

Moyens analytiques : Laboratoire de datations au Carbone 14

LE LABORATOIRE DE DATATIONS CARBONE 14 CLASSIQUE.

Le LOCEAN possède un laboratoire de mesure du carbone 14 issu d'échantillons de coquilles, bois ou charbons.

Ce laboratoire, situé sur le site de Jussieu, comporte :

- Une salle équipée pour le traitement physique et chimique des échantillons.
- Un banc de synthèse de benzène et un compteur à scintillation, permettant la mesure de l'activité du radiocarbone au sein des fragments analysés.
- Un banc de combustion de matière organique pour l'extraction du CO₂ des échantillons en faible quantité.

Voici le descriptif des différentes techniques, liées à la mesure de l'âge 14C d'un échantillon, présentes dans notre laboratoire.

1 - PRETRAITEMENT SPECIFIQUE



Laboratoire de traitement des échantillons

Les méthodes de prétraitement physique et chimique dépendent du type d'échantillons que l'on veut analyser.

Notre laboratoire analyse principalement des coquilles, de charbons et des végétaux.

Les quantités nécessaires pour une analyse sont au minimum de :

- ✓ 15g de coquille
- ✓ 2.5g de charbon
- ✓ 5g de végétaux

Protocoles utilisés au laboratoire

- Les coquilles

a) La pollution principale que peut contenir une coquille (bivalve ou gastéropode) est la matière organique issue de différentes sources (végétale, animale) qui peut s'agréger à la surface du carbonate.

Il faut donc retirer cette pollution organique de façon mécanique en grattant la coquille avec un abrasif inoffensif et non polluant, et en la lavant régulièrement à l'eau déminéralisée.

b) Le second type de pollution à retirer. Il s'agit des carbonates secondaires issus du milieu extérieur mais qui se sont formés sur la coquille.

Pour s'en débarrasser il faut faire un "décapage" chimique. Pour cela on va plonger la coquille ou le carbonate dans de l'acide chlorhydrique peu concentré (8 à 10%). Le temps de trempage de l'échantillon dépend de l'épaisseur de la coquille et de la quantité de pollution à retirer.

c) Rincer le carbonate abondamment à l'eau déminéralisée.

d) Laisser sécher à 90°C pendant au moins 6h.

- Végétaux et Charbons

Pour ce style de matériau on redoute les pollutions de type inorganiques (carbonates incrustés). Mais aussi les pollutions organiques sous formes de végétaux non issus du bois (ou du charbon) ou encore sous forme d'acides humiques ou fulviques contenus dans la structure de l'échantillon.

a) Pour le cas des pollutions inorganiques on va faire une première solubilisation de ces agents dans l'acide chlorhydrique 8-10% pendant 30 minutes sous agitation. On finit par un rinçage à l'eau déminéralisée.

b) Pour le cas des pollutions organiques et plus particulièrement les acides humiques et fulviques. Il faut les solubiliser. On plonge donc l'échantillon dans une solution de soude 0.5M pendant 1h en chauffant à 60°C sous agitation, on contrôle que le milieu est fortement basique à l'aide de papier pH. On rince ensuite à l'eau déminéralisée.

c) Enfin pour éviter un piégeage du CO₂ atmosphérique, on neutralise la soude en plongeant l'échantillon dans un bain d'acide chlorhydrique 8 à 10%. On vérifie le pH pour s'assurer que le milieu redevient acide. La durée de cette deuxième acidification dépend de la quantité de soude à éliminer.

d) On finit par un rinçage à l'eau déminéralisée jusqu'à neutralisation du milieu puis on sèche l'échantillon à l'étuve pendant au moins 6h à 90°C.

Toutes les étapes du prétraitement sont consignées sur le cahier de laboratoire (ou la feuille de traitement). Les consignes de sécurité doivent être impérativement respectées. Le laboratoire est nettoyé avant utilisation.

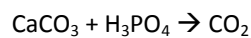
2- COMPTAGE du ^{14}C PAR SCINTILLATION LIQUIDE (Méthode de datation dite "classique")

La technique de comptage utilisée dans notre laboratoire est la scintillation liquide. Elle permet de mesurer la radioactivité β^- du ^{14}C contenu dans les échantillons ce qui nous mènera ensuite au calcul de l'âge.

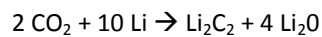
Pour cela, nous devons dans un premier temps transformer les échantillons carbonés en une molécule stable et adaptée à cette technique : le benzène.

Les étapes de la préparation du benzène sont les suivantes pour le cas d'une coquille :

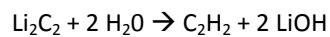
a) Décomposition par pyrolyse sous vide



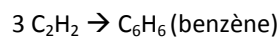
b) Carburation par action de lithium à 800°C



c) Hydrolyse



d) Catalyse



Banc de synthèse de benzène

e) On ajoute au benzène obtenu une molécule appelée scintillateur qui permettra la mesure de l'activité du carbone 14 contenu dans l'échantillon.

L'activité du carbone 14 est obtenue à l'aide de notre compteur Tri-Carb de marque Perkin Elmer.



Compteur à scintillation liquide Tri-carb 2260XL

Info pratique : Il faut compter environ 24 heures pour la synthèse de benzène et entre 2 et 20 jours pour le comptage soient **3 semaines** pour obtenir une datation par cette méthode.

3- BANC DE COMBUSTION MATIERE ORGANIQUE

Le laboratoire dispose d'une ligne de combustion opérationnelle permettant de produire des ampoules de CO₂ à partir d'échantillons de matières organiques à brûler.



Banc de combustion de matières organiques

Les ampoules de CO₂ sont destinées aux datations par accélérateur (AMS).

Contacts : IRD : Magloire MANDENG YOGO (Magloire.Mandeng-Yogo@ird.fr)
UMPC : Jérôme Demange (Jerome.Demange@upmc.fr)