - 11 $\mu\text{m}$ )	U (ppm) $\pm 10\%$	Th (ppm) $\pm 6\%$	K (%) $\pm 3.2\%$	Teneur en eau (%) $\pm 10\%$	Dose alpha (Gy / ka)	Dose bêta (Gy / ka)	Dose gamma (Gy / ka)	Dose annuelle (Gy / ka)
S82	1.44	3.11	1.26	0.20	$0.71 \pm 0.09$	$1.22 \pm 0.06$	$0.62 \pm 0.07$	$2.55 \pm 0.13$
S82.2	1.29	3.34	1.46	0.15	$0.83 \pm 0.10$	$1.45 \pm 0.07$	$0.72 \pm 0.08$	$3.00 \pm 0.15$
S95	2.76	7.75	2.04	0.20	$1.03 \pm 0.21$	$1.63 \pm 0.07$	$0.96 \pm 0.07$	$3.62 \pm 0.23$
S117	2.90	6.89	2.06	0.20	$1.01 \pm 0.21$	$1.64 \pm 0.07$	$0.94 \pm 0.07$	$3.59 \pm 0.23$
S145	2.23	5.54	1.62	0.25	$0.75 \pm 0.16$	$1.23 \pm 0.06$	$0.71 \pm 0.06$	$2.68 \pm 0.18$

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

Tableau 3.1: Données dosimétriques des échantillons analysés. La teneur en eau est évaluée *in situ*. La dose alpha est calculée en estimant une valeur d'efficacité du rayonnement alpha de  $0.1 \pm 0.01$ . La dose cosmique est considérée négligeable. La dose annuelle est calculée en utilisant les facteurs de conversion de Adamiec et Aitken (1998).

### 3.6 Détermination de la dose équivalente

Les méthodes utilisées pour déterminer la dose équivalente sont les méthodes des doses additives et la *slide*. Cette dernière combine la méthode des doses additives et la méthode de régénération. Ces deux approches consistent à comparer le signal naturel acquis durant la période d'enfouissement du sédiment avec le signal produit, en laboratoire, par l'ajout artificiel de dose de radiation gamma.

#### 3.6.1 Méthode des doses additives

Quatre aliquotes naturelles et 20 aliquotes irradiées (soit 4 pour chaque dose artificielle ajoutée) d'un même échantillon ont été utilisées pour évaluer la dose équivalente. La mesure du signal luminescent est précédée d'une préchauffe des aliquotes à 160°C (Li, 1991) pendant 6 h afin d'éliminer la composante instable du signal. La durée de la préchauffe a été déterminée en faisant un test de plateau. L'évolution du rapport d'aliqotes naturelles et irradiées en fonction du temps montre qu'après 6 heures de préchauffe, le rapport reste constant. Ce test a été réalisé sur tous les échantillons et la durée de 6 h a été retenue pour la préchauffe. Cependant, ce traitement cause un transfert d'électrons de pièges non sensibles à la lumière vers des pièges photosensibles et accroît donc le signal. Cet effet indésirable, appelé transfert thermique, est décrit par Huntley *et al.* (1985) et Ollerhead *et al.* (1994). L'effet de la luminescence induite par la préchauffe est cependant négligeable sur l'estimation de la dose équivalente dans le cas de vieux échantillons (Ollerhead *et al.*, 1994). Pour estimer le signal qui résulte de ce phénomène,

d'autres aliquotes sont irradiées puis exposées à la lumière avant d'être préchauffées. Le signal obtenu par ces disques sert à corriger la courbe de croissance.

### **3.6.2 Méthode combinant additive et régénération (Méthode de la *Slide*)**

En plus des aliquotes qui servent à construire la courbe de croissance par la méthode des doses additives, un autre groupe d'aliquotes est exposé à la lumière puis le signal luminescent est régénéré en appliquant des doses d'irradiations croissantes. Le déplacement de la courbe de croissance additive le long de l'axe des abscisses (axe des doses ajoutées) jusqu'à ce qu'elle coïncide avec la courbe de régénération donne une lecture directe de la dose équivalente. Cette technique est appelée *Australian Slide Method* (Prescott *et al.*, 1993).

## **3.7 Résultats et discussion**

### **3.7.1 Âges IRSL apparents de la fraction fine polyminéralique**

Les doses équivalentes sont estimées à partir de la méthode de la *slide* (figure 3.3). Celle-ci combine les méthodes des doses additives et de régénération. Les disques sont normalisés par une courte stimulation (*short shine* 1 s). Après l'ajout des doses d'irradiations artificielles, les disques sont préchauffés pendant 6 heures à 160°C. Le signal IRSL induit par la préchauffe (transfert thermique) constitue moins de 3 % du signal IRSL naturel et il est considéré négligeable. En effet, la valeur de la  $D_e$  estimée à partir de la méthode des doses additives est pratiquement la même avec ou sans la correction par rapport au transfert thermique. Les mesures IRSL montrent une bonne reproductibilité aussi bien pour les

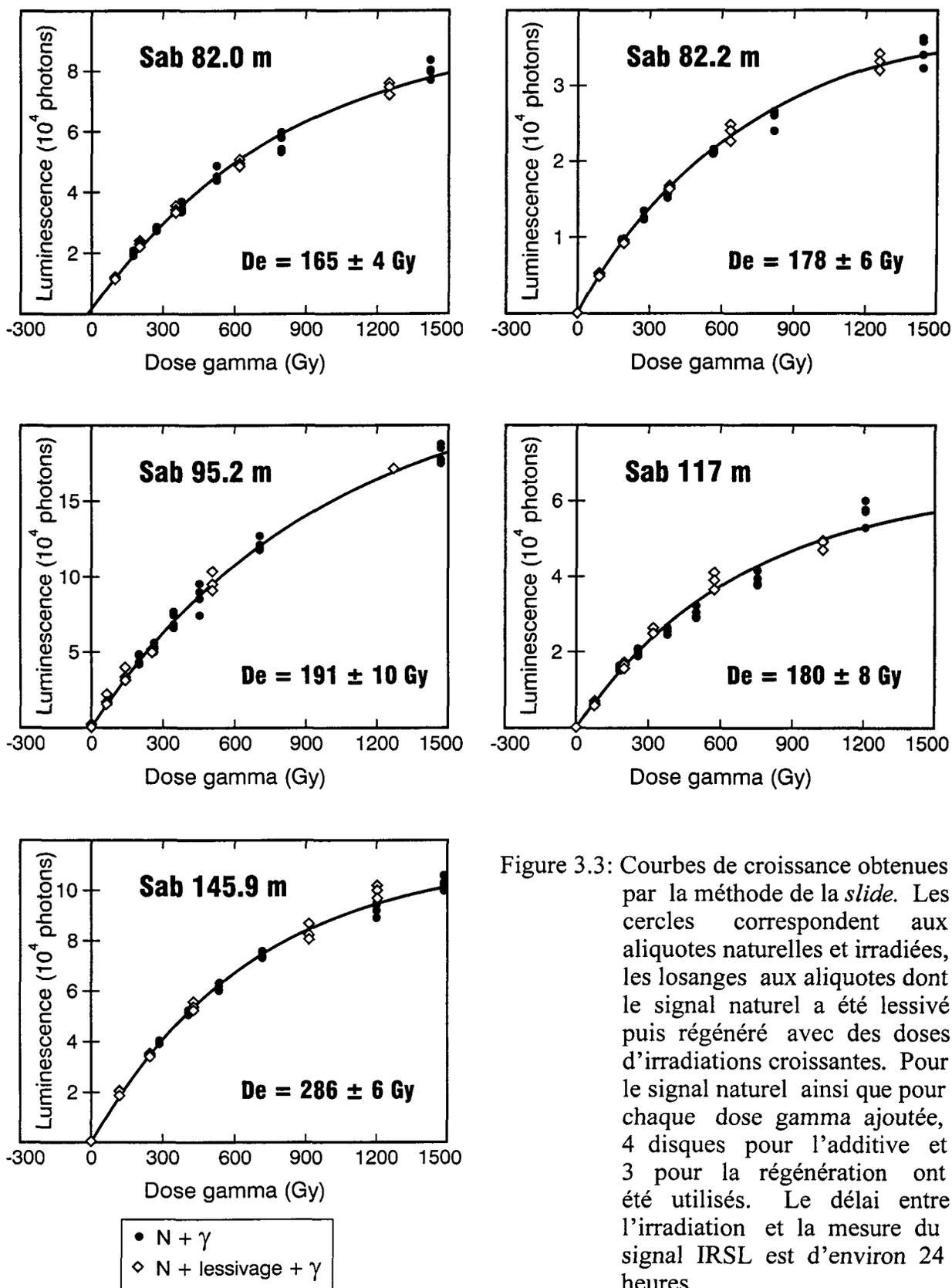


Figure 3.3: Courbes de croissance obtenues par la méthode de la *slide*. Les cercles correspondent aux aliquotes naturelles et irradiées, les losanges aux aliquotes dont le signal naturel a été lessivé puis régénéré avec des doses d'irradiations croissantes. Pour le signal naturel ainsi que pour chaque dose gamma ajoutée, 4 disques pour l'additive et 3 pour la régénération ont été utilisés. Le délai entre l'irradiation et la mesure du signal IRSL est d'environ 24 heures.

aliquotes naturelles que celles irradiées. Cependant, pour les hautes doses, la reproductibilité est moins bonne et ceci pourrait être dû au *fading*. Après l'irradiation gamma, la mesure du signal IRSL a été effectuée après un délai de trois à quatre jours. Durant ce temps, le *fading* amorcé dès la fin de l'irradiation se fait plus sentir dans le cas des aliquotes ayant subi des hautes doses d'irradiation.

Dans le tableau 3.2 sont reportées les valeurs des doses annuelles calculées, les doses équivalentes estimées par les méthodes de doses additives et la *slide* ainsi que les âges IRSL. Les valeurs des doses équivalentes estimées par la méthode *slide* sont légèrement plus faibles que celles évaluées par la méthode des doses additives. La variation de la valeur des doses équivalentes évaluées par les deux méthodes est due au *fading* et à l'exponentielle qui permet l'extrapolation de la courbe de croissance additive sur l'axe des doses. Dans le cas de la régénération, le *fading* est plus important car le signal induit est très instable comparativement à celui généré par une même dose d'irradiation gamma, dans le cas de la méthode des doses additives où le signal est composé d'une portion naturelle stable. La fonction exponentielle pourrait aussi expliquer les différences des valeurs de la dose équivalente livrées par les deux méthodes. En effet, lorsque la croissance du signal en fonction des doses d'irradiations artificielles est non linéaire, la partie de la courbe de croissance qu'il faut extrapoler pour rejoindre l'axe des abscisses couvre un large domaine de dose. Ceci est d'autant plus vrai pour les échantillons dont la dose équivalente est très élevée ou encore des échantillons qui approchent la saturation (Signal induit très faible suite à l'irradiation). Le fait d'utiliser la méthode de la *slide* qui combine l'additive et la régénération permet de mieux définir la partie extrapolée de la courbe de croissance et donne une dose équivalente avec une faible marge d'erreur. À l'exception de l'échantillon SAB 145.9 m dont l'âge IRSL est de  $106.7 \pm \text{ka}$ , les autres échantillons ont livré des âges IRSL sensiblement homogènes, entre 50 et 65 ka. Ces âges sont concordants avec l'âge présumé de l'unité stratigraphique à laquelle ces échantillons

Échantillon (4 - 11 $\mu\text{m}$ )	Dose annuelle (Gy / ka)	Dose équivalente additive (Gy)	Dose équivalente <i>Slide</i> (Gy)	Âge IRSL <sup>a</sup> (ka)
S82	2.55 $\pm$ 0.13	204 $\pm$ 11	165.0 $\pm$ 4.1	64.7 $\pm$ 3.7
S82.2	3.00 $\pm$ 0.15	223 $\pm$ 12	178.0 $\pm$ 6.1	59.3 $\pm$ 3.6
S95	3.62 $\pm$ 0.23	205 $\pm$ 19	191.0 $\pm$ 10.0	52.8 $\pm$ 4.3
S117	3.59 $\pm$ 0.23	328 $\pm$ 24	180.0 $\pm$ 7.9	50.1 $\pm$ 3.9
S145	2.68 $\pm$ 0.18	307 $\pm$ 13	286.0 $\pm$ 6.1	106.7 $\pm$ 7.5

<sup>a</sup> : âge calculé à partir de la dose équivalente obtenue par la méthode « *Australian Slide* »  
L'erreur sur les âges IRSL est la racine carrée de la somme des carrés des erreurs relatives de la dose annuelle et de la dose équivalente.

Tableau 3.2: Tableau des résultats d'âge IRSL

appartiennent. Cette unité a été, en effet, corrélée avec l'interstadaire 3 (Scott *et al.*, 1989) en se basant sur des données biostratigraphiques (foraminifères benthiques témoignant de conditions chaudes) et sur un âge  $^{14}\text{C}$  de 37.2 ka à 72 m de profondeur. L'échantillon SAB 145.9 m appartient au sommet de la première unité de remplissage, qui fait plus de 250 m d'épaisseur, du chenal sous-glaciaire. Cette unité est séparée de la précédente par une forte surface d'érosion (Boyd *et al.*, 1988). Elle se caractérise par des sédiments argileux avec un très faible pourcentage de microfaune benthique Crétacé-Tertiaire. L'âge IRSL de 106.7 ka placerait les sédiments de cette unité au stade isotopique 5 et suggère que l'incision du chenal est antérieure au dernier interglaciaire.

### 3.7.2 Analyse de monograins

L'analyse des grains individuels de feldspaths potassiques de taille comprise entre 125 et 250  $\mu\text{m}$  a été effectuée sur trois groupes de 48 grains de l'échantillon SAB-85/82 m (S82). À chacun des groupes, une dose d'irradiation est appliquée. Le rapport  $R_I$  ( $R_I = L_{n+\gamma}/L_n$ ) de l'intensité du signal IRSL émis par les grains ayant subi une dose d'irradiation artificielle sur l'intensité du signal naturel des mêmes grains a été utilisé comme indicateur de l'efficacité de la remise à zéro du sédiment analysé (Lamothe, 1996). La figure 3.4 montre la distribution du rapport  $R_I$  pour chacune des doses appliquées. Le groupe de grains ayant subi la plus faible dose d'irradiation montre une distribution unimodale où les grains constituent une population homogène avec une valeur de  $R_I$  autour de 4. Les autres groupes de grains ayant subi de plus fortes doses d'irradiations montrent une distribution plus étendue des valeurs  $R_I$ . Ce rapport augmente sensiblement avec la dose d'irradiation. Il semble que, à quelques grains près, les grains soient saturés. Cependant, la courbe de croissance obtenue par la méthode des aliquotes multiples sur grains fins polyminéraliques ne montre pas de

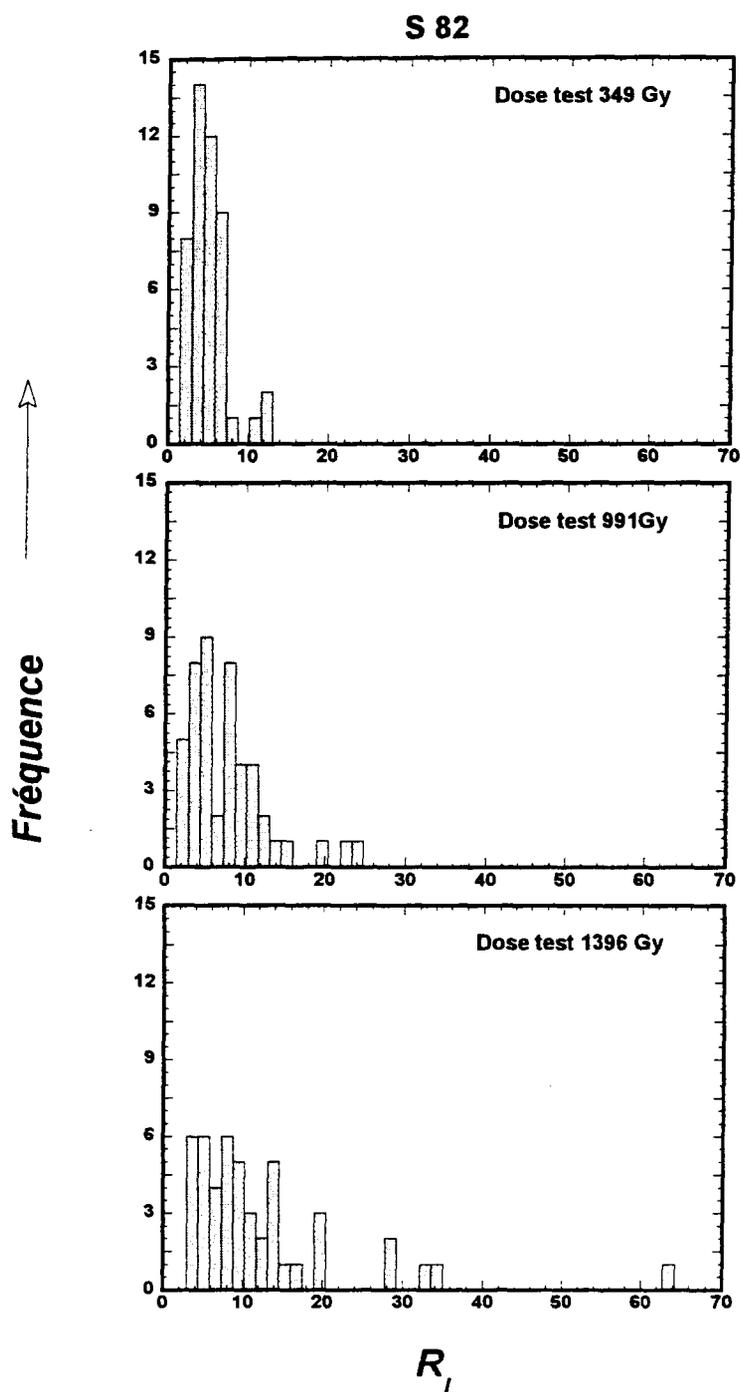


Figure 3.4: Distribution des valeurs du rapport  $R_I$  ( $L_{N+\gamma}/L_N$ ) de trois groupes de grains ( $n = 48$ ) de feldspath potassique de l'échantillon S82. Chaque groupe de grains ayant subi une dose test différente (349, 991 et 1396 Gy). Le délai entre l'irradiation et la mesure du signal luminescent est d'environ 3 heures.

saturation même à des doses aussi élevées que 1400 Gy. Les grains grossiers semblent donc être non remis à zéro au moment de leur dépôt. Après un délai de 14 jours, le signal IRSL des mêmes grains est remesuré ( $R_I(t_2)$ ). La figure 3.5 montre que les grains de feldspaths potassiques sont affectés par le *fading* à des degrés variables. Les grains qui sont très sensibles à l'ajout de la dose d'irradiation ( $R_I \gg 1$ ) présentent un pourcentage de *fading* plus élevé que ceux dont le signal IRSL est peu influencé par la dose de radiation artificielle ( $R_I \sim 1$ ). La corrélation entre  $R_I(t_1)$  et  $R_I(t_2)$  définit une droite de régression appelée *fadia* (Lamothe et Auclair, 1999). La *fadia* est une technique qui permet de corriger la  $D_e$  obtenue par la méthode des doses additives ou encore par la méthode slide (Lamothe et Auclair, 1999, Balescu *et al.*, 2001). L'extrapolation de la *fadia* sur la droite de pente 1 définit un point  $R_I^0$ . Ce rapport représente  $R_I(t_1) = R_I(t_2)$  et correspond donc aux grains qui ne fadent pas. Dans le cas des grains analysés, la *fadia* ne peut être exploitée car il est difficile à partir de la distribution des valeurs  $R_I$  de dégager les grains bien remis à zéro des grains qui ne le sont pas. Cependant, il est intéressant de constater que la valeur du rapport  $R_I^0$  augmente avec la dose mais que la pente de la droite de régression reste constante. Ceci est aussi vrai lorsqu'on applique des doses de régénération. La méthode des grains individuels montre que le mode de transport des grains grossiers en milieu aquatique (saltation, roulement) ne favorise pas la remise à zéro.

Le seul repère chronologique qui permet peut être de valider les âges IRSL obtenus est l'âge  $^{14}\text{C}$  de 37.2 ka à 72 m de profondeur. Les échantillons analysés sont plus bas dans la séquence et donc dateraient au moins du Wisconsinien moyen. L'âge IRSL de 106.7 ka obtenu sur l'échantillon SAB 145.9 m montre que les sédiments de remplissage du chenal sous-glaciaire correspondraient au stade isotopique 5. Cet âge IRSL suggère que l'incision du système de tunnels sous-glaciaire daterait d'une période antérieure au Wisconsinien inférieur (stade 4). L'incision de ce système de chenaux serait attribuée à une phase de

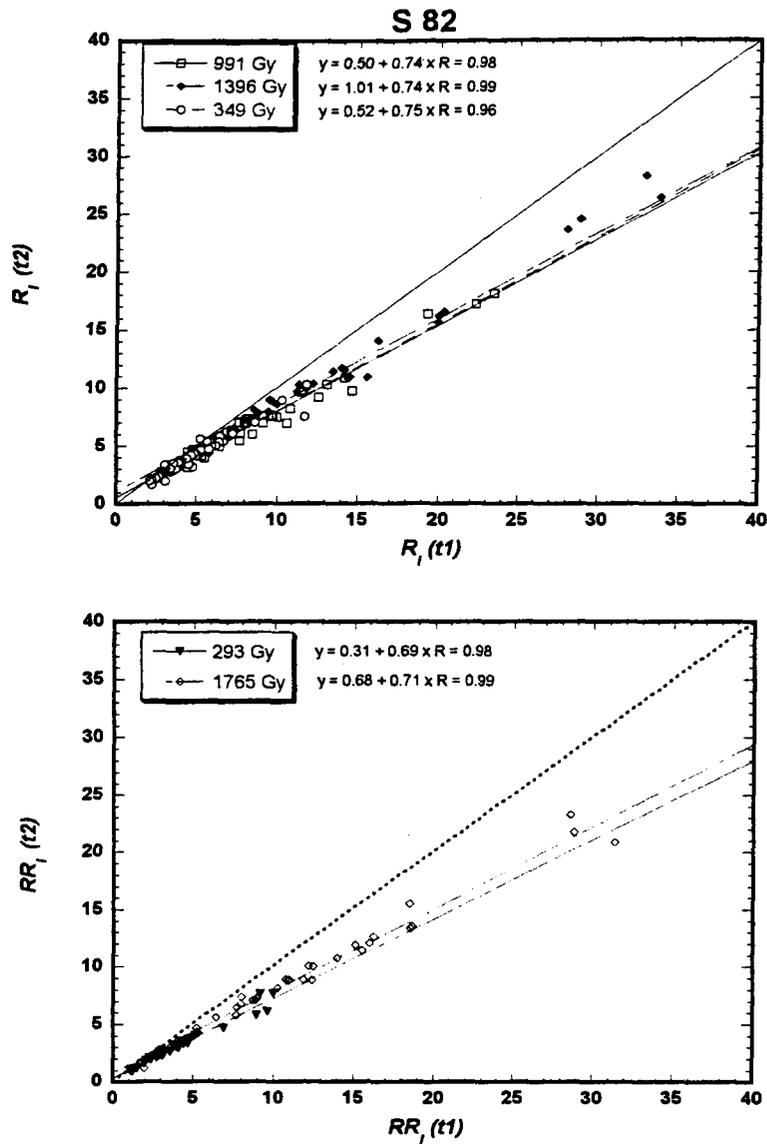


Figure 3.5: Diagrammes  $R_I(t_1)$  vs  $R_I(t_2)$  et  $RR_I(t_1)$  vs  $RR_I(t_2)$  des trois groupes de grains de la figure 3.4.  $t_1 = 3$  heures après l'irradiation;  $t_2 = 7$  à 10 jours après l'irradiation.

glaciation majeure, probablement de l'Illinoien supérieur (stade isotopique 6), qui a couvert toute la région du Sud Est de la plate-forme canadienne. Il a été démontré que la glaciation illinoienne constitue la plus grande glaciation qui ait affecté les marges des côtes est canadiennes (Alam et Piper, 1977; Piper *et al.*, 1990).

### 3.8 Conclusion

La méthode de datation par luminescence optique est appliquée à des sédiments glaciomarins pléistocènes de la plate-forme est canadienne. Les  $D_e$  ont été obtenues par la méthode des doses additives et par la méthode de la *slide*. Cette dernière livre des  $D_e$  légèrement sous-estimées par rapport à la méthode des doses additives. Cette sous-estimation est probablement le résultat du *fading* des aliquotes ayant servis à la construction de la courbe de régénération. Les âges IRSL des échantillons SAB 82; 82.2; 95 et 117 m sont compris entre 50 et 65 ka (figure 3.6). Ces âges placeraient ces sédiments au Wisconsinien moyen (stade isotopique 3) et sont concordants avec les âges présumés. L'analyse des grains individuels de feldspaths potassiques de l'échantillon Sab 82 m montre que les valeurs du rapport  $R_f$  sont relativement homogènes. La méthode *fadia* montre que le rapport  $R_f^0$  augmente avec les doses d'irradiation mais que le taux de *fading* (perte du signal par unité de temps) est indépendant de la dose d'irradiation ajoutée. L'âge IRSL de l'échantillon S 145.9 m est de 106.7 ka. Cet âge placerait ce niveau sédimentaire au stade isotopique 5. Cette échantillon correspond à la partie sommitale de la première unité sédimentaire de remplissage du chenal sous glaciaire qui passe sous le site du forage. Ce chenal fait partie d'un vaste réseau de chenaux fossiles qui façonnent le substratum au Nord de l'Île de Sable. L'âge IRSL de 106.7  $\pm$  7.5 ka est un âge minimum et suggère que l'incision de ce système de chenaux sous glaciaire peut être attribuée à une phase de glaciation majeure antérieure au Wisconsinien

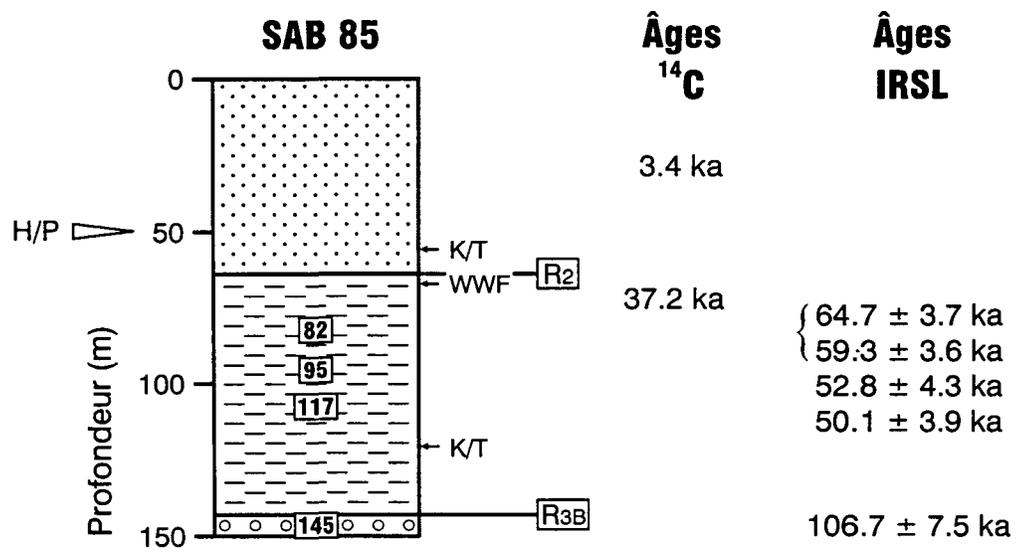


Figure 3.6: Comparaison des âges IRSL obtenus et des dates carbone 14 estimés pour les échantillons de la carotte SAB-85. Les dates entre parenthèses correspondent aux âges IRSL obtenus sur les échantillons S82 et S82.2 m.

inférieur, probablement à la glaciation de l'Illinoien supérieur ou encore à une période glaciaire plus ancienne.

## CHAPITRE 4

### ESTIMATION DE LA PALÉODOSE DE GRAINS FINS POLYMINÉRALIQUES PAR LA MÉTHODE "SAR". APPLICATION À DES SÉDIMENTS QUATERNAIRES DE TROIS FORAGES EN ATLANTIQUE NORD.

#### 4.1 Introduction

La luminescence optique (OSL, Huntley *et al.*, 1985) est l'aboutissement de l'évolution méthodologique de la thermoluminescence (TL). Utilisée d'abord pour dater des objets archéologiques, l'application de la TL aux dépôts sédimentaires a été exploitée pour la première fois par Wintle et Huntley (1979, 1980) qui ont montré que le signal TL peut être lessivé par une exposition du sédiment à la lumière solaire. Ce constat a permis d'explorer et d'appliquer avec succès la TL à des dépôts sédimentaires (loess, dunes de sable) où l'exposition prolongée du sédiment à la lumière réduit le signal de luminescence à son plus bas niveau. Dans le cas où le sédiment est brièvement exposé à la lumière avant le dépôt (*e.g.* environnements aquatiques), la TL ne peut être appliquée car une fraction importante du signal naturel est héritée. Cette composante du signal engendre une surestimation de la dose équivalente et donc de l'âge réel du dépôt. De ce point de vue, l'OSL présente un grand avantage par rapport à la TL car les pièges à électrons mis en cause sont plus facilement vidés par l'exposition du sédiment au rayonnement solaire au cours du transport et du dépôt.

Deux approches permettent l'évaluation de la dose équivalente (De), il s'agit de la méthode d'aliquotes multiples (*multiple-aliquot*) et de la méthode d'aliquote unique (*single-aliquot*). Cette dernière a l'avantage d'évaluer la De à partir d'aliquote composée de plusieurs grains monominéraliques (feldspaths potassiques: Galloway, 1996; quartz: Murray *et al.*, 1997) voire même un seul grain de feldspath potassique (Lamothe *et al.*, 1994) ou de quartz (Murray et Roberts, 1997). La méthode d'aliquote unique présente de nombreux avantages par rapport à la méthode d'aliquotes multiples car (1) elle requiert une très petite quantité de matériel, (2) elle offre une grande précision sur la De et donc sur l'âge en générant pour le même échantillon, une population de De pour autant de disques utilisés, (3) elle permet de s'affranchir de problèmes techniques de manipulation (perte de disque, raclage de la surface du disque..), (4) elle ne nécessite pas de normalisation, et (5) elle offre des informations sur l'homogénéité du sédiment.

La première étude décrivant la méthode de l'aliquote unique fut celle de Duller (1991) sur des grains de feldspath potassique. Cet auteur a proposé d'abord la méthode de régénération pour évaluer la De. Comme les cycles répétés de lessivage et de préchauffe induisent des changements de sensibilité, Duller a délaissé la régénération pour proposer la méthode de l'aliquote unique en doses additives (SAAD: *Single Aliquot Additive Dose*). Cette méthode a été appliquée ensuite par Galloway (1996) sur une seule aliquote composée de grains de feldspath potassique puis par Murray *et al.* (1997) sur des quartz. Pour s'affranchir du problème de changement de sensibilité, Murray et Roberts (1998) ont utilisé la forte relation qui existe entre le pic 110°C de TL et le signal OSL du quartz pour développer la méthode d'aliquote unique en régénération. Au lieu de mesurer le pic 110°C de TL, Murray et Mejdahl (1999) ont proposé une nouvelle approche dans laquelle le signal induit par une dose-test appliquée entre deux doses de régénération permet de suivre et de corriger les changements de sensibilité. Le protocole de l'aliquote unique en régénération (SAR: *Single*

*Aliquot Regeneration*) a été largement testé sur des quartz et a généré des résultats très précis (Murray et Wintle, 2000). Plus récemment, le protocole SAR a été appliqué sur des grains fins polyminéraliques (Banerjee *et al.*, 2001; Roberts et Wintle, 2001) et sur des grains de feldspath potassique (Wallinga *et al.*, 2001).

Dans cette étude, la méthode SAR est appliquée à des sédiments océaniques pléistocènes provenant de trois forages dans la partie septentrionale de l'Atlantique Nord. Une version modifiée de la méthode SAR (Murray et Wintle, 2000) est décrite et discutée. Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus par la méthode d'aliquotes multiples puis sont discutés. Des tests de *fading* sont aussi effectués et discutés. Les âges IRSL obtenus par la méthode SAR sont ensuite comparés aux âges  $^{14}\text{C}$  et aux âges présumés à partir de la chronostratigraphie régionale.

#### 4.2 Sites et description des échantillons analysés

Les échantillons analysés dans cette étude proviennent de trois forages de l'Atlantique Nord (figure 4.1). Les échantillons Tr14 et Tr36 proviennent de la carotte Troll 91-1/8903 (Lat. 60°38'N; Long. 3°43'E; 300 m de profondeur) forée dans le secteur nord-est de la Mer du Nord au centre du chenal norvégien (*cf.* figure 2.2; chapitre 2). L'échantillon Tr14 (14.56 m) appartient à l'unité L1 qui se compose de sédiments marins et glacio-marins qui couvrent les derniers 15 ka (Sejrup *et al.*, 1994). Cet échantillon a été daté à environ 16 ka (âge calendrier) par la méthode  $^{14}\text{C}$  par AMS sur des tests de foraminifères benthiques (Haflidason *et al.*, 1995). L'échantillon Tr36 (36.51 m) appartient à l'unité sous-jacente qui est constituée d'un diamicton massif. Cette unité a été attribuée à la période glaciaire du Weichsélien sur la base des assemblages de foraminifères benthiques (mélange de taxons arctiques, subarctiques avec

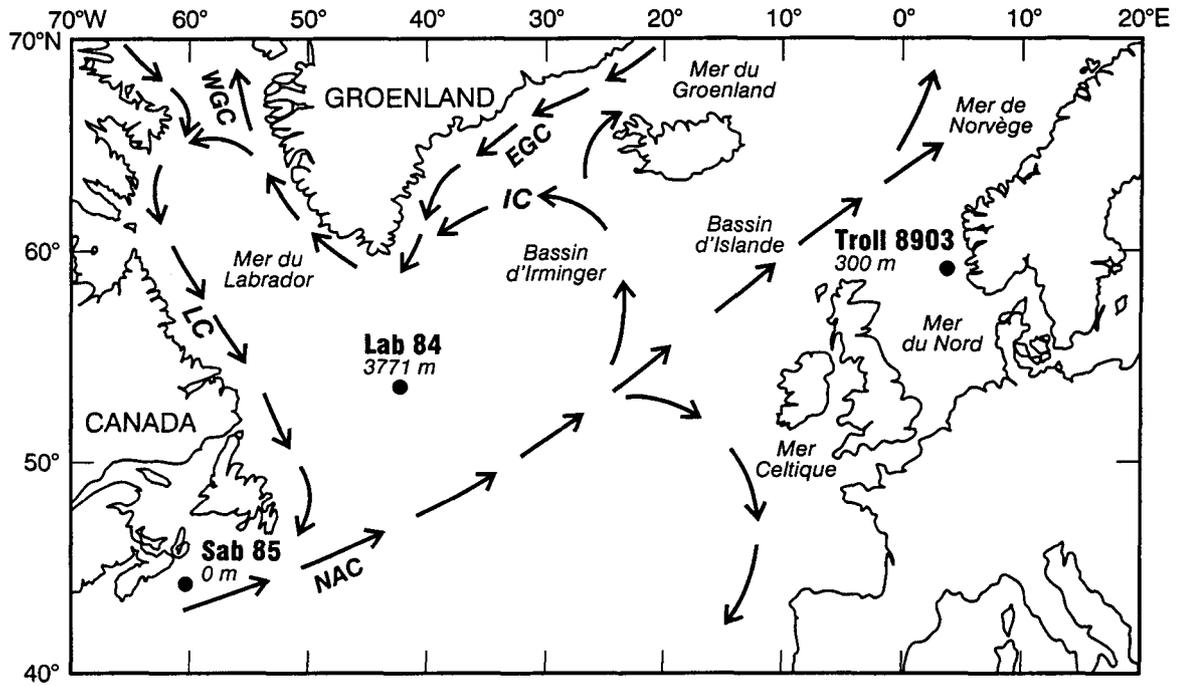


Figure 4.1: Situation géographique des carottes étudiées. Les échantillons Tr14 et Tr36 appartiennent au forage Troll 89-03 situé au centre du Chenal Norvégien. L'échantillon S82 provient du forage Sab-85 situé sur l'Île de Sable au large des côtes de la Nouvelle-Écosse. T10 est un échantillon de la carotte TWC 84030-001 située dans la Mer du Labrador. Les flèches représentent la circulation des masses d'eaux de surface (Schmitz et McCartney, 1993). **NAC** = North Atlantic Current; **LC** = Labrador Current; **WGC** = West Greenland Current; **IC** = Irminger Current.

des espèces préquaternaires remaniées) et sur des résultats d'acides-aminés (Sejrup *et al.*, 1989,Sejrup *et al.*, 1991).

L'échantillon S82 provient de la carotte SAB-85 (43°55'33 N, 59°56'31 W) forée au milieu de l'Ile de Sable au large des côtes est de la Nouvelle-Écosse (*cf.* figure 3.1; chapitre 3). L'échantillon se compose de sédiments glacio-marins où la microfaune benthique est très peu abondante (Scott *et al.*, 1989). Un âge  $^{14}\text{C}$  de 37 ka à 72 m de profondeur (Boyd *et al.*, 1988) constitue le seul repère chronologique. Cet âge placerait l'échantillon S82 au Wisconsinien moyen ou à une période encore plus ancienne. En effet, la méthode *slide* sur des aliquotes multiples a donnée un âge IRSL de  $64.7 \pm 3.7$  ka (*cf.* chapitre 3). L'échantillon T10 (10 cm) provient de la carotte océanique 84030-001 (Lat. 53°19'N; Long. 45°15'W; 3771 m de profondeur) forée dans le bassin profond de la Mer du Labrador (Scott *et al.*, 1989). Le sédiment est constitué d'argile marine très riche en foraminifères. L'échantillon est d'âge holocène d'après la stratigraphie isotopique et l'assemblage de foraminifères planctoniques où les espèces subarctiques sont dominantes (Scott *et al.*, 1989).

### 4.3 Méthodologie

#### 4.3.1 Préparation des échantillons et mesure du signal IRSL

Après avoir enlevé la surface externe de l'échantillon, ce dernier est mis dans un défloculant (oxalate de sodium) pour désagréger le sédiment. Après les attaques chimiques (*cf.* chapitre 1) et le rinçage à l'eau distillée, la fraction silteuse (4-11  $\mu\text{m}$ ) polyminéralique est obtenue par décantation. Cette fraction est séchée puis une partie aliquote d'environ 0.3 g est diluée dans 200 ml de méthanol. Des aliquotes de la solution ainsi préparées sont transposées dans une éprouvette à fond plat dans laquelle un disque

en aluminium d'un centimètre de diamètre est placé. Après évaporation du méthanol, entre 12 et 16 disques du même échantillon sont retenus pour les mesures IRSL par la méthode d'aliquote unique en régénération, SAR. Pour l'échantillon Tr36, 16 disques composés d'une mince couche de grains de feldspaths potassiques ont aussi été analysés. Les grains (125-250  $\mu\text{m}$ ) ont été séparés, après les attaques chimiques, des autres entités minéralogiques par liqueur dense ( $< 2.58 \text{ g/cm}^3$ ) selon la méthode de Mejdahl (1985). Les grains ont été attaqués par une solution diluée d'acide fluorhydrique (10%, 40 min), tamisés de nouveau avant d'être déposés sur des disques en aluminium préalablement enduits d'une couche d'adhésif.

Les mesures IRSL sont effectuées par un système automatisé Daybreak 1100 TL. La stimulation est générée par 30 diodes infrarouges (Ga Al As, Optek OP296B) dont le pic de transmission est de  $880 \pm 80 \text{ nm}$ . Le signal IRSL est détecté par un tube photomultiplicateur EMI 9635QA à la base duquel une combinaison de filtres optiques (Corning 7-59/Schott BG39) est placée. La lecture du signal IRSL se fait dans la bande d'émission située entre 350 et 450 nm (pic à 400 nm). L'irradiation gamma est délivrée par une source de  $^{60}\text{Co}$  (0.71 Gy/min au 30/04/2001).

#### **4.3.2 Méthode de l'aliquote unique en régénération (*Single Aliquot Regeneration: SAR*)**

Le protocole de mesure par la méthode SAR proposé dans cette étude est une version modifiée de celui proposé par Murray et Wintle (2000) pour le quartz, Wallinga *et al.*, (2000) pour les feldspaths ou encore Banerjee *et al.*, (2001) pour les grains fins polyminéraliques. Le protocole est résumé dans la figure 4.2 et ses différentes étapes peuvent être décrites comme suit: Après une préchauffe (60s à  $250^\circ\text{C}$ ), les aliquotes (12 ou 16) d'un même

<b>Protocole de mesure des SAR</b>
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 test dose fixe (10 Gy) 6- Chauffe rapide ( <i>cut heat</i> ). 10°C / sec jusqu'à 150°C 7- Mesure du signal IRSL de la test dose fixe ( $L_{Dt}$ )
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 test dose 16- Chauffe rapide ( <i>cut heat</i> ) 17- Mesure du signal IRSL de la test dose ( $L_{Dt}$ )
18- Reprendre les étapes 8 à 17 pour différentes doses de régénération incluant une dose zéro et une dose répétée
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 4.2: Protocole de mesure d'aliquote unique en régénération SAR adopté dans la présente étude.

échantillon sont stimulées par des diodes infra-rouges pendant 100s à 20°C. Le signal IRSL naturel ( $L_N$ ) est ainsi mesuré (étape 2). Les aliquotes sont ensuite exposées à une lampe halogène à tungstène munie d'un filtre (Kodak Wratten 87c,  $\lambda > 830$  nm) qui laisse passer les infra-rouges, puis leur signal résiduel est mesuré. Une dose d'irradiation gamma fixe (10 Gy) est ensuite appliquée et constitue la dose-test. Après une chauffe rapide (*cut heat*: 150°C à 10°C/s), le signal IRSL ( $L_{DT}$ ) induit par la dose-test est mesuré (étape 7). Les aliquotes sont placées sous une lampe solaire pendant environ 15 heures puis leur signal IRSL résiduel est mesuré. Une première dose de régénération est ensuite appliquée. Après préchauffe, le signal régénéré ( $L_D$ ) est mesuré (étape 12). Ce cycle de mesure est ensuite complété par les étapes 3 à 7 de la figure 4.2. Les étapes 8 à 17 sont ensuite répétées pour chacune des doses de régénération. Ces dernières sont choisies de manière à encadrer la naturelle et comprennent aussi une dose zéro et une dose répétée ou recyclée (étape 18). Le signal régénéré et corrigé par rapport aux changements de sensibilité ( $L_D/L_{DT}$ ) pour chaque dose de régénération permet de construire une courbe de croissance IRSL corrigée. L'interpolation du signal naturel corrigé ( $L_N/L_{DT}$ ) sur cette courbe de croissance permet d'estimer la dose équivalente (figure 4.3). Une des principales conditions requises dans l'utilisation de la SAR est le lessivage complet du signal entre chaque mesure IRSL (Lamothe *et al.*, en préparation). Généralement la valeur de la  $D_e$  est calculée à partir de l'intégration du signal sur les premières secondes de stimulation (~1 à 5 s) et le bruit de fond est défini par les dix dernières secondes de stimulation. Dans le cadre de ce travail, pour ne pas avoir un effet cumulatif du signal résiduel, les aliquotes sont placées, pendant une heure, sous une lampe halogène munie d'un filtre ne laissant passer que les longueurs d'ondes supérieures à 830 nm pour vider complètement les pièges IRSL. Le signal est mesuré avant d'appliquer la dose test. Ce signal est considéré comme bruit de fond pour la mesure IRSL suivante ( $L_{DT}$ , étape 7 et 17). A la fin de chaque cycle de régénération les aliquotes sont placées sous une lampe solaire pour une

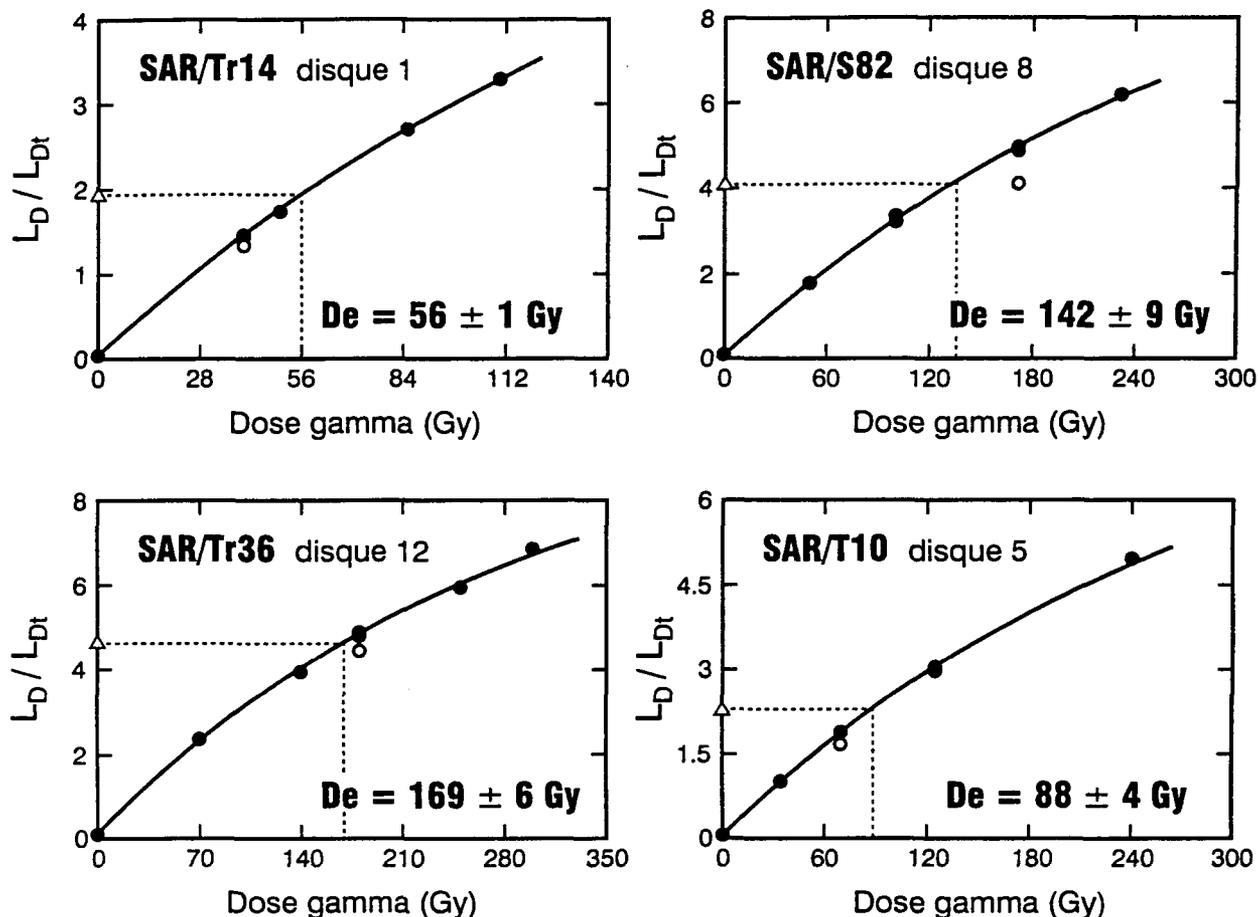


Figure 4.3: Exemple de courbes de croissance SAR obtenues sur la fraction fine polyminérale (4-11  $\mu\text{m}$ ) d'une aliquote de chaque échantillon. Chaque point de la courbe représente le rapport  $L_D/L_{Dt}$  de la luminescence induite par l'ajout d'une dose de régénération sur la luminescence générée par une dose test fixe (10 Gy). Les cercles creux représentent une dose de régénération recyclée et mesurée après un délai de 1000 heures de la fin de l'irradiation. Les doses recyclées pour les échantillons Tr14, Tr36, S82 et T10 sont respectivement 40, 180, 100 et 125 Gy. L'interpolation de l'aliquote naturelle  $L_N/L_{Dt}$  (triangle) sur la courbe régénérée donne la valeur de la dose équivalente. Celle-ci est une moyenne sur 16 disques pour Tr14 et 12 disques pour Tr36, S82 et T10.

durée d'environ 15 heures pour vider tous les pièges (étape 8). Là encore, le signal résiduel est mesuré avant le début du prochain cycle de régénération et sert de bruit de fond pour le signal IRSL régénéré suivant ( $L_D$ , étape 12). Comme la dose test est un moyen de suivre et de corriger les changements de sensibilité engendrés par les cycles répétitifs de régénération, l'ordre d'application de la dose de régénération n'a donc pas d'incidence sur la courbe de croissance corrigée. Cette idée est testée par le protocole en appliquant aux aliquotes des doses de régénération non ordonnées. Dans le cas des aliquotes de l'échantillon Tr14 par exemple, elles correspondent aux doses d'irradiation de 85, 110, 40, 50, 40 et 0 Gy. À la fin du protocole, la séquence de mesure est complétée par deux autres cycles de mesures pour documenter le phénomène de *fading* (étape 19).

#### 4.4 Résultats et discussion

##### 4.4.1 Correction relative aux changements de sensibilité

Le rapport  $R_{D'}/R_D$  du signal IRSL corrigé induit par une dose de régénération répétée ( $R_{D'} = L_{D'}/L_{DT}$ ) sur celui induit par la même dose de régénération effectué à un cycle de mesures antérieur ( $R_D = L_D/L_{DT}$ ) permet de vérifier la validité de la correction relative aux changements de sensibilité. Si la correction est bien effectuée alors ce rapport devrait être égal à 1. La figure 4.4 montre la valeur du rapport  $R_{D'}/R_D$  pour chaque aliquote ainsi que l'histogramme de probabilité pour chaque échantillon analysé. La valeur moyenne du rapport  $R_{D'}/R_D$  pour les échantillons Tr14 (16 disques), Tr36, S82 et TWC10 (12 disques) est de 1, 1.01, 0.94 et 0.95 respectivement. L'aliquote 11 de l'échantillon S82 n'appartient pas à la distribution et donne un rapport de 0.76. Pour une raison technique, la chauffe (*cut heat*) après la dose-test de cette aliquote n'aurait pas été effectuée correctement (figure 4.5). Ces

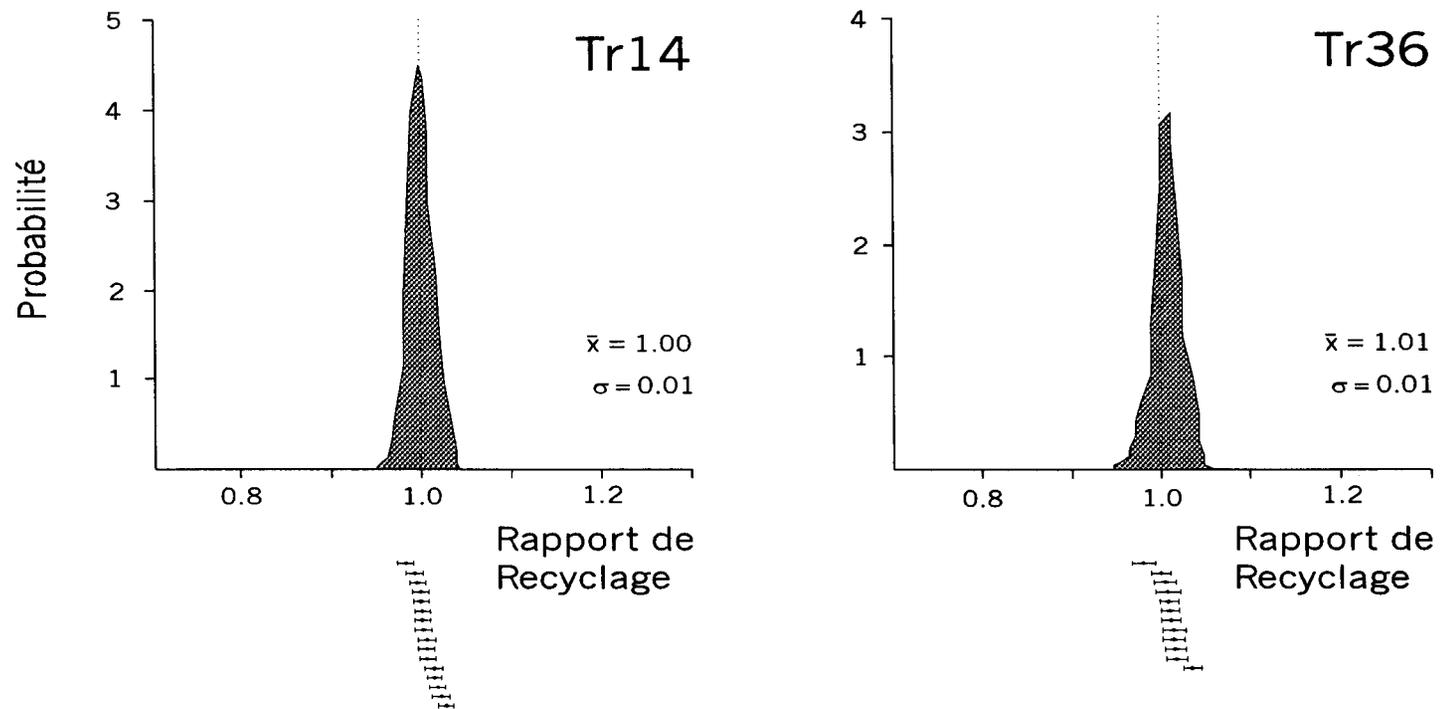


Figure 4.4: Histogramme de probabilité des doses de régénérations recyclées. Les valeurs indiquées sont les moyennes et les écarts types sur 12 ou 16 disques. En bas de l'axe des abscisses sont représentées les valeurs de la dose recyclée pour chaque aliquote. Pour l'échantillon S82, la moyenne des valeurs de la dose recyclée ne tient pas compte d'une aliquote (disque 11) dont la valeur du rapport est en dehors de la distribution.

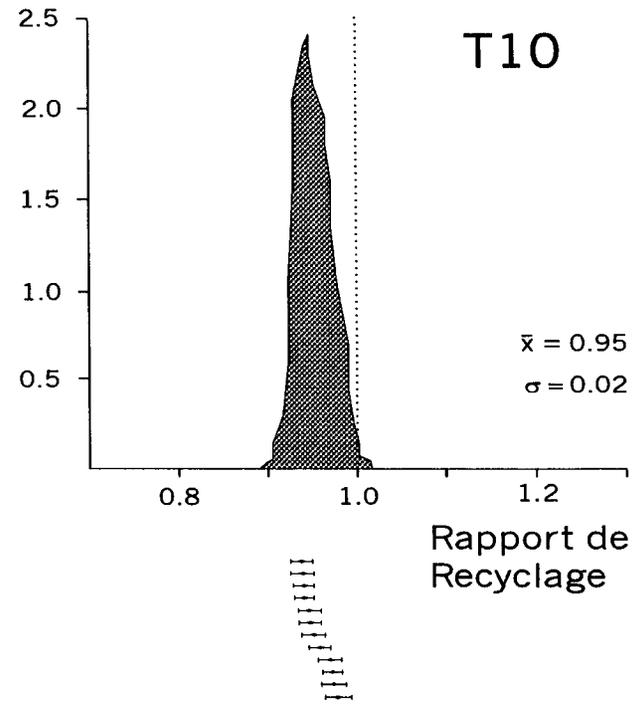
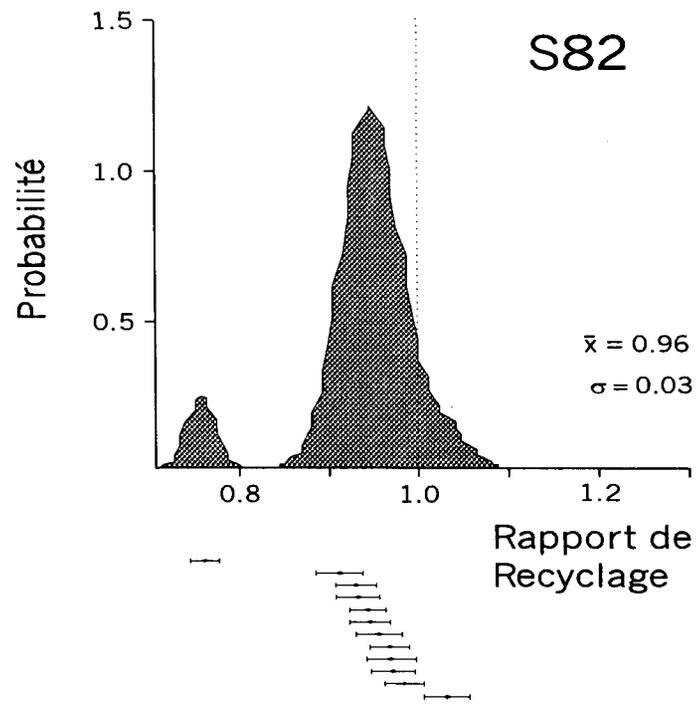


Figure 4.4: (Suite)

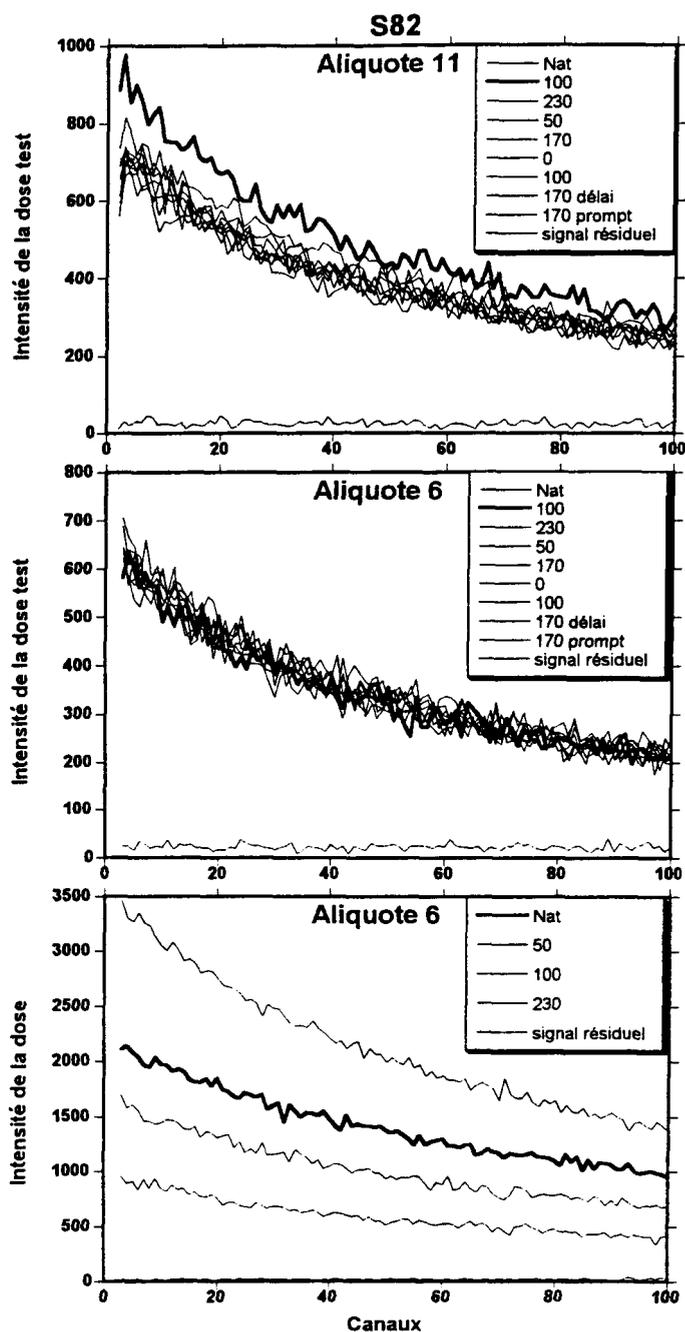


Figure 4.5: Comparaison des intensités du signal IRSL induit par la dose test pour chaque cycle de régénération des l'aliquote 11 et 6 de l'échantillon S82. Le signal de la dose test de l'aliquote 11 généré dans le cycle de régénération à 100 Gy montre une intensité plus élevée par rapport au signal de la même dose test (10 Gy) au niveau des autres cycles de régénération. Cette différence de comportement du signal est dûe probablement à un problème électronique et expliquerait le mauvais recyclage de la dose de régénération par cette aliquote. Le graphe du bas est un exemple de la décroissance du signal IRSL naturel et celui induit par différentes doses de régénération en fonction du temps de stimulation (100 s).

mesures démontrent que le protocole de la SAR adopté corrige bel et bien pour les changements de sensibilité qui s'effectuent entre les cycles répétitifs de régénération.

#### 4.4.2 Préchauffe

La raison de pratiquer la préchauffe est d'éliminer la contribution des pièges peu profonds et sensibles à la lumière qui sont remplis lors de l'irradiation. La préchauffe est pratiquée avant la mesure du signal naturel et avant celui induit par les doses de régénération. La technique d'évaluation de la  $D_e$  par le protocole de la SAR sur des grains fins a montré que la méthode est non sensible à la température de préchauffe (Roberts et Wintle, 2001; Banerjee *et al.*, 2001). Ces auteurs ont démontré en effet, que les doses équivalentes évaluées à différentes températures de préchauffe sont très concordantes. Dans le cas de cette étude, une préchauffe de 250°C pendant une durée d'une minute est appliquée avant la mesure du signal IRSL naturel et irradié. La préchauffe provoque cependant un transfert d'électrons de pièges insensibles à la lumière à température ambiante vers des pièges photosensibles (Ollerhead *et al.*, 1994; Huntley et Clague, 1996). Afin de documenter l'effet du transfert thermique dans le protocole utilisé, un autre cycle de régénération dont la dose d'irradiation est égale à zéro est appliqué (étape 18, figure 4.2). Après la préchauffe (60s à 250°C), le rapport du signal IRSL corrigé sur celui de la naturelle donne des valeurs inférieures à 2.5 % et supposerait un faible transfert thermique dans le cas des échantillons analysés.

#### 4.4.3 Instabilité du signal IRSL (*Fading*)

La fraction granulométrique fine (4-11  $\mu\text{m}$ ) utilisée pour les mesures IRSL par la méthode d'aliquote unique en régénération est composée d'un cortège minéralogique très

hétérogène. Cependant, la stimulation des disques par des diodes infrarouges permet de mesurer un signal IRSL provenant seulement des grains de feldspaths potassiques. Or, les feldspaths sont des minéraux qui sont affectés par le phénomène de *fading* (Wintle, 1973; Spooner, 1993). Pour ne pas sous-estimer la valeur de la  $D_e$  et donc l'âge réel du sédiment à dater, il est essentiel de vérifier si le signal IRSL mesuré est affecté par le *fading*. Par la méthode SAR, le pourcentage de *fading* peut être estimé en ajoutant un autre cycle de régénération (étape 19 de la figure 4.2). Après une irradiation gamma d'une dose de régénération (Tr14: 40 Gy; Tr36: 180 Gy; S82: 170 Gy et T10: 70 Gy) les disques sont entreposés pendant une durée d'environ 1000 heures à température ambiante. Après le délai de 1000 heures, les aliquotes sont préchauffées puis leur signal IRSL ( $L_{Dd}/L_{DT}$ ) est mesuré. Ce dernier est comparé avec le signal induit par la même dose de régénération ( $L_{Dp}/L_{DT}$ ) mesuré tout de suite après l'irradiation et la préchauffe (prompt). Le rapport  $[(L_{Dd}/L_{DT})/(L_{Dp}/L_{DT})]$  du signal corrigé IRSL "délai" sur celui "prompt" donne un pourcentage de *fading* de 7.12, 7.55, 15.27 et 11.13 % pour les échantillons Tr14, Tr36, S82 et T10 respectivement. Ce pourcentage est exprimé en taux de *fading* (% de *fading* par décade; Huntley et Lamothe, 2001) en considérant le temps écoulé entre les mesures promptes et en délai après la fin de l'irradiation (figure 4.3). Le facteur "g" défini par Aitken (1985) et Huntley et Lamothe (2001) comme la perte de luminescence par décade, s'établit à 2.4, 2.5, 5.1 et 3.7 % pour les échantillons Tr14, Tr36, S82 et T10 respectivement.

#### 4.4.4 Âges IRSL

Les doses annuelles, les doses équivalentes estimées à partir des méthodes d'aliquotes multiples (slide, chapitres 2 et 3) et de la SAR sont présentées dans le tableau 4.1. Les âges IRSL calculés et ceux corrigés par rapport au *fading* y sont aussi reportés.

Echantillons (4 - 11 $\mu\text{m}$ )	Da (Gy / ka)	De multiple-aliquot <i>slide</i> (Gy)	De SAR (Gy)	âge mesuré (SAR) (ka)	âge corrigé (ka)
Tr14	3.5 $\pm$ 0.2	53.8 $\pm$ 1.4	56.2 $\pm$ 0.9	16.0 $\pm$ 1.0	19.6 $\pm$ 1.2
			<i>47.7 <math>\pm</math> 1</i>	<i>13.6 <math>\pm</math> 0.9</i>	<i>16.6 <math>\pm</math> 1</i>
Tr36	3.7 $\pm$ 0.2	154.0 $\pm$ 3.0	168.6 $\pm$ 6.4	45.0 $\pm$ 2.8	56.8 $\pm$ 3.5
			<sup>a</sup> 319 $\pm$ 52	--	--
S 82	2.5 $\pm$ 0.1	174.0 $\pm$ 4.6	140.0 $\pm$ 6.7	55.0 $\pm$ 3.9	98.1 $\pm$ 6.9
T 10	2.1 $\pm$ 0.1	122.0 $\pm$ 5.9	88.2 $\pm$ 3.6	42.2 $\pm$ 2.6	60.7 $\pm$ 3.8

Les valeurs en italique représentent la dose équivalente corrigée par rapport au transfert thermique de l'aliquote naturelle et les âges mesuré et corrigé correspondant.

Les âges corrigés sont obtenus en appliquant le facteur de correction "g" (Huntley et Lamothe 2001). <sup>a</sup> est la valeur moyenne de la dose équivalente obtenue par la SAR sur des grains grossiers (125 – 250  $\mu\text{m}$ ) de feldspaths potassique de l'échantillon Tr36; la De varie de 228 à 424 Gy. Cette variabilité ne permet pas d'obtenir un âge IRSL significatif à partir de cette fraction granulométrique.

Tableau 4.1: Tableau récapitulatif des résultats obtenus.

La figure 4.6 montre les valeurs de la  $D_e$  pour chaque aliquote ainsi que la distribution en histogramme de probabilité pour chaque échantillon analysé. Cette figure montre une très grande reproductibilité des mesures et une grande précision sur la  $D_e$ . Cette distribution indique que les aliquotes mesurées sont constituées de grains fins polyminéraliques très homogènes. Les âges IRSL obtenus par les méthodes d'aliquotes multiples et la SAR concordent assez bien et coïncident "remarquablement" bien avec l'âge  $^{14}\text{C}$  dans le cas de l'échantillon Tr14. Cette concordance entre les âges pourrait supposer que cet échantillon est bien remis à zéro. Cependant, le test de *fading* effectué par le protocole montre que le signal IRSL baisse de 7.12 % sur une période de 1000 heures. En utilisant la correction de *fading* proposé par Huntley et Lamothe (2001), on obtient un âge IRSL corrigé ( $19.6 \pm 1.2$  ka) légèrement surestimé (18 %) comparativement à l'âge  $^{14}\text{C}$ . Afin de documenter la légère discordance entre l'âge IRSL et l'âge  $^{14}\text{C}$ , nous avons effectué un test de transfert thermique sur des aliquotes naturelles. Les disques ont été placés sous une lampe solaire pendant une durée de 12 heures pour lessiver le signal naturel. Les disques ont été ensuite préchauffés à  $250^\circ\text{C}/60\text{s}$  puis leur signal mesuré selon le protocole de la SAR. Le signal naturel corrigé ainsi obtenu montre qu'environ 10 % du signal naturel est généré par le transfert thermique. L'interpolation du signal des aliquotes naturelles corrigé sur la courbe de croissance régénérée donne une valeur moyenne (12 aliquotes) de la dose équivalente de  $47.7 \pm 1$  Gy et un âge de  $13.63 \pm 0.87$  ka. La correction de l'âge par rapport au *fading* selon la méthode de Huntley et Lamothe (2001) donne un âge de 16.62 ka en accord avec l'âge  $^{14}\text{C}$ .

Pour l'échantillon Tr36, deux fractions granulométriques (grains fins polyminéraliques de 4-11  $\mu\text{m}$  et grains grossiers de feldspath potassique de 125 -250  $\mu\text{m}$ ) ont servi à déterminer l'âge IRSL. Les doses équivalentes calculées à partir de la fraction fine montrent que le sédiment est homogène. Cependant, les aliquotes constituées de grains grossiers de

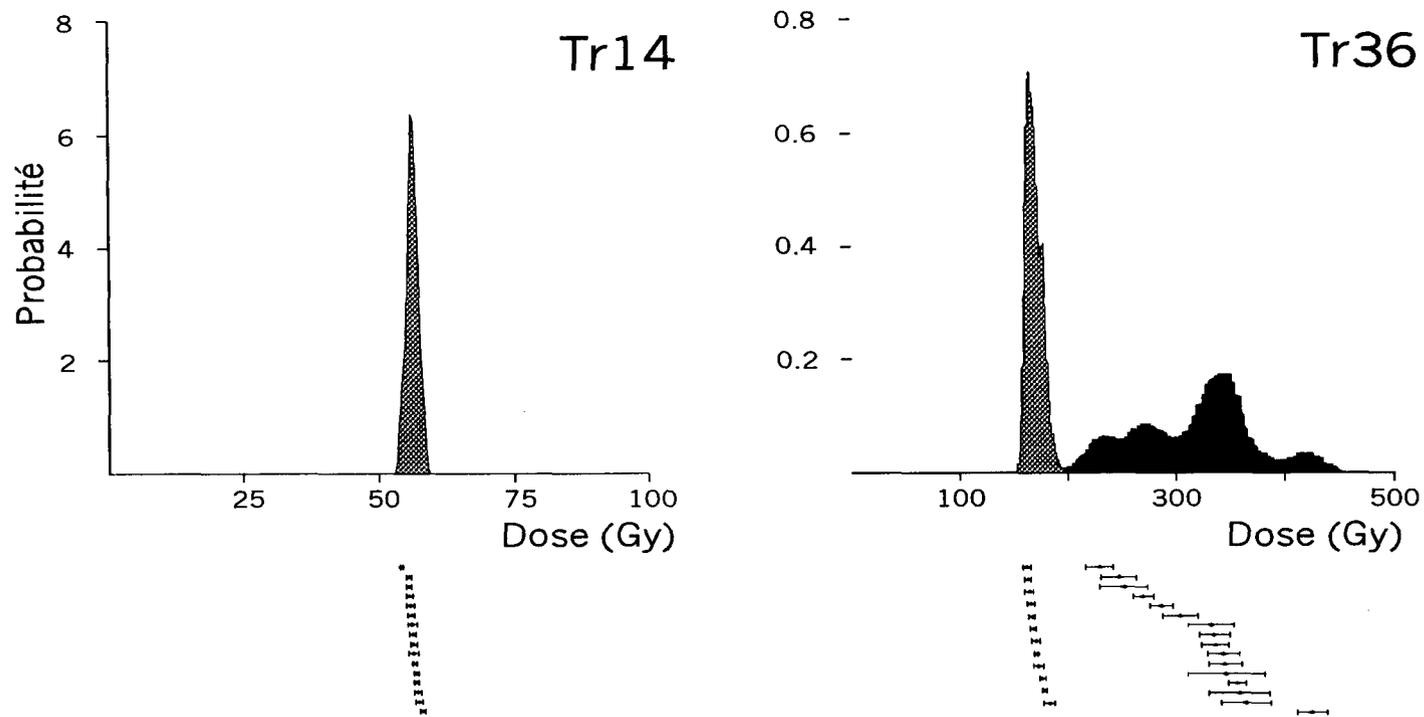


Figure 4.6: Histogramme de probabilité des doses équivalentes obtenues par la méthode SAR sur des aliquotes de grains fins de 4 à 11  $\mu\text{m}$  (Tr14, Tr36, S82 et T10) et de grains grossiers de 125 à 250  $\mu\text{m}$  (Tr36, trame noire). En bas de l'axe des abscisses sont représentées les valeurs des doses équivalentes pour chaque aliquote analysée.

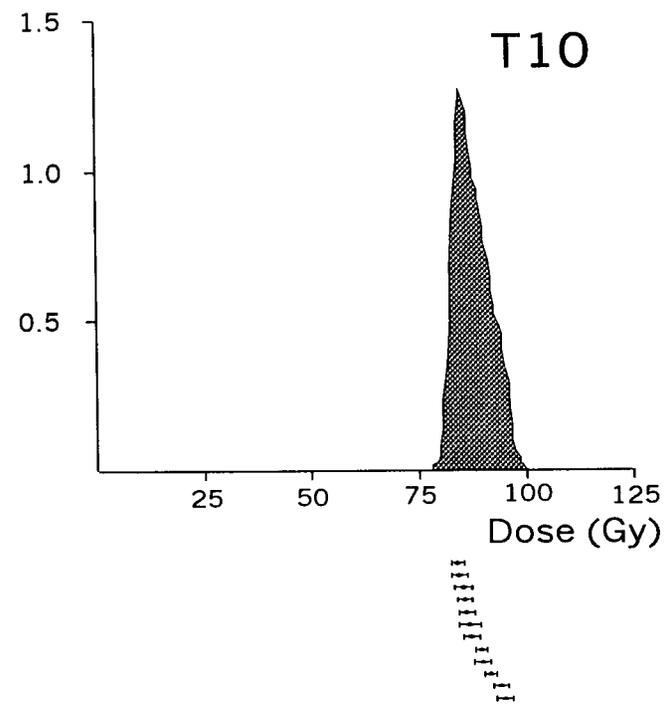
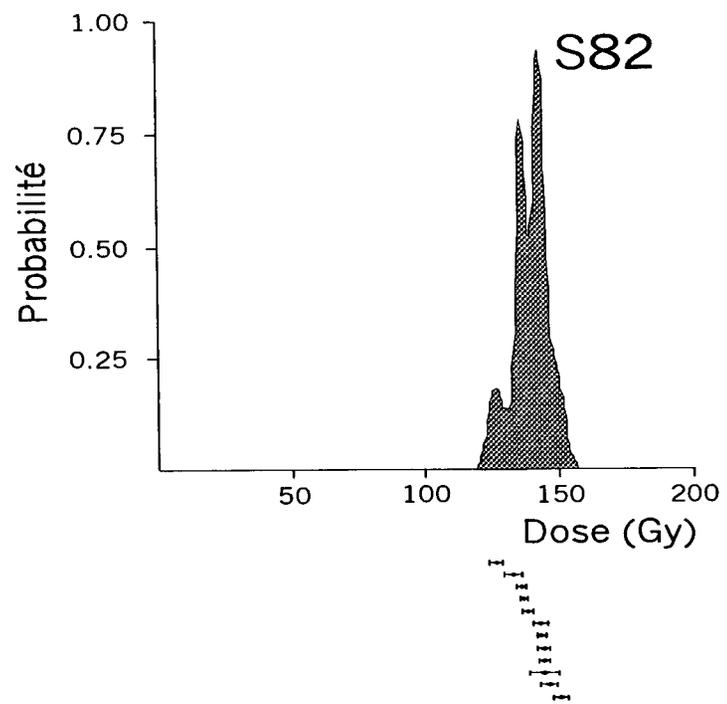


Figure 4.6: (suite)

feldspaths potassiques montrent que le signal naturel est très variable d'une aliquote à l'autre. Cette variabilité dans le signal naturel serait le résultat de la présence de grains dont le signal IRSL contient une fraction héritée non remise à zéro. Cet échantillon provient d'une unité composée de sédiments diamictiques dont l'âge présumé est le Weichsélien. L'âge IRSL mesuré par la SAR est de  $45 \pm 2.8$  ka. Cet âge concorde très bien avec l'âge IRSL de  $41.1 \pm 2.2$  ka obtenu par la méthode des aliquotes multiples (méthode *slide*; cf. chapitre 2). Le test de *fading* montre que le signal IRSL est instable et qu'il baisse de 7.55 % sur une période de 1000 heures. Le taux de *fading*, défini par la perte du signal luminescent par unité de temps (décade), est de 2.5 %. En utilisant le facteur de correction "g" (Huntley et Lamothe 2001), l'âge corrigé serait de  $56 \pm 3.5$  ka et placerait cet échantillon au stade isotopique 3. L'échantillon S82 montre une distribution relativement homogène des doses équivalentes dont la moyenne est de  $140 \pm 6.7$  Gy (n=12). Les âges IRSL apparents obtenus par les méthodes *slide* ( $64.7 \pm 3.7$  ka) et SAR ( $55 \pm 3.9$  ka) placeraient l'échantillon S82 au stade isotopique 3. Cependant, cet échantillon montre du *fading* dont le pourcentage est encore plus élevé que les échantillons précédents de 15.27 % sur une période de 1000 heures (5.1 % par décade). L'âge corrigé par rapport au *fading*, en utilisant le facteur "g" (Huntley et Lamothe 2001) donne un âge de  $98.1 \pm 6.9$  ka et placerait cet échantillon au dernier stade interglaciaire (stade isotopique 5).

Le dernier échantillon analysé T10 est un sédiment composé d'argile marine très riche en microfaunes planctoniques et benthiques. Il date de l'Holocène inférieur d'après la stratigraphie isotopique (Scott *et al.*, 1989). Les  $D_e$  estimées à partir d'aliquotes de grains fins donnent une moyenne de  $88.2 \pm 3.6$  Gy. L'âge mesuré est de  $42.2 \pm 2.6$  ka et l'âge corrigé par rapport au *fading* (11.13 % sur 1000 heures) est de  $60.7 \pm 3.8$  ka. Ces âges sont largement surestimés par rapport à l'âge présumé et montrent que le signal IRSL n'a pas été remis à zéro au moment du dépôt et de l'enfouissement du sédiment.

#### 4.5 Conclusion

Dans cette étude, la méthode d'aliquote unique en régénération (SAR) est appliquée à des aliquotes composées de grains fins polyminéraliques (Tr14, Tr36, S82 et T10) et de grains grossiers de feldspaths potassiques (Tr36). La méthode a montré que le signal IRSL issu de la dose-test corrige efficacement les changements de sensibilité induits par les cycles répétés de régénérations. L'exposition prolongée des aliquotes à une lampe solaire semble lessiver complètement le signal IRSL, condition essentielle pour l'application de la méthode SAR. Le transfert thermique contribue de façon significative au signal naturel et doit être pris en considération dans la méthode SAR en intégrant un test de transfert thermique sur l'aliquote naturelle. Sur une période de 1000 heures, les échantillons analysés montrent une baisse anormale du signal IRSL due au phénomène de *fading*. Le taux de *fading* par unité de temps (% de *fading* par décade) est de l'ordre de 2.5 à 5%. Les âges IRSL corrigés par rapport au *fading* suivant la méthode de Huntley et Lamothe (2001) montrent que cette technique peut être appliquée à des échantillons relativement anciens dont l'aliquote naturelle appartient à la portion linéaire de la courbe de croissance.

L'application de la méthode SAR à des sédiments océaniques a généré des  $D_e$  de l'ordre de centaines de grays avec une très grande précision analytique. Cette méthode ne constitue cependant pas une technique discriminatoire capable de rendre compte de l'efficacité de la remise à zéro du sédiment, du moins dans le cas des grains fins polyminéraliques. La bonne reproductibilité de la  $D_e$  entre chaque aliquote rend compte de l'homogénéité du sédiment mais pas nécessairement de sa remise à zéro.

## CONCLUSION GÉNÉRALE

Le travail effectué dans le cadre de cette thèse constitue une première application des méthodes de datation par luminescence optique aux sédiments océaniques quaternaires. Certes, la stratigraphie isotopique et la méthode de datation au radiocarbone par AMS constituent des outils chronologiques indubitables dans l'établissement de cadre chronologique des séquences océaniques. Cependant, ce sont des méthodes de datation indirectes car elles se basent sur la présence de fossiles (tests carbonatés de foraminifères planctoniques ou benthiques) contenus dans le sédiment. Or la présence de telles microfaunes peut être limitée sous certaines conditions climatiques et océanographiques. D'autre part, la barrière d'âge atteinte par la méthode de  $^{14}\text{C}$  (35-40 ka) rend inaccessible la datation de sédiments dont l'âge est antérieur à cette limite.

Afin de contribuer à l'étude chronologique des dépôts océaniques pléistocènes, nous avons testé une méthode de datation alternative dont la portée chronologique s'étend de quelques dizaines d'années à plusieurs centaines de milliers d'années. Il s'agit de la méthode de datation par luminescence optique qui se base sur les caractéristiques physiques des minéraux qui composent le sédiment. Appliquée aux grains minéraux (quartz et feldspath), elle mesure directement l'âge du dépôt ou le temps écoulé depuis la mise en place du sédiment. Afin de documenter cette approche méthodologique, notre étude s'est focalisée sur des sédiments pléistocènes obtenus par trois carottes (Troll 91/8903; SAB-85 et PC/TWC 84030-001) forées dans les hautes latitudes de l'Atlantique Nord. De par leur position

géographique, ces séquences sédimentaires offrent de précieuses informations sur les changements paléoclimatiques et sur l'histoire géochronologique des glaciations quaternaires.

La petite quantité de matériel qui nous a été allouée (< 8 cc) au début du projet et la très petite fraction qui en résultait après les traitements chimiques nous ont contraint à utiliser essentiellement la fraction fine polyminérale (4 - 11  $\mu\text{m}$ ) dans ce programme de datation par luminescence optique. Cependant, des grains de feldspaths potassiques (125 - 250  $\mu\text{m}$ ) ont pu être isolés et ont servi à appliquer la méthode des grains individuels élaborée dans les laboratoires LUX de l'Université du Québec à Montréal. Pour l'évaluation de la dose équivalente, nous avons exploité les méthodes classiques (méthodes des aliquotes multiples: techniques des doses additives et de la *slide*) et expérimenté les nouvelles techniques méthodologiques (méthodes des aliquotes uniques: grains individuels et SAR) qui sont d'ailleurs en pleine évolution. L'interprétation et la confrontation des résultats issus de ces différentes méthodes nous ont permis de tirer des conclusions sur les potentialités et les limites de la méthode de datation par luminescence optique en milieu aquatique.

Du point de vue chronologique, les âges apparents IRSL obtenus pour la majorité des échantillons analysés sont concordants avec les âges  $^{14}\text{C}$  et s'insèrent relativement bien dans le cadre chronostratigraphique de chaque région. Cette concordance constitue en soi, un résultat prometteur quant à l'applicabilité de la méthode en milieu océanique. Du point de vue méthodologique, il apparaît que la fraction fine polyminérale est la plus appropriée dans ce type d'environnement. Cette fraction reste plus longtemps en suspension et son signal IRSL serait par conséquent relativement bien remis à zéro. Cette remise à zéro est traduite par la bonne reproductibilité des mesures IRSL aussi bien par la méthode des aliquotes multiples que par la méthode des aliquotes uniques. Le test de plateau (De vs temps de stimulation) corroborerait cette constatation. Cependant, des échantillons diamictiques non remis à zéro ont aussi passé le test du plateau. La présence du plateau ne peut pas constituer, par

conséquent, un test déterminant pour s'assurer de la remise à zéro du signal luminescent. Il s'agit d'un critère nécessaire mais non suffisant dont l'utilisation reste limitée pour documenter l'efficacité de la remise à zéro du sédiment.

Les échantillons analysés montrent une perte anormale du signal IRSL avec le temps (*fading*). Le *fading* a été documenté par l'analyse des grains individuels et par la méthode d'aliquote unique en régénération (SAR). Les âges IRSL apparents ont été corrigés en utilisant d'une part la méthode *fadia* développée dans les laboratoires LUX (UQAM) et d'autre part le facteur de correction "g". Dans certains cas, les deux phénomènes mentionnés (mauvaise remise à zéro et *fading*) peuvent coexister et leur effet peut être contre-balançé (Troll 92/8903, Tr14). L'application d'une version modifiée de la "SAR" montre que le protocole utilisé offre une très grande précision analytique et permet d'obtenir des informations sur l'homogénéité du sédiment, sa remise à zéro et probablement son mode de dépôt. Cependant, dans le cas des grains fins, il semblerait que la SAR ne peut rendre compte de l'efficacité de la remise à zéro du sédiment. Dans le cas des grains grossiers, la discrimination entre les aliquotes bien ou mal remises à zéro peut être obtenue aussi bien par la méthode des grains individuels (rapport  $R_I$ ) que par la méthode SAR.

Pour compléter ce travail, il serait intéressant d'utiliser le quartz comme chronomètre afin de comparer les âges obtenus par le biais de ce minéral avec ceux obtenus en analysant les grains de feldspaths potassiques. Le quartz est aussi fréquent que les feldspaths dans les environnements naturels et a l'avantage d'avoir un signal luminescent qui se lessive très rapidement. De plus, ce signal est stable au cours du temps car le quartz ne souffre pas du phénomène de *fading*. D'autre part, il serait intéressant de jumeler différentes méthodes afin de se départir des deux obstacles majeurs à l'application universelle de la méthode de luminescence optique, à savoir la remise à zéro et le *fading*. On peut penser par exemple aux méthodes de grains individuels et de la SAR. La première a l'avantage d'isoler les grains bien

remis à zéro à partir d'une population de grains hétérogène et aussi, de corriger pour le fading (*fadia*). La deuxième a l'avantage de corriger pour les changements de sensibilité et de réduire considérablement les marges d'erreur sur les doses équivalentes. Comme il s'agit d'un environnement aquatique où la remise à zéro n'est pas totale, il serait intéressant d'exploiter la méthode de lessivage partiel. Il faudrait avoir une plus grande quantité de sédiment pour pouvoir mener à bien tous les tests requis d'une part et pour pouvoir analyser différentes fractions granulométriques d'autre part. Il faudrait aussi, mieux estimer la teneur en eau en tenant compte du phénomène de compaction du sédiment. Enfin, il faudrait investir dans les nouveaux appareillages dans le but d'améliorer la précision des analyses tout en réduisant le temps de mesure.

## 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. 1998. *An introduction to optical dating*. Oxford University Press, Oxford, U.K., 267p.
- Aitken, M.J., Tite, M.S. and Reid, J. 1964. Thermoluminescent dating of ancient ceramics. *Nature*, **202**: 1032-1033
- Alam, M. et Piper, D.J.W. 1977. Pre-Wisconsin, stratigraphy and paleoclimates off Atlantic Canada, and its bearing on glaciation in Québec. *Géographie Physique et Quaternaire*, **31**: 15-22.
- Andersen, E.S., Østmo, S.R., Forsberg, C.F. et Lehman, S.J. 1995. Late- and post-glacial depositional environments in the Norwegian Trench, northern North Sea. *Boreas*, **24**: 47-64.
- Anderson, R.F., Bacon, M.P. et Brewer, P.G. 1983. Removal of  $^{230}\text{Th}$  and  $^{231}\text{Pa}$  from the open ocean. *Earth and Planetary Science Letters*, **62**: 7-23.
- Balescu, S. and Lamothe, M. 1994. Comparaison of TL and IRSL age estimates of feldspar coarse grains from waterlain sediments. *Quaternary Science Reviews*, **13**: 437-444
- Balescu, S., Lamothe, M., Auclair, M. and Shilts, W.W. 2001. IRSL dating of Middle Pleistocene interglacial sediments from southern Quebec (Canada) using multiple and single grain aliquots. *Quaternary Science Reviews*, **20**: 821-824
- Banerjee, D., Murray, A.S., Bøtter-Jensen, L. et Lang, A. 2001. Equivalent dose estimation using a single aliquot of polymineral fine grains. *Radiation Measurements*, **33**: 73-94.
- Berger, G.W. 1992. Dating of volcanic ash by use of therluminescence. *Geology*, **20**: 11-14.
- Boyd, R., Scott, D.B. et Douma, M. 1988. Glacial tunnel valleys and quaternary history of the outer Scotian shelf. *Nature*, **333**: 61-64.

- Broecker, W.S., Bond, G., et Klas, M. 1990. A salt oscillator in the Atlantic? 1. The concept. *Paleoceanography*, **5**: 469-477.
- Broecker, W.S., et Denton, G.H. 1989. The role of ocean-atmosphere reorganizations in glacial cycles. *Geochimica and Cosmochimica Acta*, **53**: 2465-2501.
- Chawla, S., Dhir R. P. and Singhvi, A. K. 1992. Thermoluminescence chronology of sands profiles in the Thar desert and their implications. *Quaternary Science Reviews*, **11**: 25-32.
- Cochran, J.K. et Osmond, J.K. 1974. Gamma spectrometry of deep-sea cores and sediment accumulation rates. *Deep-Sea Research*, **21**: 721-737.
- Cochran, J.K. et Osmond, J.K. 1976. Sedimentation patterns and accumulation rates in the Tasman basin. *Deep-Sea Research*, **23**: 193-210.
- Daniels, F., Boyd, C.A. and Saunder, D.F. 1953. Thermoluminescence as a research tool. *Science*, **117**: 343.
- Duller, G.A.T. 1991. Equivalent dose determination using single aliquots. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, **18**: 371-378.
- Duller, G.A.T. 1994. Luminescence dating of sediments using single aliquots - new procedures. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **13**: 149-156.
- Duller, G.A.T., Wintle, A.G. et Hall, A.M. 1995. Luminescence dating and its application to key pre-late Devensian sites in Scotland. *Quaternary Science Reviews*, **14**: 495-519.
- Duplessy, J.-C., Arnold, M., Maurice, P. Bard, E., Duprat, J. and Moyes, J. 1986. Direct dating of the oxygen-isotope record of the last deglaciation by  $^{14}\text{C}$  accelerator mass spectrometry. *Nature*, **320**: 350-352.
- Fleming, S.J. 1966. Study of thermoluminescence of crystalline extracts from pottery. *Archaeometry*, **9**: 170-173.
- Fleming, S.J. 1979. Thermoluminescence techniques in archaeology. Clarendon Press, Oxford. 227p.
- Forman, S.L. et Ennis, G. 1992. Limitations of thermoluminescence to date waterlain sediments from glaciated fiord environments of western Spitsbergen, Svalbard. *Quaternary Science Reviews*, **11**: 61-70.
- Galloway, R.B. 1996. Equivalent dose determination using only one sample: alternative analysis of data obtained from infrared stimulated of feldspars. *Radiation Measurements*, **26**: 103-106.

- Gemmell, A.M.D. 1988. Zeroing of the TL in sediment undergoing glaciofluvial transport. An example from Austerdalen, western Norway. *Quaternary Science Reviews*, 7: 339-345.
- Gemmell, A.M.D. 1994. Thermoluminescence in suspended sediment of glacier meltwater streams. *Journal of Glaciology*, 40: 158-166.
- Gemmell, A.M.D. 1998. Fluctuations in the thermoluminescence signal of suspended sediment in an alpine glacial meltwater stream. *Quaternary Science Reviews*, 16: 281-290.
- Godfrey-Smith, D.I. 1991. Optical dating studies of sediment extracts. Unpublished Ph.D. thesis. Simon Fraser University. British Columbia. 255p.
- Godfrey-Smith, D.I., Huntley, D.J. and Chen, W.-H. 1988. Optical dating studies of quartz and feldspar sediment extracts. *Quaternary Science Reviews*, 7: 373-380.
- Hafliðason, H., Sejrup, H.P., Kristensen, D.K. et Johnsen, S. 1995. Coupled response of the late glacial climatic shifts of northwest Europe reflected in Greenland ice cores: Evidence from the northern North Sea. *Geology*, 23: 1059-1062.
- Huntley, D.J. and Clague, J.J. 1996. Optical dating of tsunami-laid sands. *Quaternary Research*, 46: 127-140.
- Huntley, D.J., Godfrey-Smith, D.I. et Thewalt, M.L.W. 1985. Optical dating of sediments. *Nature*, 313: 105-107.
- Huntley, D.J., Hutton, J.T. et Prescott, J.R. 1993. The stranded beach-dune sequence of south-east Australia: a test of thermoluminescence dating, 0-800 ka. *Quaternary Science Reviews*, 12: 1-20.
- 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., Nissen, M.K., Thomson, J. et Calvert, S.E. 1986. An improved alpha scintillation counting method for determination of Th, U, Ra-226, Th-230 excess and Pa-231 excess in marine sediments. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 23: 959-966.
- Huntley, D.J. and 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. and Tchonka J. 1988. Optical dating: K-feldspars optical response stimulation spectra. *Quaternary Science Reviews*, 7:381-385.
- Ivanovitch, M., et Harmon, R.S. (1982) Uranium series disequilibrium; applications to environmental problems. Clarendon Press, Oxford, 602 p.
- Jacques-McClelland Geosciences, Inc. 1985. 1985 Sable borehole project, report n. G042: report to the centre for marine geology and Atlantic Geoscience Centre, 32 p.
- James, N.P. et Stanley, D.J. 1968. Sable Island Bank off Nova Scotia: sediment dispersal and recent history. *American Association of Petroleum Geologists Bulletin*, 52: 2208-2230.
- Jennings, A.E. et Forman, S.L. 1992. Thermoluminescence properties of a deglacial marine sequence from Cumberland South, Arctic Canada: Sedimentologic and geochronologic implications. *Marine Geology*, 103: 111-123.
- Jensen, H.E. et Prescott, J.R. 1983. The thick-source alpha particle counting technique: comparison with other techniques and solutions to the problem of overcounting. *PACT*, 9: 25-35.
- King, L.H. 1996. Late Wisconsinan ice retreat from the Scotian Shelf. *Geological society of America Bulletin*, 108: 1056-1067.
- King, L.H. et Fader, G.B. 1986. Wisconsinan glaciation of the Atlantic continental shelf off southeast Canada. *Geological survey of Canada Bulletin*, 363: 76.
- Ku, T.-L., Broecker, W.S. et Opdyke, N. 1968. Comparison of sedimentation rates measured by paleomagnetic and ionium methods of age determination. *Earth and Planetary Science Letters*, 4: 1-16.
- 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. and Auclair, M. 1997. Assessing the datability of young sediments by IRSL using an intrinsic laboratory protocol. *Radiation Measurements*, 27: 107-117
- Lamothe, M. et Auclair, M. 1999. A solution to 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.
- Lamothe, M., Balescu, S. et Auclair, M. 1994. Naturel IRSL intensities and apparent luminescent ages of single feldspar grains extracted from partially bleached sediments. *Radiation Measurements*, 23: 555-561.
- Lang, A., Lindauer, S., Kuhn, R. et Wagner, G.A. 1996. Procedures used for optically and infrared stimulated luminescence dating of sediments in Heidelberg. *Ancient TL*, 14: 7-12.
- Lehman, S.J., Jones, G.A., Keigwin, L.D., Andersen, E.S., Butenko, G. et Ostmo, S.R. 1991. Initiation of Fennoscandian ice-sheet retreat during the last deglaciation. *Nature*, 349: 513-516.
- Lehman, S.J. et Keigwin, L.D. 1992. Sudden changes in north Atlantic circulation during the last deglaciation. *Nature*, 356: 757-762.
- Li, S.-H. 1991 Removal of the thermally unstable signal in optical dating of K-feldspar. *Ancient TL*, 9: 26-29
- Li, S.-H. 1994. Optical dating: insufficiently bleached sediments. *Radiation Measurements*, 23: 563-567.
- 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.
- Mejdahl, V. 1985. Thermoluminescence dating based on feldspar. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 10: 133-136.
- Mix, A.C. 1989. Influence of productivity variations on long-term atmospheric CO<sub>2</sub>. *Nature*, 337: 541-544.
- Mosher, D.C., Piper, D.J.W., Vilks, G.V., Aksu, A.E. et Fader, G.B. 1989. Evidence for Wisconsinan glaciations in the Verrill Canyon area, Scotian Slope. *Quaternary Research*, 31: 27-40.
- Murray, A.S. et Mejdahl, V. 1999. Comparison of regenerative-dose single-aliquot and multiple-aliquot (SARA) protocols using heated quartz from archaeological sites. *Quaternary geochronology (Quaternary Science Reviews)*, 18; 223-229

- Murray, A.S. et Roberts, R.G. 1997. Determining the burial time of single grains of quartz using optically stimulated luminescence. *Earth and Planetary Science Letters*, **152**: 163-180
- Murray, A.S. et Roberts, R.G. 1998. Measurement of the equivalent dose in quartz using a regenerative-dose single-aliquot protocol. *Radiation Measurements*, **29**: 503-515
- 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.
- Nordberg, K. 1991. Oceanography in the Kattegat and Skagerrak over the past 8000 years. *Paleoceanography*, **6**: 461-484.
- Ollerhead, J., Huntley, D.J. et Berger, G.W. 1994. Luminescence dating of sediments from Buctouche Spit, New Brunswick. *Canadian Journal of Earth Sciences*, **31**: 523-531.
- Olley, J.M., Caitcheon, G.G. et Roberts, R.G. 1999. The origin of dose distributions in fluvial sediments, and the prospect of dating single grains from fluvial deposits using optically stimulated luminescence. *Radiation Measurements*, **30**: 207-217
- Perkins, N.K. et Rhodes, E.J. 1994. Optical dating of fluvial sediments from Tattershall, U.K. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, **13**: 517-520.
- Piper, D.J.W., Mudie, P.J., Fader, G.B., Josenhans, H.W., MacLean, B. et Vikls, G. 1990. Quaternary Geology. *In* *Geology of the continental margin off Eastern Canada*. Edited by M.J. Keen and G.L. Williams, Geological Survey of Canada, Geology of Canada, No. 2
- Prescott, J.R. 1983. Thermoluminescence dating of sand dunes at Roonka, South Australia: *PACT Journal*, **9**: 505-512.
- Prescott, J.R., Huntley, D.J. and Hutton, J.T. 1993. Estimation of equivalent dose in thermoluminescence dating - the Australian slide method. *Ancient TL*, **11**: 1-5
- Prescott, J.R. et Jensen, H.E. 1980. Low-level thorium and uranium determination for thermoluminescent dating. *Atomic Energy in Australia*, **23**: 26-32.
- Roberts, R.G., Galbraith, R.F., Olley, J.M., Yoshida, H. et Laslett G.M. 1999 Optical dating of single and multiple grains of quartz from Jinmium rock shelter (northern Australia): Part II, Results and implications. *Archaeometry*, **41**: 365-395.
- Roberts, H.M. et Wintle, A.G. 2001. Equivalent dose determinations for polymineralic fine-grains using the SAR protocol: application to a Holocene sequence of the Chinese Loess Plateau. *Quaternary Science Reviews*, **20**: 859-863.

- Rochon, A., de Vernal, A., Sejrup, H.P. et Hafliðason, H. 1996. Palynological evidence of climatic and oceanographic changes in the North Sea during the last deglaciation. *Quaternary Research*, **49**: 197-207.
- Schmitz Jr, W.J. et McCartney, M.S. 1993. On the North Atlantic circulation. *Reviews of Geophysics*, **31**: 29-49.
- Scott, D.B., Mudie, P.J., de Vernal, A., Hillaire-Marcel, C., Baki, V., MacKinnon, K.D., Medioli, F.S. et Mayer, L. 1989. Lithostratigraphy, Biostratigraphy and stable isotope stratigraphy of cores from ODP Leg 105 Site Surveys, Labrador Sea and Baffin Bay. *Proceeding of the Ocean Drilling Program*, **105B**: 561-582.
- Sejrup, H.P., Aarseth, I., Ellingsen, K.L., Reither, E., Jansen, E., Løvlie, R., Bent, A., Brigham-Grette, J., Larsen, E. et Stoker, M. 1987. Quaternary stratigraphy of the Fladen area, central North Sea: a multidisciplinary study. *Journal of Quaternary Science*, **2**: 35-58.
- Sejrup, H. P., Aarseth, I. et Hafliðason, H. 1991. The quaternary succession in the northern North Sea. *Marine Geology*, **101**: 103-111.
- Sejrup, H.P., Hafliðason, H., Aarseth, I., King, E., Forsberg, C.F., Long, D. et Rokoengen, K. 1994. Late Weichselian glaciation history of the northern North Sea. *Boreas*, **23**: 1-13.
- Sejrup, H.P., Nagy, J. et Brigham-Grette, J. 1989. Foraminiferal stratigraphy and amino acid geochronology of interglacial and glacial sediments in the Norwegian Channel, northern North Sea. *Norsk Geologisk Tidsskrift*, **69**: 111-124.
- Singhvi, A.K., Sharma, Y.P. and Agrawal, D.P. 1982. Thermoluminescence dating of sand dunes in Rajasthan, India. *Nature*, **295**: 313-315.
- 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. 1993. The validity of optical dating based on feldspar. Unpublished Ph.D. thesis, University of Oxford.
- Spooner, N.A. et Prescott, J.R. 1986. A caution on laboratory illumination. *Ancient TL*, **4**: 46-48.

- Stea, R.R., Piper, D.J.W., Fader, G.B.J. et Boyd, R. 1998. Wisconsinan glacial and sea-level history of Maritime Canada and the adjacent continental shelf: A correlation of land and sea events. *Geological society of America Bulletin*, **110**: 821-845.
- Stein, M., Wasserburg, G.J., Lajoie, K.R. et Chen, J.H. 1991. U-series ages of solitary corals from the California coast by mass spectrometry. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **55**: 3709-3722.
- Turner, R.C., Radley, J.M. et Mayneord, W.V. 1958. The alpha ray activity of human tissues. *British Journal of Radiology*, **31**: 397-406.
- Wallinga, J., Murray, A. and Wintle, A. 2000. The single-aliquot regenerative-dose (SAR) protocol applied to coarse-grain feldspar. *Radiation Measurements*, **32**: 529-533
- Winograd, I.J., Cplén, T.B., Landwehr, J.M., Riggs, A.C., Ludwig, K.R., Szabo, B.J., Kolesar, P.T. et Revesz, K.M. 1992. Continuous 500,000-year climate record from vein calcite in Devils Hole, Nevada. *Science*, **258**: 255-260.
- 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.*
- Wintle, A.G. et Huntley, D.J. 1979. Thermoluminescence dating of a deep-sea sediment core. *Nature*, **279**: 710-712.
- Wintle, A.G. et Huntley, D.J. 1980. Thermoluminescence dating of ocean sediments. *Canadian Journal of Earth Sciences*, **17**: 348-360.
- Wu, G. et Hillaire-Marcel, C. 1994. Accelerator mass spectrometry radiocarbon stratigraphies in deep Labrador Sea cores: paleoceanographic implications. *Canadian Journal of Earth Sciences*, **31**: 38-47.
- Yu, E.-F., François, R. et Bacon, M.P. 1996. Similar rates of modern and last-glacial ocean thermohaline circulation inferred from radiochemical data. *Nature*, **379**: 689-694.

**ANNEXE**

**COMPTAGE PAR SCINTILLATION ALPHA**

La dose annuelle constitue la deuxième grandeur physique qu'il faut déterminer pour pouvoir appliquer les méthodes de datation par luminescence. Parmi les techniques de mesure de la dose annuelle, le comptage par scintillation alpha permet d'évaluer globalement la contribution de la dose alpha issue d'isotopes radioactifs des chaînes de l'uranium et du thorium. Nous avons voulu exploiter la méthode de comptage par scintillation alpha pour déterminer la contribution de radioisotopes tels que le protactinium 231 ( $^{231}\text{Pa}$ ) et le thorium 230 ( $^{230}\text{Th}$ ) afin de déterminer la vitesse de sédimentation au niveau du site de forage de la carotte TWC/PC 84-030-001 (Scott et *al.*, 1989) située au Sud-Est de la Mer du Labrador (Atlantique Nord). Les échantillons analysés proviennent du "TWC" (Trigger Weight Core; 153 cm de longueur) où les sédiments datent des stades isotopiques 1 (0 à 25 cm), 2 (25 à 100 cm) et 3 (100 à 153 cm). Pour chaque échantillon, le comptage a été effectué en scellant la capsule puis en la laissant ouverte. En comparant les deux comptes, on peut déterminer s'il y a un déséquilibre radioactif dû à la fuite du radon 222 qui est un gaz volatile. Des comptages sur différentes fractions granulométriques ont été effectués pour savoir sur quelle fraction le  $^{231}\text{Pa}$  est attaché. En raison du très long temps de comptage (plusieurs semaines) requis pour avoir des données statistiquement valables et de la précision limitée qu'offre cette technique, nous avons décidé de renoncer pour le moment à cette voie de recherche. Néanmoins, nous décrivons ici, le principe de la méthode, les techniques de mesure ainsi que quelques résultats obtenus.

La méthode consiste donc à mesurer les particules alpha émises par les isotopes des chaînes radioactives de l'uranium et du thorium. Le  $^{231}\text{Pa}$  et le  $^{230}\text{Th}$  sont des radioisotopes issus de la désintégration de leur ascendant respectif  $^{235}\text{U}$  et  $^{238}\text{U}$  dans la colonne d'eau. L'uranium est un élément dissous dont la composition isotopique dans l'eau de mer est spatialement uniforme. Son temps de séjour dans les océans est très long et

constitue de ce fait une source de distribution homogène de  $^{231}\text{Pa}$  et  $^{230}\text{Th}$  avec un rapport d'activité initial constant de 0.093. Ces deux isotopes sont très réactifs dans l'eau de mer et sont soustraits de la colonne d'eau par adsorption sur la matière particulaire (Anderson *et al.*, 1983). Le temps de séjour du  $^{231}\text{Pa}$  et  $^{230}\text{Th}$  dans les océans est de 111 et 26 ans respectivement (Yu *et al.*, 1996). Vu leur période ( $^{231}\text{Pa}=32500$  ans;  $^{230}\text{Th}=75000$  ans), leur décroissance radioactive dans la colonne d'eau est donc insignifiante par rapport à la durée de leur ablation. À l'interface eau-sédiment, l'excès de ces radio-isotopes (fraction non supportée) tend à décroître avec le temps. Si on considère un faible transport latéral de ces radioéléments, on peut les utiliser pour déterminer les vitesses de sédimentation et donc à des fins de datation.

Le principe de la méthode de comptage par scintillation alpha a été décrit par Turner *et al.* (1958). Ces auteurs ont appliqué cette technique pour mesurer de très faibles niveaux de radioactivité dans des tissus biologiques (os et dents humains). La méthode a été développée ensuite pour mesurer le taux de dose de radiations à des fins de datation par thermoluminescence (Aitken, 1974). C'est avec les travaux de Huntley et Wintle (1981) que la méthode est utilisée pour mesurer les teneurs en  $^{230}\text{Th}$  et  $^{231}\text{Pa}$  afin de déterminer les vitesses de sédimentation dans des séquences sédimentaires marines dans l'Océan Pacifique. Les teneurs de ces radioisotopes peuvent être déterminées par spectrométrie alpha (Ku *et al.*, 1968) ou encore par spectrométrie gamma (Cochran et Osmond, 1974). Cependant, la méthode de comptage par scintillation alpha s'avère une technique plus simple et moins coûteuse. Elle permet de mesurer séparément, sur des échantillons qui ne requièrent aucun traitement chimique, les contributions du  $^{232}\text{Th}$  et du  $^{231}\text{Pa}$  du compte total d'émission alpha. Sachant que le rapport  $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$  est constant (0.0072) et connaissant la concentration totale de l'uranium, on peut déterminer la contribution des autres radio-éléments.

La technique de mesure est relativement simple. Elle consiste à placer une mince couche de sédiment, finement broyée, sur une feuille de sulfure de zinc à l'intérieur d'une capsule en plastique. Ce petit montage est ensuite placé sur un tube photomultiplicateur. Pour éliminer la contamination, le filtre de sulfure de zinc est changé et la capsule bien nettoyée entre chaque échantillon. A chaque désintégration, une particule alpha crée une scintillation au contact du sulfure de zinc. Ceci produit des photoélectrons qui après amplification deviennent des pulsations électriques. Ces dernières sont enregistrées par un dispositif électronique qui a la particularité de livrer trois types d'informations (Turner *et al.*, 1958; Aitken, 1985): (i) Le compte total qui correspond aux désintégrations totales alpha émises par l'échantillon, (ii) le compte d'émission de particules alpha qui surviennent à intervalle inférieur à 0.4 s (*slow pairs*) et (iii) le compte d'émission alpha qui surviennent à intervalle inférieur à 4 ms (*fast pairs*). En utilisant des facteurs de conversion proposés par Huntley et Wintle (1981) et Huntley *et al.* (1986), on peut calculer les concentrations et les activités d'isotopes de thorium et de protactinium à partir des comptes enregistrés. Les *fast pairs* concernent la séquence  $^{220}\text{Rn} \rightarrow ^{216}\text{Po} \rightarrow ^{212}\text{Bi}$  de la chaîne radioactive du  $^{232}\text{Th}$  et permettent de calculer la concentration de celui-ci. Les *slow pairs* concernent la séquence  $^{219}\text{Rn} \rightarrow ^{215}\text{Po} \rightarrow ^{211}\text{Bi}$  de la chaîne radioactive de  $^{235}\text{U}$  et permettent de calculer l'activité du  $^{231}\text{Pa}$ . Le compte total moins les contributions de  $^{238}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$  et  $^{231}\text{Pa}$  donne le compte induit par le  $^{230}\text{Th}$  (Huntley et Wintle, 1981).

La figure A1 montre l'activité du  $^{231}\text{Pa}$  en fonction de la taille granulométrique analysée. L'activité du  $^{231}\text{Pa}$  est essentiellement supportée par la fraction silteuse de 4 à 11  $\mu\text{m}$ . Au niveau des fractions grossières, cette activité devient relativement homogène autour de 0.1 dpm/g. La figure A2 montre l'évolution de la concentration en  $^{232}\text{Th}$  en fonction de la profondeur. Vu le nombre restreint d'échantillons analysés, il est difficile de tirer des conclusions détaillées. Cependant, il est à noter que la concentration du  $^{232}\text{Th}$

semble évoluer en parallèle avec le profil isotopique. Cette concentration est faible dans les premiers centimètres de la carotte (3 ppm), puis augmente pour atteindre des valeurs de 8 à 9 ppm durant le stade isotopique 2. Une tendance à la baisse est ensuite enregistrée qui marque le passage au stade isotopique 3. Le  $^{232}\text{Th}$  est un isotope insoluble dans l'eau et sa concentration traduit l'apport terrigène de la matière particulaire dans le bassin de sédimentation. Le stade isotopique 1 se caractérise par des sédiments vaseux fins très riches en espèces de foraminifères subpolaires. Durant le stade 2, l'érosion glaciaire fournit une importante quantité de sédiments au bassin; cet apport est transcrit par l'augmentation des concentrations de  $^{232}\text{Th}$ . Ce dernier reste relativement stable durant cette période puis commence à chuter lorsque les apports terrigènes diminuent.

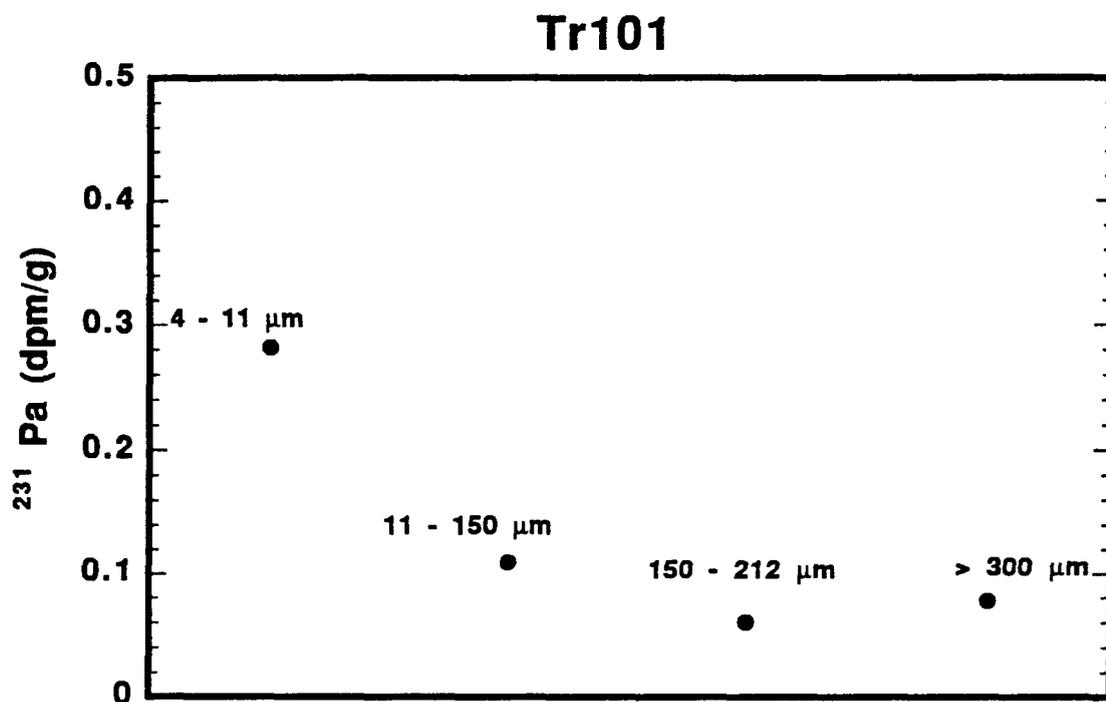


Figure A.1: Activité totale du  $^{231}\text{Pa}$  pour différentes tailles granulométriques (exemple de l'échantillon Tr101 de la carotte Troll 8903).

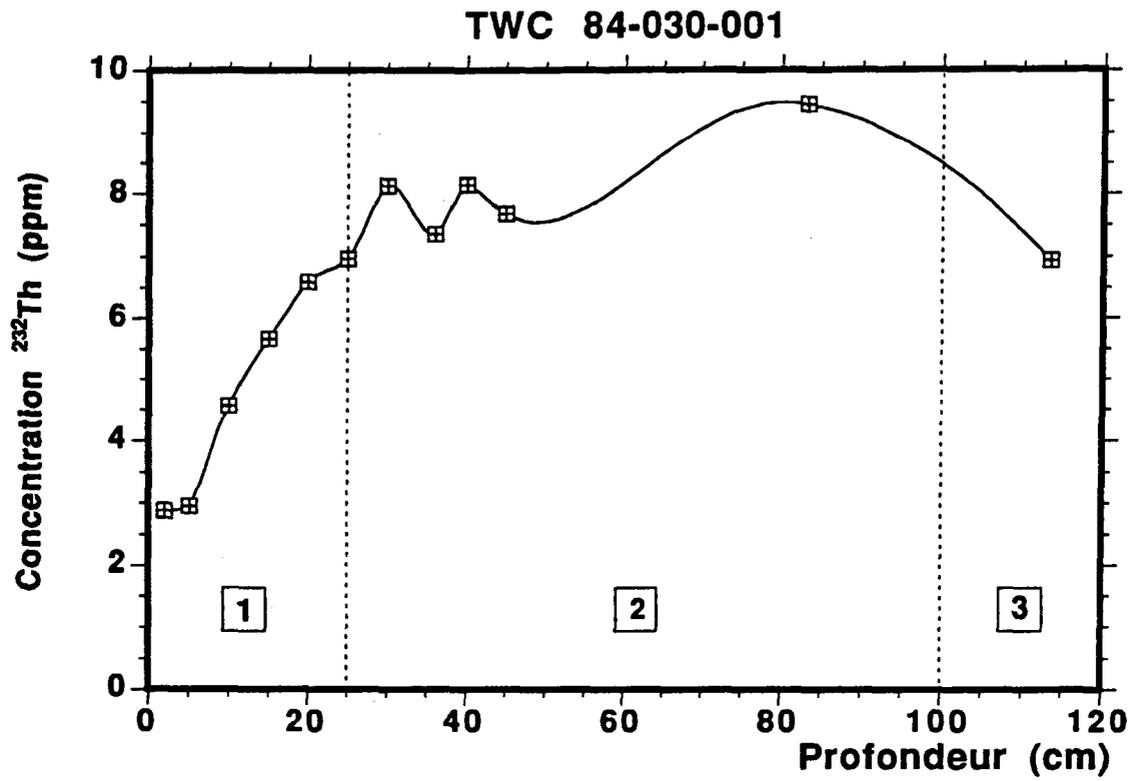


Figure A.2: Concentration du  $^{232}\text{Th}$  en fonction de la profondeur de la carotte TWC 84-030-001. Les chiffres correspondent aux stades isotopiques 1, 2 et 3.