

# Archéomagnétisme et variations séculaires récentes

L'archéomagnétisme permet de décrire le comportement du champ magnétique terrestre sur une échelle de temps comprise entre celle des mesures directes sur les quatre derniers siècles (géomagnétisme) et celle des mesures indirectes à l'échelle du million d'années (paléomagnétisme).

## 2.1 Introduction à l'archéomagnétisme

### 2.1.1 Les données

L'archéomagnétisme permet de suivre les variations séculaires du champ magnétique terrestre sur quelques millénaires (période historique et pré-historique), en étudiant principalement des vestiges archéologiques, mais également des laves et sédiments contemporains. Les premiers travaux effectués sur des matériaux archéologiques, les "terres cuites", furent ceux du professeur français Émile Thellier dans les années trente. Mais les études portant sur l'archéomagnétisme n'ont pris leur véritable essor qu'au début des années 80, avec comme principale zone d'investigation l'Europe (voir les compilations de (Genevey et al., 2003, 2008; Kovacheva et al., 2009; Tema and Kondopoulou, 2011)).

Les objets archéologiques provenant d'argiles cuites, telles que les briques, les poteries ou encore les céramiques enregistrent parfaitement le champ magnétique auquel ils ont été soumis lors du refroidissement de leur dernière cuisson. Le processus d'acquisition de l'aimantation est exactement le même que celui qui opère pour les laves, il s'agit d'une ATR acquise au cours du refroidissement de l'objet par des minéraux ferromagnétiques telle que la magnétite, présents dans la matière première ou formés pendant la cuisson. L'archéomagnétisme porte également sur l'étude de coulées de lave relativement récentes et sur l'enregistrement sédimentaire.

L'ensemble des données collectées par différentes études jusqu'à présent ont été rassemblées en bases de données et plusieurs compilations réalisées à l'échelle mondiale

sont disponibles (Korte et al., 2005; Genevey et al., 2008; Korhonen et al., 2008; Donadini et al., 2009). Toutes montrent un biais d'observation important, tant d'un point de vue de la distribution spatiale que de la distribution temporelle des données. En ef-

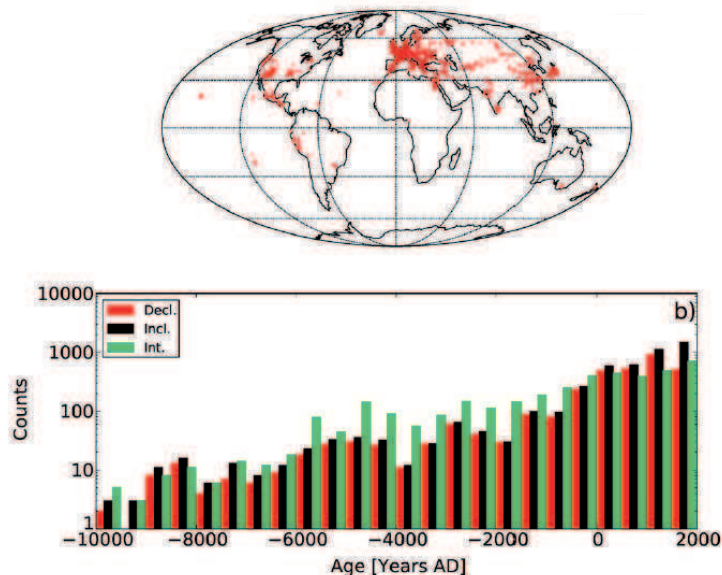


FIGURE 2.1 – a) *Distribution géographique des données issues d'objets archéologiques ou de laves datées des 12 derniers millénaires.* b) *Distribution temporelle par intervalle de 500 ans de ces mêmes données (Donadini et al., 2010).*

fet, la distribution des données issues des matériaux archéologiques est très hétérogène géographiquement et temporellement (Fig. 2.1). Seulement 5% des données proviennent de l'hémisphère Sud. Dans l'hémisphère Nord, 70% des données ont été récoltées dans la partie Ouest de l'Eurasie. La distribution des âges est également très inhomogène : plus de 70% des données des 12 derniers milliers d'années proviennent des trois derniers millénaires. L'apport des données sédimentaires, bien que possédant une aimantation moins forte et moins fiable que celle portée par les laves ou les terres cuites, revêt une importance particulière. En effet, la répartition spatiales de ces données est beaucoup plus homogènes et leur distribution temporelle est presque uniforme sur les 12 derniers millénaires (Fig. 2.2). Un point clé dans toute étude archéomagnétique réside dans la capacité à dater précisément les échantillons.

### 2.1.2 Les datations

Le contrôle précis des âges constitue un élément essentiel pour la reconstruction du champ géomagnétique ancien, en particulier lorsque les données de différents sites doivent être comparées ou utilisées conjointement pour la construction de modèles de champ magnétique. Toute erreur dans l'estimation d'un âge se traduira directement par une erreur dans la variation séculaire sous forme de décalage temporel. Parmi le large éventail des techniques de datation, les principales méthodes utilisées pour dater des

## 2.1.2 Les datations

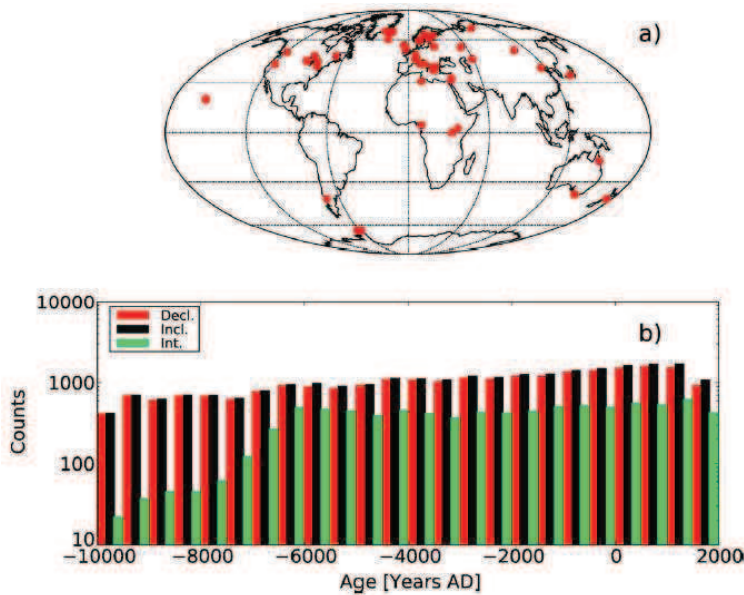


FIGURE 2.2 – a) *Distribution géographique des données issues de sédiments datés des 12 derniers millénaires.* b) *Distribution temporelle par intervalle de 500 ans de ces mêmes données (Donadini et al., 2010).*

objets archéologiques sont basées sur des informations archéologiques ou historique ou sur des méthodes de datation absolue telles que la datation par le carbone 14 ( $^{14}\text{C}$ ) ou la thermoluminescence (Creagh and Bradley, 2000). Les documents écrits d'origine relatant une éruption volcanique par exemple peuvent, en principe, fournir des données de précision annuelle, en supposant que la coulée de lave en question soit correctement identifiée. Documenter la stratigraphie et la chronologie d'un site archéologique est une entreprise périlleuse, et il peut être difficile de décider quelle méthode est la mieux adaptée pour un échantillon donné. Les contraintes d'âge sont les plus fiables lorsque la preuve archéologique est bien fondée et soutenue par des dates absolues. Toutefois, la précision varie considérablement d'un objets à l'autre, d'un site archéologique à un autre, l'incertitude pouvant varier de quelques années à plusieurs siècles.

Pour les sédiments, il est courant de réaliser une datation en combinant des méthodes relatives stratigraphiques et des techniques absolues comme le  $^{14}\text{C}$  ou le comptage des varves. En principe, le comptage des varves annuelles fournit une échelle de temps extrêmement précise, qui peut être validée par des comparaisons stratigraphiques entre plusieurs carottes d'un lac ou à travers une région mais, une lacune ou le comptage inexact de certaines couches très fines peuvent contribuer à une erreur cumulative dans l'enregistrement. Lorsque plusieurs carottes sont disponibles, un paramètre magnétique, comme la susceptibilité magnétique par exemple, est utilisé pour établir une stratigraphie magnétique locale qui est indépendante des variations géomagnétiques. Cette technique est souvent associées à des marqueurs géologiques distinctifs (par exemple des cendres

provenant des éruptions volcaniques, des turbidites, etc ...). Sur des échelles de temps plus longues, les mesures des isotopes stables sont utilisées comme marqueurs. Cette stratigraphie interne au sein d'une étude peut alors être utilisée comme base pour une chronologie absolue (Constable and McElhinny, 1985).

La datation des échantillons utilisés en archéomagnétisme est une étape primordiale pour la reconstitution du champ magnétique passé tant pour la construction des courbes de variations séculaires que pour le développement de modèle géomagnétiques globaux ou régionaux.

### 2.1.3 La reconstitution du champ magnétique passé

A partir de l'ensemble de ces données, il est possible de reconstruire l'évolution du champ magnétique terrestre au cours des dix derniers millénaires, sur une échelle régionale ou globale. Dans un premier temps il est possible de construire des courbes de variations séculaires régionales par un lissage simple des données, préalablement relocalisées en un site donné pour s'affranchir de la dépendance latitudinale du champ magnétique. Ces courbes sont généralement construites par moyenne glissante en utilisant la statistique bayésienne (Lanos et al., 2005), qui a l'avantage de tenir compte des erreurs de datation des structures. Plusieurs courbes de ce genre ont été construites pour différentes régions, par exemple pour la Bulgarie (Kovacheva et al., 2009) ou encore pour les Balkans (Tema and Kondopoulou, 2011). Cependant, les reconstitutions à l'échelle globale du champ passé restent primordiales pour comprendre son évolution et donc les mouvements de matière à la surface du noyau liquide.

Les modèles globaux doivent d'une part rendre compte de la géométrie du champ magnétique à la surface du globe (en tenant compte des composantes non dipolaires notamment) mais aussi reconstituer son évolution temporelle. Dans cet exercice, la décomposition du champ magnétique en harmonique sphérique est un outil mathématique important (cf. eq. 1.7). Il permet de prendre en compte les termes de bas degré capables de rendre compte des anomalies régionales. L'évolution temporelle des modèles globaux repose des fonctions splines, utilisées en premier lieu par Bloxham and Jackson (1992) pour reconstruire le champ historique. Le nombre et la distribution spatiale et temporelle des données de l'holocène, combinés aux incertitudes d'âge importantes, limitent actuellement la résolution du champ passé et de son évolution à un degré d'harmonique sphérique maximal de 4 ou 5 dans l'espace et à quelques décennies dans le temps. Cependant, si le développement en harmoniques sphériques est tronqué à ces degrés relativement bas et si la variabilité temporelle est limitée à cette valeur, une partie de l'information pourrait être perdue si la fréquence du signal est plus élevée ou si la longueur d'onde est plus courte. Pour remédier à ce problème et pouvoir décrire les variations temporelles rapides

### 2.1.3 La reconstitution du champ magnétique passé

et/ou à courtes échelles spatiales, l'élargissement de la série d'harmonique sphérique à des degrés plus élevés ainsi qu'une résolution temporelle plus fine est nécessaire. Ceci implique de régulariser dans l'espace et le temps les modèles afin qu'ils puissent suivre l'évolution des données sans toutefois être trop complexes. La minimisation de la dissipation ohmique à la limite noyau-manteau (Gubbins, 1975) et la minimisation de la norme de la dérivée seconde du champ (accélération séculaire, Bloxham and Jackson (1992)) sont largement utilisées pour régulariser les modèles dans l'espace et le temps. Pour

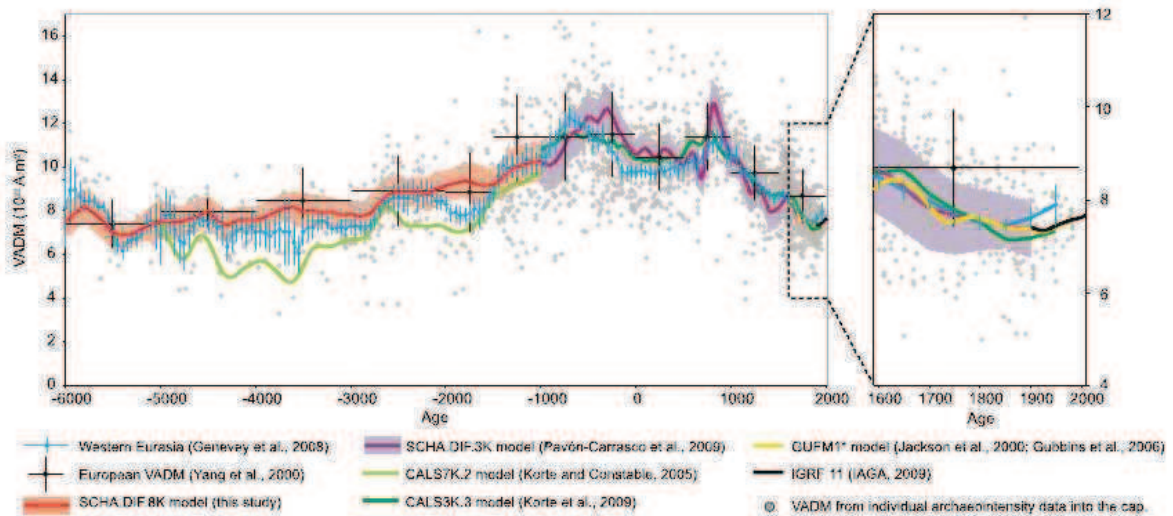


FIGURE 2.3 – Moments dipolaires axial virtuel (VADM) pour l'Europe au cours des 8000 dernières années, pour différents modèles (voir la légende). Le VADM individuelle (points gris) sont donnés d'archéointensité pour la région considérée (d'après Pavón-Carrasco et al. (2010)).

les quatre derniers siècles (1590-1990), le modèle *gufm1* (Jackson et al., 2000) s'appuie sur ce principe de calcul et sur une base de données historiques. De même, en utilisant les compilations archéomagnétiques mondiales, les modèles globaux géomagnétiques ont été construits pour des échelles de temps millénaires (Fig. 2.3). Le premier modèle de Hongre et al. (1998), basé sur une analyse en harmonique sphérique (jusqu'au degré 3) des données, s'étend sur 1700 ans. Les modèles de référence actuels, les modèles CALSxk (Continuous model of Archeomagnetic and Lake Sediment data sur les x derniers milliers d'années), couvrent un intervalle de temps de 3 000 et 7 000 ans, respectivement (Korte and Constable, 2003, 2005, 2008, 2011). En utilisant une compilation exhaustive des données et des stratégies de modélisation récemment raffinés, Korte et al. (2011) ont construit un premier modèle global du champ géomagnétique s'étendant sur les 10 derniers milliers d'années.

Le fait que durant l'holocène la densité de données soit nettement plus élevée en Europe que dans le reste du monde a conduit à différentes tentatives de modélisation régionale, avec l'idée d'augmenter la résolution des modèles. Deux approches différentes

ont été réalisées. Lodge and Holme (2008) ont utilisé cinq courbes de variation séculaire dans cinq régions européennes pour développer un modèle en harmonique sphérique continue entre 0 et 1900, en utilisant le modèle global CALS7K.2 comme contrainte de régularisation. L'autre approche repose sur une modélisation régionale en harmoniques de la calotte sphérique, qui ne s'applique qu'à une partie de la sphère. Cette méthode a été utilisée sur des données européennes directionnelles et d'archéointensité (Pavón-Carrasco et al., 2009, 2010) pour produire les modèles SCAH.DIFF.3k et SCHA.DIFF.10k qui s'étalent sur 3000 et 8000 ans respectivement. Ces modèles présentent des variations spatiales aussi lisses que CALS7K.2, mais sont temporellement plus complexes, en partie parce qu'il n'y a pas de régularisation temporelle imposée lors de leur construction.

La reconstitution du champ magnétique passé, s'appuyant sur l'ensemble de ces données archéomagnétiques et des modèles qui en découlent, présentent une vaste gamme d'applications à la frontière de plusieurs disciplines.

### 2.1.4 Les applications

Les domaines d'application de l'archéomagnétisme sont divers puisqu'ils vont du géomagnétisme à l'archéologie tout en passant par la géochimie.

- **Le géomagnétisme** : L'archéomagnétisme permet de retracer l'évolution temporelle du champ magnétique tant en terme d'intensité qu'en terme de direction (lorsque les échantillons sont orientés) sur quelques milliers d'années et permet de faire le lien entre le géomagnétisme et le paléomagnétisme. Ces données présentent une importance pour modéliser la géodynamo et les écoulements de fer liquide dans le noyau externe (Dumberry and Bloxham, 2007; Dumberry and Finlay, 2007; Wardinski and Korte, 2008). Les données présentent également un intérêt important pour l'assimilation de données (Fournier et al., 2010), discipline émergente en géomagnétisme. L'assimilation de données, en géomagnétisme, désigne l'ensemble des méthodes inverses permettant l'analyse des données géomagnétiques qui reposent sur un modèle numérique pronostiquant la dynamique du noyau. L'assimilation de données vise principalement trois objectifs : a) la perspective de propager la qualité actuelle des données vers l'arrière dans le temps afin de construire une dynamique cohérente du champ magnétique historique et de l'écoulement dans le noyau externe, b) la possibilité d'améliorer la prévision de la variation séculaire, et c) à un niveau plus fondamental, d'identifier les mécanismes physiques qui régissent la variation séculaire.
- **L'archéométrie** : C'est une méthode de datation basée sur la construction de courbes de variation séculaire de la direction et/ou de l'intensité du champ magnétique, à l'échelle régionale. Ces courbes de références sont valables dans une

#### 2.1.4 Les applications

---

zone géographique réduite à environ 1000 km de rayon au maximum (Gallet et al., 2009). Les résultats de datation sont conditionnés par la précision et la résolution des courbes, qui sont principalement liées au nombre et à la qualité des données utilisées dans la construction des courbes de référence. En comparant l'aimantation d'un vestige archéologique (intensité et/ou direction) avec les courbes de référence, il est possible d'estimer un âge pour l'objet en question. La solution est représentée par une distribution des âges basée sur la statistique bayésienne (Lanos et al., 2005), sur un ou plusieurs intervalles pour un niveau de confiance donné.

- **Production d'isotopes cosmogéniques :** Les méthodes de datation basées sur des isotopes cosmogéniques doivent être calibrées afin de tenir compte des variations temporelles de leurs taux de production. En effet, il existe une relation importante entre le géomagnétisme et la production d'isotopes cosmogéniques tels que le  $^{14}\text{C}$  ou le  $^{10}\text{Be}$  (Lifton et al., 2008; Usoskin et al., 2008). Le taux de production de ces éléments dans l'atmosphère est directement dépendant de l'intensité du champ magnétique terrestre : la production est maximale lorsque l'intensité est faible et inversement. Ce phénomène est expliqué par le fait que la magnétosphère dévie une fraction des rayons cosmiques à l'origine de la formation de ces isotopes. Ainsi, en connaissant l'évolution de l'intensité du champ, une correction est apportée aux âges calculés par l'intermédiaire des méthodes radiochronologiques basées sur les isotopes cosmogéniques.
- **Relation avec le climat :** Gallet et al. (2005, 2006) ont observé des corrélations intrigantes et répétées entre les jerks archéomagnétiques et des périodes de refroidissement comme ce fut le cas pour l'épisode du premier refroidissement du Petit Age Glaciaire (Le Roy Ladurie, 2004). Une connexion entre la variation séculaire du champ géomagnétique et des changements climatiques sur des échelles de temps de l'ordre du siècle semble donc se dégager. Le mécanisme physique à l'origine de ce possible lien reste encore incertain. Cependant Gallet et al. (2005) et Courtillot et al. (2007) ont suggéré que les variations du champ magnétique d'origine interne, en modulant le flux de rayons cosmiques interagissent avec l'atmosphère, pourraient modifier en partie le bilan radiatif à la surface du globe. En effet, l'ionisation induite par les rayons cosmiques de l'atmosphère pourrait produire des changements significatifs de la nébulosité (Marsh and Svensmark, 2000; Kovaltsov and Usoskin, 2007; Usoskin et al., 2008), engendrant une modification du rayonnement reçu par la surface de la Terre et des températures. Même si ce point est encore largement débattu, la variation séculaire du champ magnétique terrestre a pu avoir un impact indirect, par le biais son influence sur le climat régional ou mondial, sur l'histoire de la civilisation humaine.

L'archéomagnétisme est au carrefour de différentes disciplines : géophysique, géochimie, climatologie et archéologie et représente donc un enjeu important en sciences de la terre. C'est une nouvelle thématique que nous avons décidé de développer au sein de l'équipe de magnétisme des roches de Montpellier et dont je suis un des porteurs. Le développement de collaborations avec des scientifiques ayant accès à des collections archéologiques a été capital. Ainsi, nous avons renforcé une ancienne collaboration avec l'Université de Mexico au Mexique. Le docteur Luis Alva-Valdivia m'a permis d'obtenir une collection de céramiques mayas sur laquelle j'ai mené une étude d'archéointensité. En parallèle nous avons développé une nouvelle collaboration avec l'Université de Thessalonique en Grèce. J'ai eu la chance de pouvoir travailler en collaboration avec le docteur Elina Aidona et le professeur Despina Kondopoulou sur une collection d'échantillons archéologiques provenant du nord de la Grèce et datés du néolithique. Nous nous sommes heurtés à des problèmes d'ordre technique, car les mesures d'archéointensités doivent être corrigées de l'anisotropie d'aimantation thermo-rémanente, ce qui à nécessiter une modification des portes échantillons (cales pour les porte-échantillons). Les parties suivantes, accompagnées des deux articles soumis pour publication, présentent le travail que j'ai accompli sur cette thématique.

## 2.2 Introduction aux deux études réalisées

### 2.2.1 La variation séculaire au cours de la période Néolithique en Grèce

La région des Balkans est riche en matériaux archéologiques. Par conséquent, de nombreuses données archéomagnétiques sont disponibles (Aitken et al., 1984, 1989; De Marco, 2007; De Marco et al., 2008b; Kovacheva et al., 2009; Spatharas et al., 2011; Tema and Kondopoulou, 2011; Aidona and Kondopoulou, 2012). L'étude de coulées de lave historiques permet également d'obtenir des données précises supplémentaires (Spasov et al., 2010). La compilation de l'ensemble de ces données permet de construire les courbes de la variation séculaire sur les huit derniers millénaires pour l'intensité et les six derniers milliers d'années en ce qui concerne les directions. Néanmoins, la couverture des périodes archéologiques présente plusieurs lacunes pour des âges inférieurs à 2500 avant J.C. (Genevey et al., 2008; Kovacheva et al., 2009; Tema and Kondopoulou, 2011). Le principal objectif de cette étude que j'ai réalisé a été d'obtenir de nouvelles données d'archéointensité pour la période néolithique en Grèce, encore pauvre en données, et de compléter l'étude débutée par Aidona and Kondopoulou (2012).

Le néolithique est défini entre 6800-3200 ans avant J.C. dans les Balkans, et se subdivise en quatre grandes périodes ; le Néolithique ancien, le Néolithique moyen, le Néolithique tardif et le Néolithique final, ou Chalcolithique, marquant le début de l'âge du



### **2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale**

---

Bronze. Bien que des traces de foyers furent trouvées dans cette région depuis le Néolithique ancien, l'utilisation de céramiques a été largement démocratisée en Grèce au cours du 6<sup>ème</sup> millénaire avant J.C. (Andreou et al., 1996). Les différents vestiges de foyers identifiés peuvent être divisés en deux groupes selon leur utilisation : les fours à poterie et les fours domestiques. Dans le premier cas, le système se compose d'une dépression dans le sol, avec un niveau de pierres à la base. La poterie était déposée dans la dépression et couverte par des branches et l'ensemble du système était fermé par de l'argile. Les cuissons répétées ont entraîné la solidification du four. La température de cuisson pouvait en général atteindre 900°C environ au bout de 8 ou 9 heures de combustion. Plus tard, des fours circulaires ou cylindriques, avec une chambre de cuisson unique et un toit ont été utilisés. A la fin de chaque cuisson, le toit était détruit afin de récupérer les produits de la cuisson. En raison de leur construction à l'air libre, sans abri, très peu de ces fours ont été exhumés. Au contraire, les vestiges de fours domestiques sont nombreux, car ils ont été protégés par les constructions (Prévost-Dermarkar, 2002). Par ailleurs, les tribus néolithiques d'Europe du sud est avaient la coutume de brûler délibérément leurs habitations, laissant derrière elles des "structures brûlées", matériaux pouvant être utilisés pour l'archéomagnétisme. Mon étude porte sur des échantillons prélevés sur trois sites archéologiques situés dans le nord de la Grèce : une collection de céramique à Dikili Tash (4913-4743 avant J.C.), des structures brûlées à Avgi (Kastoria, 5400-5100 avant J.C.) et une collection de céramique et des échantillons de structures brûlées à Vasili (Farsala, 5000-4600 avant J.C.). J'ai mené cette étude en collaboration avec Elina Aidona et Despina Kondopoulou de l'Université de Thessaloniki (Grèce). Le but principal a été d'obtenir de nouvelles archéointensités sur ces échantillons afin de compléter l'étude archéomagnétique débutée sur les directions par Aidona and Kondopoulou (2012). Afin de mener cette étude à bien et de déterminer les archéointensités, j'ai soumis les échantillons à une étude classique de magnétisme des roches. J'ai ensuite comparé les résultats obtenus aux données et modèles disponibles dans la bibliographie. Les principaux résultats obtenus sont exposés dans le papier constituant la partie 2.3.

### **2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale**

Contrairement à l'abondance des données disponibles en Europe, et ce malgré la quantité importante de sites et vestiges archéologiques, la courbe de variation séculaire du champ géomagnétique en Amérique Centrale est encore très mal définie, en raison du nombre épars et de la qualité inégale des données. Par conséquent, la datation par le biais de l'archéomagnétisme reste encore une tâche difficile à réaliser dans cette région (López-Téllez et al., 2008). En effet, après les études pionnières de Nagata et al. (1965) et Bucha et al. (1970), peu d'études ont été menées sur ce sujet jusqu'à très récemment. Mais au

cours des dix dernières années, plusieurs études ont été réalisées, à la fois sur des objets archéologiques (Ceja et al., 2009; Morales et al., 2009; Alva-Valdivia et al., 2010; Pineda-Durán et al., 2011) mais aussi sur des coulées de lave (Gonzalez et al., 1997; Morales et al., 2001; Conte-Fasano et al., 2006), ce qui a contribué à augmenter considérablement la quantité de données pour l'Amérique Centrale. Le travail que j'ai mené ici est inclus dans ce vaste effort contribuant à mieux contraindre la variation séculaire dans cette région. Ce travail porte sur la détermination d'archéointensité à partir de 24 encensoirs provenant de la cité Maya de Palenque (Chiapas, Mexique). L'échantillonnage dont j'ai disposé couvre une grande partie de la période Classique Maya (400-820 après J.C.).

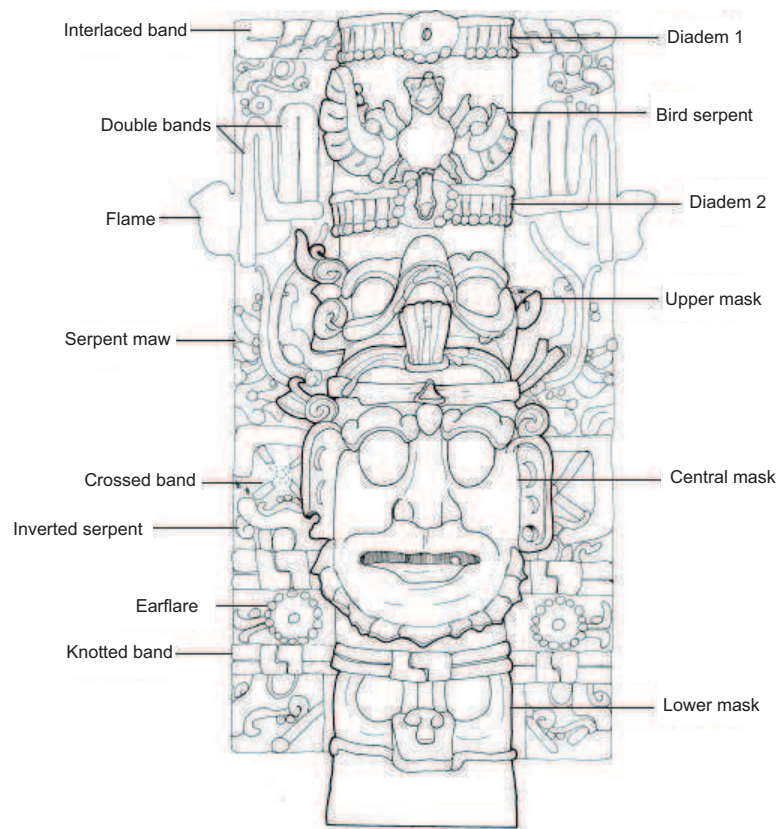


FIGURE 2.4 – Clé de détermination iconographique, d'après Cuevas-García (2007).

Les encensoirs étaient l'une des principales composantes des cérémonies religieuses mayas. Ils sont composés de deux parties : un piédestal d'argile creuse surmonté d'un brasier. Rice (1999) distingue deux groupes d'encensoirs, à effigies (Fig. 2.4) et sans effigie. Les encensoirs à effigies sont caractérisés par la représentation de divinités sur le piédestal. Ces encensoirs étaient associés au culte de ces dieux, qui étaient célébrés en brûlant des résines végétales et probablement du sang humain déposés dans les brasiers.

La découverte d'une centaine d'encensoirs à effigies dans le groupe des temples de La Croix à Palenque est un événement sans précédent d'un point de vue archéologique. La

## 2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale

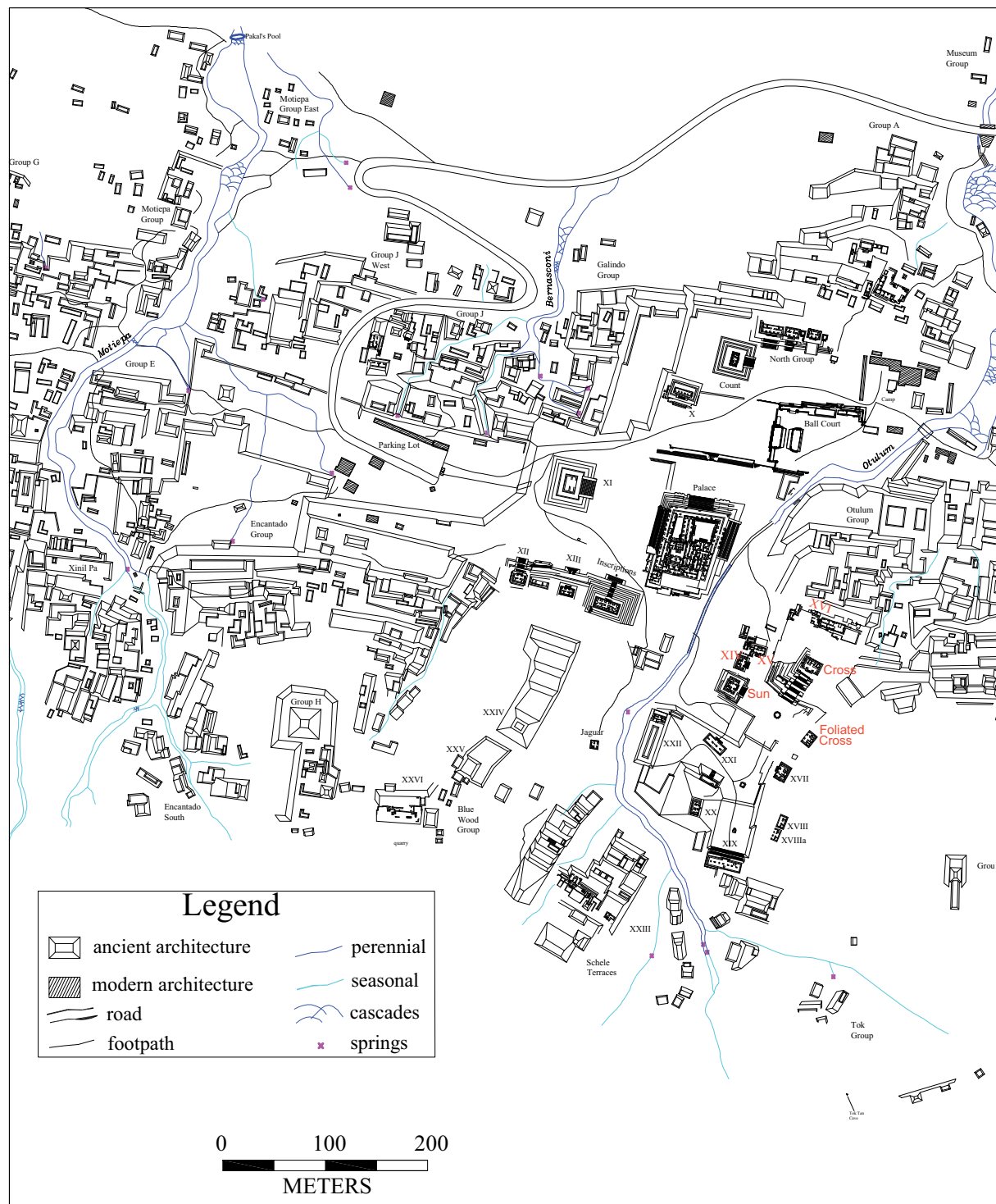


FIGURE 2.5 – Carte de la cité Maya de Palenque. En rouge les temples dans lesquels les encensoirs ont été exhumés, d'après Barnhart (2001).

plupart d'entre eux ont été retrouvés enterrés dans le sous-sol des principaux temples : le temple de la Croix, le Temple de la Croix Foliée, et le Temple du Soleil. L'autre partie des encensoirs ont été trouvés dans le complexe architectural composé par les temples XIV et XV et le groupe XVI (Fig. 2.5). Les encensoirs enterrés ont été en partie altérés

et de nombreuses pièces ont été brisées.

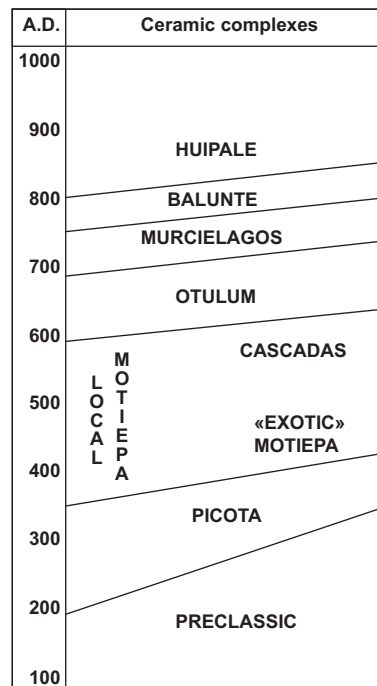


FIGURE 2.6 – Différentes phases des complexes céramiques à Palenque, d'après Rands (2007).

Les analyses iconographique, morphologique et stylistique, en fonction de leur provenance et de la technologie de fabrication, ont contribué à comprendre l'évolution des encensoirs au cours de cette période, durant laquelle les encensoirs ont été produits en continu. Ainsi, les changements de style ont été établis au moyen de critères simples : les objets les plus simples (dont les plus petits, 51,7 cm) appartiennent à la période classique précoce et les plus évolués (les plus grands, 1,14 m) sont rattachés à la période classique tardive (Cuevas-García, 2007). En appliquant ces critères, Cuevas-García (2007) et Rands (2007) ont établi une classification des encensoirs de Palenque (Fig. 2.6). La période classique à Palenque est habituellement divisée en 7 ou 8 phases, la phase Motiepa étant subdivisée en deux sous phases, ce point étant débattu. Les échantillons que nous avons utilisés pour l'étude archéomagnétique sont de petits morceaux non-orientés qui n'ont pas pu être rassemblés. Ils proviennent de pièces de 24 encensoirs différents, trouvés dans les Temple de la Croix (13 morceaux), Temple de la Croix foliée (7 morceaux), du Temple du Soleil (3 morceaux) et du groupe XVI (1 morceau). Chaque échantillon a été replacé dans une des phases céramiques en utilisant des arguments archéologiques (Fig. 2.4). Pour chacun d'entre eux, six petits morceaux (environ 5x5x5 mm) ont été prélevés et emballés dans des pastilles de sel de la forme d'un spécimen, afin de les traiter comme des échantillons paléomagnétiques standards (2.54 cm de diamètre et 2.2 cm de hauteur).

J'ai mené ce travail en collaboration avec Luis Alva Valdivia de l'Université de Mexico

### 2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale

---

(UNAM) et Martha Cuevas de l'Institut d'Anthropologie et d'Histoire de Mexico. Ils m'ont permis d'accéder à la collection d'échantillons et de comprendre le contexte archéologique. L'intérêt essentiel de cette étude était d'obtenir de nouvelles données afin de contraindre la courbe de variation séculaire centre-américaine très mal définie mais également de confirmer le découpage temporel de la période classique maya réalisée par les archéologues. Le papier soumis pour publication à EPSL et constituant la partie 2.4 détaille l'ensemble des résultats obtenus pour cette étude.

## 2.3 La variation séculaire en Grèce durant le Néolithique

### Archeointensities in Greece during the Neolithic period : New insights into material selection and Secular Variation Curve

G. Fanjat<sup>1</sup>, E. Aidona<sup>2</sup>, D. Kondopoulou<sup>2</sup>, P. Camps<sup>1</sup>, C. Rathossi<sup>3</sup> and T. Poidras<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Géosciences Montpellier, CNRS and Université Montpellier 2, 34095 Montpellier, France.

<sup>2</sup>Department of Geophysics , School of Geology, Aristotle University of Thessaloniki, 54124, Thessaloniki, Greece

<sup>3</sup>Section of Earth Materials, Department of Geology, University of Patras, 265 04, Rio, Greece

Submitted to Physics of Earth and Planetary Interiors

#### Abstract

Numerous archeomagnetic studies have provided high quality data for both the direction and the intensity of the geomagnetic field, essentially in Europe for the last ten millennia. In particular, Greece provides a lot of archeological materials due to its impressive cultural heritage and numerous data have been obtained from burnt clays or historical lava flows. The most recent Greek secular variation curves are available for the last 8 millennia for the intensity and the last 6 millennia for the direction. Nevertheless, the coverage still presents several gaps for periods older than 2500 BC. In an effort to complete the Greek curve and extend it to older times, we present the archeointensity results from three Neolithic settlements in Northern Greece. The samples are of two different natures : burnt structures from Avgi (Kastoria, 5400-5100 B.C.) and Vasili (Farsala, 5000-4500 B.C.) and ceramics from Dikili Tash (Kavala, 4800 B.C.) and Vasili (Farsala, 5000-4500 B.C.). The samples have been subjected to a standard rock magnetic analysis in order to estimate the thermal stability and the domain state behavior of the magnetic carriers before archeointensity measurements. Surprisingly, very few ceramic samples provided reliable archeointensities whereas samples from burnt structures presented a very good success rate. Complementary studies, including X-ray diffraction powder and archeological arguments have shown that most ceramic samples probably have been fired to high temperatures (until 800°C). But a wide range of thermal variations within the same firing and also within the same pottery could occur in prehistoric kilns. Moreover, during the Neolithic period, pottery was often fired in reducing kiln atmosphere, and exposed to air at the end of the firing cycle. This leads to the formation of pottery with a brick-colored surface, but a gray core, and does not ensure a stable behavior during laboratory

### 2.3.1 Introduction

---

heatings. Therefore, a detailed examination of the matrix color, following archeological information and classification standards can be a decisive test for pre-selection of sherds. In spite of these unsuccessful measurements, we obtained an intensity value of  $73.5 \pm 1.1 \mu\text{T}$  for Dikili Tash, a higher value than the other data obtained in the same area, during the same period. However we do not have evidences for a technical artefact during the experiment. We obtained two reliable archeointensities corrected from anisotropy of thermoremanence magnetization for Avgi ( $36.1 \pm 1.8 \mu\text{T}$ ) and Vasili ( $46.6 \pm 3.4 \mu\text{T}$ ). Using these new values and the former directional measurements, we achieved a new dating for these sites by means of the Bulgarian secular variation curve. This dating allows us to include the new results in the Greek reference curves, and initiate its extension towards older periods.

**Keywords** Secular variation – Archeomagnetism – Greece – Neolithic

### 2.3.1 Introduction

The origin of the Earth's magnetic field is a self-sustained dynamo working in the liquid metallic outer core of the planet. The observation of the temporal evolution of the vector field as seen at the Earth's surface all around the globe can lead to the understanding of the physical processes involved in the Earth's core dynamo. The acquisition of continuous accurate geomagnetic data is thus of a first importance. Precise and uniformly distributed observations are available for the last three decades. Since the launch of The Oersted and Champ satellites (1999 and 2000, respectively), geomagnetic data have been accurate both in time resolution, intensity and directions, which are essential to understand the Earth's magnetic field and its dynamic (Olsen et al., 2000; Sabaka et al., 2004; Eymin and Hulot, 2005; Olsen et al., 2006; Lesur et al., 2008; Olsen et al., 2009; Lesur et al., 2010). Before the satellite measurements, geomagnetic data had relied on historical records since 1832 in magnetic observatories and more or less continuous observations had been listed by sailors since the middle of the XVII<sup>th</sup> century for the declination and since the middle of the XVIII<sup>th</sup> for the inclination (e.g. Jackson and Finlay, 2007, for a review). For these recent times, a high resolution model has been developed by Jackson et al. (2000). Nevertheless, four hundred years of continuous observations are not sufficient to develop a comprehensive model of the outer core flow and the geodynamo. Additional measurements are necessary to improve numerical models and to constrain physical processes of the core flow on millennial time scale. Moreover, well-established data sets from different parts of the world are essential for our knowledge of the geomagnetic field, to develop archeometry (Gallet et al., 2009) and data assimilation (Fournier et al., 2010) or to provide a better constrain of the role of the geomagnetic field on the cosmogenic isotopes production rate (e.g. Lifton et al. (2008); Usoskin et al.

(2008)). To go further back in time, measurements of the fossil field in lava flows, sediments or baked clay could supply longer records (e.g. Korte et al., 2005; Genevey et al., 2008; Donadini et al., 2009, data compilations). Global geomagnetic models have been built to millennial time scales, relying on these data compilations, such as CALS3k.1 and CALS7k.2 models, covering a time interval of 3 ka and 7 ka respectively (Korte and Constable, 2003, 2005). The CALS3k.1 model have been refined and improved in models CALS3k.3 (Korte and Constable, 2008) and CALS3k.4 (Korte and Constable, 2011), with emphasis on archeomagnetic data in order to obtain the highest possible resolution. Using a comprehensive data compilation and recently refined modelling strategies, Korte et al. (2011) built the first time-varying geomagnetic field model spanning over the last 10 millennia. Archeomagnetic data represent a significant part of input in compilations because baked archeological features such as pottery, kilns or other burnt clay structures, provide reliable data as they usually carry a strong and stable thermoremanent magnetization (TRM) acquired during the last firing. Numerous studies have provided high quality data for both the direction and intensity of the geomagnetic field in Europe (e. g. Genevey and Gallet, 2002; Genevey et al., 2003; Kovacheva et al., 2009; Tema and Kondopoulou, 2011, compilations). In particular, Greece owns a substantial number of suitable archeological materials and numerous data are available from such artefacts (Aitken et al., 1984, 1989; De Marco, 2007; De Marco et al., 2008a,b; Spatharas et al., 2011; Aidona and Kondopoulou, 2012) or historical lava flows (Spasov et al., 2010). The most recent Greek secular variation curves (SVCs) are available for the last 8 millennia for the intensity and the last 6 millennia for the direction (De Marco et al., 2008a). Nevertheless, the coverage still presents several gaps for periods older than 2500 BC. In an effort to complete the Greek curve and extend it to older times, Aidona and Kondopoulou (2012) studied in situ Neolithic burnt structures and presented the first Greek directional results for this period. In the present study, we attempt to extend this study by presenting the archeointensity results from three Neolithic settlements in Northern Greece. In the first part of this paper, we describe in detail the archeological sites, followed in a second part by rock magnetism archeointensity procedures. In a third part, the results are presented. Finally we discuss the reliability of these results, the difficulties encountered and a comparison of our results with an appropriate data selection in the Balkan area is attempted, including a new archeometric dating.

### 2.3.2 Archeological context and sample description

Before we proceed to the archeological information about the studied sites, we estimated as necessary to give some information about the nature of the structures that are likely to provide suitable material for the Prehistoric period.



### 2.3.2 Archeological context and sample description

---

#### Firing places during the Greek Neolithic

The Neolithic is generally bracketed between 6800-3200 BC for the Balkans, and is subdivided into four main periods; the Early, Middle, Late and Final Neolithic, or Chalcolithic, marking the initiation of the Bronze Age. Though traces of fireplaces had been found in the area since the Early Neolithic, the use of ceramic technology was expanded in Greece during the 6<sup>th</sup> millennium BC, before the rest of Europe (Andreou et al., 1996). Firing places can be divided in two groups, according to their use : pottery kilns and domestic constructions such as hearths and ovens. In the first case, a rather simple scheme would include a hollow in the ground, with stones as a basis. The pottery was covered by branches and the whole system was closed by raw clay. Repeated heatings solidified the kiln. The general baking temperature could reach 850°-900°C after approximately 8-9 hours of burning. At a latter stage, circular or cylindrical kilns, with a unique firing chamber and a roof have been used. After the end of each firing event, the roof was destroyed in order to take the products out. Due to their construction form, and to their emplacement in the open air, very few Neolithic pottery kilns have remained, at least in Greece. On the contrary, excavated hearths and ovens are numerous since they were protected within the houses. Hearths are synonymous with open-air firing and present three variants, among which the most common in the area are flat or very shallow. Ovens imply firing in a closed space and were made either of clay which was solidified through successive stepwise heatings, or of a mixture of stones and pottery sherds (Prévost-Dermarck, 2002). The pottery production in all the sampling areas of this study was abundant but rich multi-disciplinary information is available only for Dikili Tash. Nevertheless, due to the recent character of some of the excavations -Avgi and Vassili- the corresponding pottery was not available for Avgi and only basically studied for Vassili. For this second case we have tried to complete the gaps by exploring the existing bibliography in order to ensure the provenance of the studied ceramics within a reasonably-for archeomagnetic purposes- narrow area.

#### Description of the archeological sites

**Dikili Tash** The prehistoric site of Dikili-Tash is located at 2 km from the modern town of Krinides-SE part of the Drama plain-in Eastern Macedonia, Greece (Fig. 2.7). Systematic excavations started in the early 60's and are still ongoing under the supervision of Greek and French teams. The settlement is a major reference site for Neolithic periods in SE Europe and the Aegean due to its continuous occupation from at least 5500 BC -phase I- and until around 1000 BC-phase IV. During the 1986-1996 program, habitation remains were found and studied from the early phases (phase I, ca 5500-4800 BC) and later phase IIc, ca 4400-4200 BC, as well as Early Bronze Age and Late Bronze Age.



FIGURE 2.7 – Map of NW part of Greece, showing the sampling locations.

All houses were made of clay and contained ovens of domestic use and important findings of pottery (Darcque et al., 2007). From the phase I of the settlement, a well-preserved oven and a cooking pot on a tripod with grains allowed two datings : thermoluminescence for the oven (4920+/-310 BC, Roque et al. (2002)) and radiocarbon for the grains (4917-4808 cal. BC, Treuil (1992)) while for the phase II (end of Late Neolithic) several hearths and ovens and abundant ceramics were excavated. The passage from one phase to the other is fairly continuous, with a short hiatus in pottery. Twelve non-decorated ceramics fragments were selected for the present study (Fig. 2.8). They were found close to ovens unearthed during 1986-1989 excavations, mostly the oven "600". The clay is of local origin, mostly 5-6 kms from the settlement, thus ensures safe conditions for "local" firing, excluding transport and commerce of the ceramics (Tsirtsoni, personal communication).

**Avgi** Further to the West, the second sampling was done in the recently excavated Neolithic site of Avgi (sampling code AVG), located at 740 m above sea level near the city of Kastoria (Fig. 2.7). The settlement covers 50-60000 m<sup>2</sup> and is characterised as "plane extended", including distinct architectural features, which correspond to various occupation phases during the second half of the 6<sup>th</sup> millennium BC (Avgi I) and part of the 5<sup>th</sup> millennium (Avgi II). Our study area is located within Avgi I and is characterised by extended and concise destruction levels. These represent at least 7 buildings fired and collapsed "in situ", made of wood, clay and wattle and daub parts (Fig. 2.8). The burnt floor is clearly visible as well as hearths, ovens, and stone tools. Radiocarbon datings have been performed in several samples from the settlement indicating calibrated ages

### 2.3.2 Archeological context and sample description

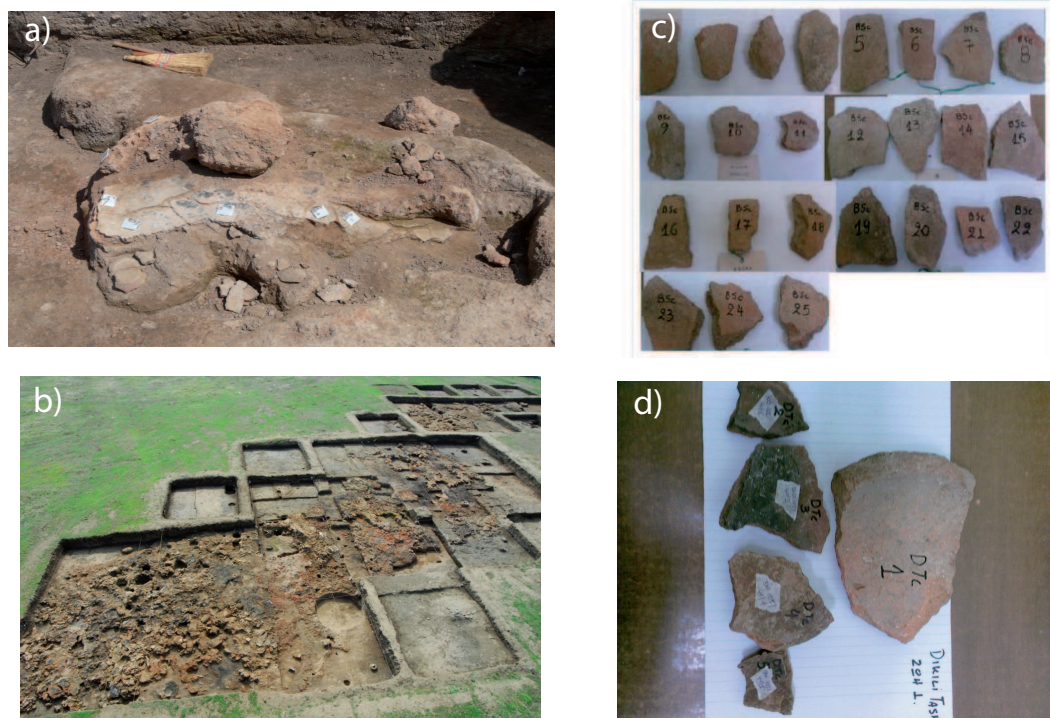


FIGURE 2.8 – a) Avgi (AVG) burnt structure, b) Vasili (BS) burnt structures, c) Vasili (BS) ceramics, d) Dikili Tash (DT) ceramics.

spanning from 5656 to 4961 BC at 95% probability level. The  $^{14}\text{C}$  results in combination with the stratigraphic evidence and the study of the ceramics, allow the relative chronology of the two phases to be established (Stratouli and Bekiaris, 2008). From this site nineteen oriented samples have been collected.

**Vasili** The sampling area of Vasili (sampling code BS) is located in Central Greece, close to Farsala city, Thessaly (Fig. 2.7). The excavation, due to the installation of a natural gas pipe in the area, brought to light a part of a Neolithic settlement characterised by burnt structures (Fig. 2.8). The Neolithic layers were found in a depth of 0.90 m. Above these layers, several graves from the Hellenistic period were excavated, putting an "ante quem" chronological limit of the settlement. Neolithic deposits have a maximum thickness of 1.5 m. These deposits belong mainly to the Late Neolithic period and more specifically in the first half of the 5<sup>th</sup> millennium BC, while there is evidence for a second short-period inhabitation in the Final Neolithic period, in the second half of the 4<sup>th</sup> millennium BC. Radiocarbon datings confirm the archeological estimations and are spanning from 4750-4500 BC calibrated values at 95,4% probability level (Toufexis, oral communication). Thirteen independently oriented samples have been collected for our study. Additionally, twenty-five ceramic samples from undecorated pottery fragments found in the vicinity of the burnt structures have been collected for the archeointensity

experiments (Fig. 2.8). Their exact provenance is not known. Therefore we explored in detail the available bibliography on possible traffic routes for the abundant ceramic production in prehistoric Thessaly. The dense population and the presence of several production centres in the area made exchanges inevitable. They started during the transition from the Middle Neolithic to the Late Neolithic. This interval is close to our samples dating. Traffic routes expanded NEastwards, towards the Pieria province, and Westwards, towards Central/West Macedonia (Schneider et al., 1991). Both distances do not exceed 150 km.

### 2.3.3 Experimental procedures

#### Rock magnetism

**Low-field thermomagnetic curves** Low-field susceptibility versus temperature experiments (K-T curves) allow to determine the Curie temperature and the stability of the magnetic carriers upon heatings. At a first stage, thermomagnetic curves have been obtained for at least one specimen from each sample using a Bartington furnace in free air in the University of Thessaloniki. Moreover, additional K-T curves in representative specimens have been performed in the University of Montpellier. First, a piece of archaeological material was crushed in an agate mortar and sieved to collect the 0.8-0.4 mm size fraction. Then K-T curves were acquired at low-temperature by means of a cryostat apparatus (CS-L) and at high-temperature under Argon using a furnace (CS-3) coupled to the KLY-3 Kappabridge instrument (Agico, Czech Republic). The studied material was first heated from the liquid nitrogen temperature (78 K) to about 650 °C and cooled down to room temperature. Finally the low temperature measurements were repeated from 78 K up to room temperature in order to see if any change occurred. The data were corrected for the empty holder and normalized to the maximum susceptibility (Fig. 2.9).

**Isothermal remanent magnetization** Isothermal remanent magnetisation (IRM) was imparted with an impulse magnetizer along three orthogonal axes with values of 0.2 T, 0.5 T and 2 T, respectively. Stepwise thermal demagnetization of this composite IRM (Lowrie, 1990) was performed in order to obtain unblocking temperatures of soft-, medium- and hard magnetic components. In order to infer the possible domain state of the main magnetic carriers the Lowrie-Fuller test (Lowrie and Fuller, 1971) was applied to selected samples. This test does not diagnose the domain structure but it is a useful indicator for the relative domain grain size (Xu and Dunlop, 1995). A simple form of this test is to compare the relative alternating field (AF) stability of TRM and SIRM (Saturated Isothermal Remanent Magnetization). For SD grains TRM is more resistant to AF than SIRM and for MD grains the opposite occurs. Samples were first AF dema-

### 2.3.3 Experimental procedures

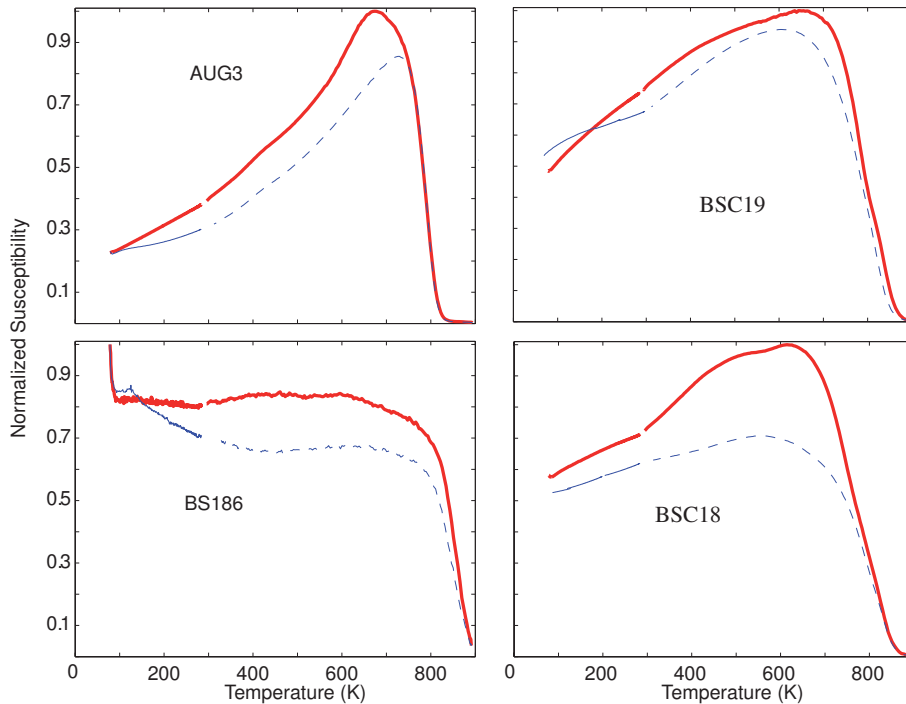


FIGURE 2.9 – Thermomagnetic curves at low- and high-temperature in Kelvin for samples AUG3 (burnt structure), BS186 (burnt structure), BSC19 (ceramic) and BSC18 (ceramic). The first heating from liquid nitrogen temperature (78 K) is the thick red curve and the second heating is the fine blue curve. The dashed line is the cooling part of the experiment.

gnetized up to 100 mT and then an isothermal remanent magnetization was imparted (1T) followed by the AF demagnetization of IRM up to 100 mT. The Lowrie-Fuller test is successful when the main carrier of magnetization is magnetite, in all other cases its interpretation is ambiguous (Xu and Dunlop, 1995).

**X-Ray spectroscopy** Ceramic samples from the archeological sites of Vasili and Dikili Tash have been subjected to mineralogical analysis. The purpose is to estimate the firing temperature after the elucidation of mineral phases in their ceramic bodies. The presence or absence of specific mineral assemblages determines the degree of thermal transformation which has occurred in the clay paste of ceramics during the firing procedure and as a consequence the firing temperature during the operation of kilns can be estimated (Maggetti, 1981; Cultrone et al., 2001; Bauluz et al., 2004; Maritan et al., 2006; Moroni and Conti, 2006; Rathossi and Pontikes, 2010; Rathossi et al., 2011). X-ray powder diffraction analysis (XRPD) was used for the mineralogical characterisation of ceramic samples. The analysis was carried out by using a Bruker D8 Advance Diffractometer with Ni-filtered Cu-K $\alpha$  radiation, operating at 40 kV, 40 mA, and detected using a Bruker LynxEye® detector at the Department of Geology, University of Patras. Qualitative analysis of minerals was performed by the DIFFRACplus EVA® software (Bruker-AXS) based on the ICDD Powder Diffraction File. The XRPD results of the

examined ceramic samples reveal either the presence of primary minerals representative of their raw materials or the crystallization of new high-T minerals which are the result of reactions between the decomposed primary minerals as the temperature raises.

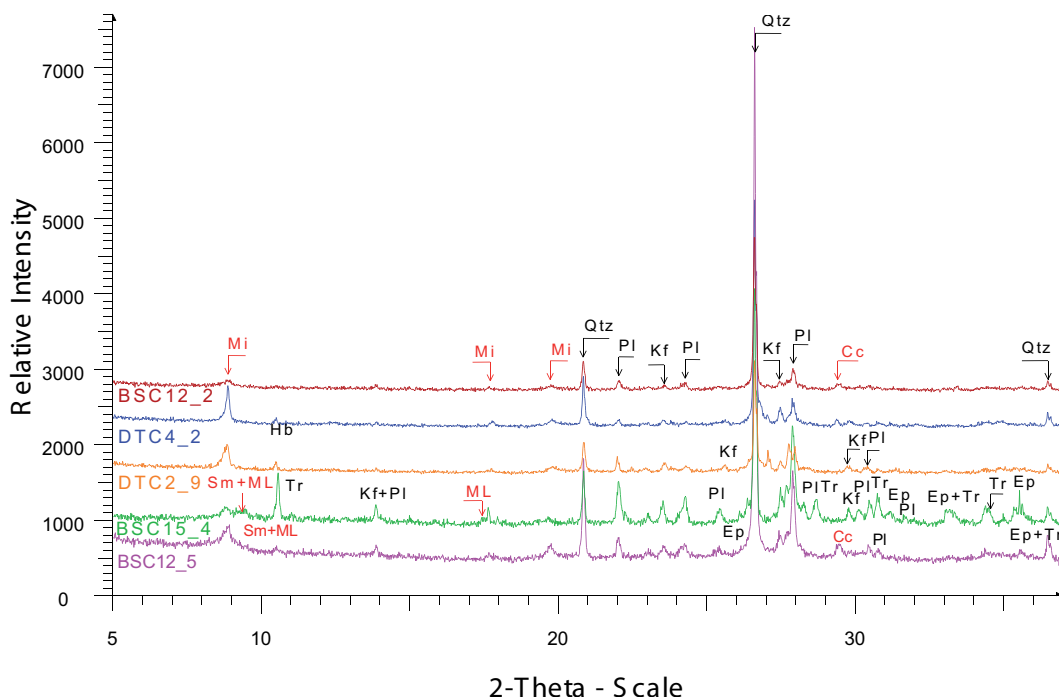


FIGURE 2.10 – X-Ray Powder Diffraction patterns for samples BSc12-2, BSc12-5, BSc15-4, DTC2-9 and DTC4-2. Abbreviations : Pl=plagioclase (albite or bytownite), Kf=k-feldspar (orthoclase), Di=diopside, Gh=gehlenite, Hb=hornblende, Tr=tremolite, Ep=epidote, Cc= calcite, Mi= white mica (illite, muscovite), Sm=smectite, ML=mixed-layer clay minerals.

*Samples from Vasili (Farsala)* : BSC12-5 and BSC15-4 seem to be fired at low temperature  $\approx 600^{\circ}\text{C}$ , as evidenced by the lack of new high-T minerals and by the preservation of primary calcite and clay minerals such as illite, smectite, mixed-layer phase (e.g. illite/smectite, smectite/chlorite), (Fig. 2.10). For the sample BSC12-2, the lower intense peaks of white mica (illite, muscovite) and the almost complete decarbonisation of calcite indicate higher firing temperature circa  $750$  and  $800^{\circ}\text{C}$  (Fig. 2.10). On the contrary, the starting of neo-crystallization of gehlenite as indicated by the weak reflection at  $2.86 \text{ \AA}$  in sample BSC25-4 and the presence of gehlenite and also diopside and spinel in sample BSC2A-2 in combination with the complete destruction of clay minerals in both samples assess that the firing T ranged between  $800$  and  $850^{\circ}\text{C}$  and between  $850$  and  $900^{\circ}\text{C}$  respectively. Weak reflections indicate that low amounts of hematite and magnetite are also included in the mineralogical composition of both last samples.

*Samples from Dikili Tash* : the mineralogical constituents of ceramic sample DTC1-4 testify that the firing was at temperatures high enough to decompose the clay minerals but as the neo-crystallization has just been started, the firing temperature can be estimated around  $800$ - $850^{\circ}\text{C}$  (Fig. 2.10). The well-preserved basal reflections of white mica

### 2.3.3 Experimental procedures

---

as well as the almost complete decarbonation of calcite and the absence of new minerals in samples DTC2-9, DTC4-2 imply that they have been fired at a little bit lower temperatures, around 750-800°C (Fig. 2.10).

#### Archeointensity experiments

**Experimental procedure** Archeointensity measurements were carried out in the laboratory of Geosciences Montpellier, using the Thellier and Thellier (1959) procedure in its original form, including regular partial thermoremanent magnetization checks (pTRM checks). Samples were heated and cooled twice for each temperature  $T_i$ . At each temperature  $T_i$ , the samples were cooled in an induced field of 45  $\mu\text{T}$  oriented along the  $z$ -axis of the core during the first cooling and in the opposite direction during the second one. Nine temperature steps were performed from room temperature to maximum 440°C with decreasing increments as the temperature increased (60-50-30). Every two temperature steps, a pTRM check was performed to detect any alteration in the pTRM acquisition capacity. All heating-cooling cycles were done under a vacuum better than 100 Pa in order to limit possible oxidation during the experiment. Each heating-cooling cycle required between six and eight hours. Temperature reproducibility between heatings at the same step is within 1°C. This control is ensured by means of three thermocouples placed at different positions within the heating chamber. The intensity of laboratory field is maintained with a precision better than 0.1  $\mu\text{T}$ . After each heating-cooling cycle, the remanent magnetization of each sample was measured by means of a JR-5A spinner magnetometer.

**Anisotropy correction** Archeomagnetic features such as kilns, bricks or ceramics are often characterized by a strong magnetic anisotropy (Aitken et al., 1981; Veitch et al., 1984). Hence, the strength of the artificial TRM acquired in the laboratory is directly dependant on the direction along which the magnetic field is applied. Unless the magnetic field is applied along the direction of the ancient field, an error will be introduced in the determination of the paleointensity. The importance of this error depends directly on the degree of anisotropy of the sample and on the relative orientations of the ancient and laboratory fields with respect to the principal anisotropy axes. A solution to correct this error is to determine the anisotropic tensor of each sample. Chauvin et al. (2000) have shown that AMS, AARM and TRM ellipsoids present the same orientation of the principal axes but their shapes are different. In order to obtain accurate data, we chose to correct the archeointensity measurements by means of the TRM anisotropy. The TRM tensor was determined at 440°C by remagnetizing the samples in +X, -X, +Y, -Y, +Z, and -Z directions. Between each remagnetization step, the samples were thermally demagnetized in order to measure the baseline. The procedure of TRM ellipsoid

is time consuming and 12 heatings are necessary. All measurements were corrected for the anisotropy in agreement with the Veitch et al. (1984)'s method.

### Cooling rate correction

The effect of the cooling rate (CR) on the acquisition of a TRM was first reported by Néel (1955) and later by Dodson and McClelland (1980) and Walton (1980), before being applied to archeomagnetism (Fox and Aitken, 1980; McClelland-Brown, 1984). For baked clays carrying single domain magnetic grains, the TRM acquired during a fast cooling is lower than the one acquired during a slow cooling. The effect of the CR on our samples was evaluated using the experimental procedure of Chauvin et al. (2000). Firstly, two heating-cooling cycles were performed at the temperature of 400 °C using a slow and a fast cooling rate :  $TRM_1$  is the TRM acquired during a fast cooling (3h) and  $TRM_2$  is the TRM acquired during a slow cooling (12h). The effect of the cooling rate was calculated by the ratio  $r_1$  defined as :

$$r_1 = \frac{TRM_2 - TRM_1}{TRM_1}. \quad (2.1)$$

Then a third TRM,  $TRM_3$ , was acquired by the samples by means of the same procedure as the initial one. Changes in the TRM acquisition of the samples was evaluated by the ration  $r_2$  defined as :

$$r_2 = \frac{TRM_3 - TRM_1}{TRM_1}, \quad (2.2)$$

which reports the alteration of the magnetic carrier properties. For each sample, we compared the two factors. The CR correction was considered significant only if the ratio  $r_2$  was close to 0 or lower than  $r_1$  .

### 2.3.4 Results

#### Rock magnetism

Thermomagnetic curves from the burnt structures and the majority K-T curves from the ceramics (more than 75%) show a good reversibility in spite of different shapes (Fig. 2.9), suggesting few mineralogical changes during heating. Curie points were calculated using the method of second derivative and vary between 520 and 580°C. This indicates that magnetite or Ti-poor titanomagnetite are the main magnetic carriers. The sharp decrease of the susceptibility at the Curie temperature denotes a rather homogeneous chemical composition at the sample scale. On the contrary, K-T curves from few samples, for example BSC18 (Fig 2.9), are not reversible and indicate that these samples are not stable against heating. These samples are not suitable for Thellier-Thellier experiments.

The thermal demagnetization of 3-axes composite IRM indicates the dominance of the soft component (x-axis, 0.05 T) in all cases (Fig. 2.11). Given that all previous



### 2.3.4 Results

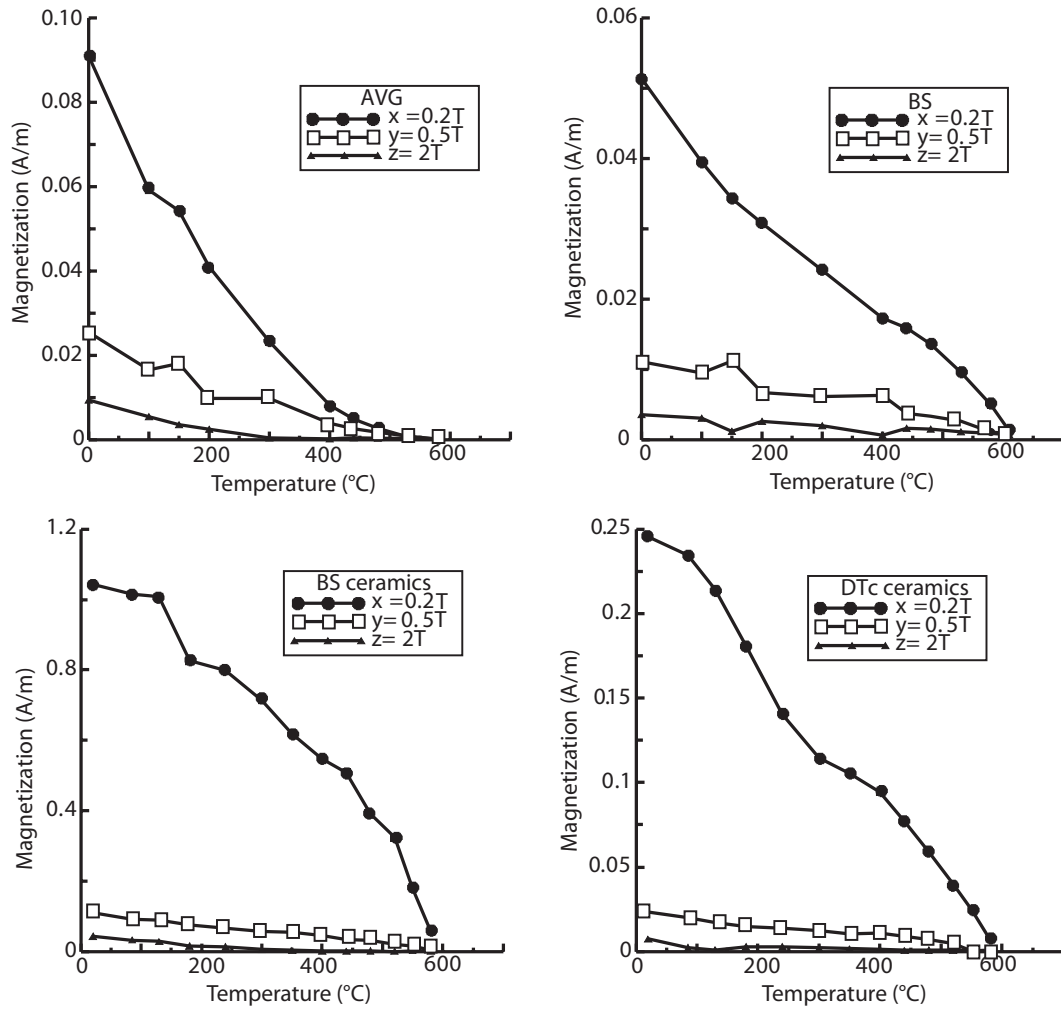


FIGURE 2.11 – Thermal stepwise demagnetization of the 3-axis IRM (0.2T 0.5T and 2T) of representative samples from AVG (burnt structure), BS (burnt structure and ceramic) and DT (ceramic).

experiments have confirmed the presence of magnetite as the main magnetic carrier, AF demagnetization of NRM and IRM (Lowrie-Fuller test) was applied in order to assess the possible domain state of the samples. As shown in figure 2.12, NRM decay curves are above the IRM ones indicating the presence of single or pseudo-single particles. Moreover, in the case of AVG and BS structures, the dominance of a low component carrier is confirmed as the samples are almost fully demagnetized at 100 mT. For the ceramics (BS and DT) a small viscous component of magnetization is observed in the first steps as well as contribution of SD magnetite or maghemite since the demagnetization of the samples is not complete at 100 mT.

### Archeointensity Results

**Selection criteria** Archeointensity data were interpreted using the Thelliertool software provided by Leonhardt et al. (2004). Using the statistical parameters introduced

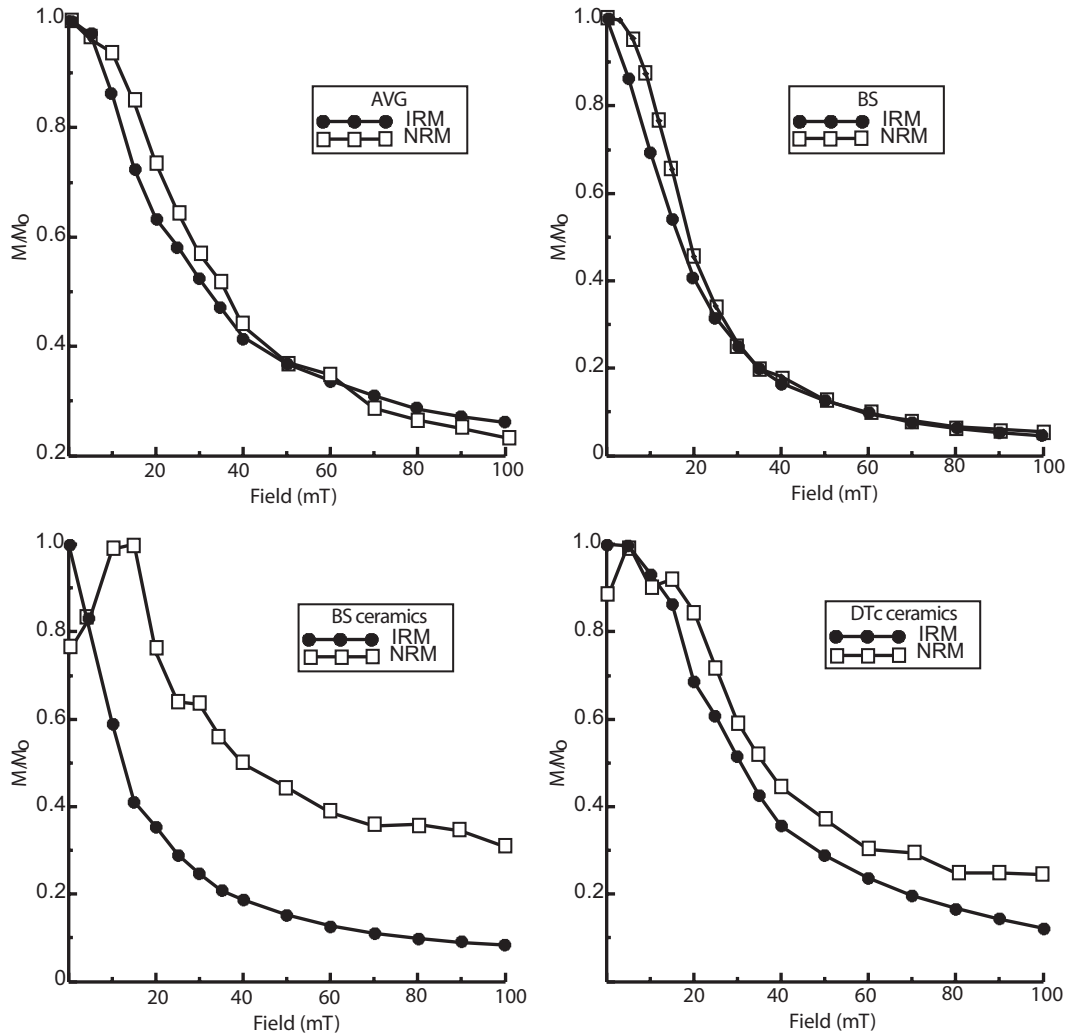


FIGURE 2.12 – *NRM and IRM AF-stepwise demagnetization (normalized by their respective maximum) for representative samples of AVG (burnt structure), BS (burnt structures), BS (ceramic) and DT (ceramic).*

by Coe et al. (1978) and modified by Prévot et al. (1985), we adopted a standard set of criteria derived from those of Selkin and Tauxe (2000) to interpret each individual archeointensity data and filter out those of poor technical quality. They are based on three types of consideration :

- Archeointensity measurements were represented by means of Arai diagrams in which the NRM remaining is plotted against the TRM acquired after each heating step. The slope of the least-squares-fit line computed from the linear part of these plots gives an estimate of the intensity. A value is rejected when the linear segment is defined by less than four points ( $n < 4$ ) or does not exceed more than 30% of the total NRM ( $f < 0.3$ ).
- pTRM checks must be performed to assess the reliability of an archeointensity value and to estimate the thermal alteration of the magnetic properties for each

### 2.3.4 Results

---

sample. We quantified the difference between two pTRM acquisitions at the same temperature by means of the Difference Ratio (DRAT) parameter. DRAT corresponds to the maximum difference measured in percentage between repeated pTRM acquisition normalized by the length of the selected NRM-TRM segment. We fixed arbitrarily an acceptable threshold at 10%.

- Finally we checked on the Zijdeveld plots computed from the archeointensity experiments that the NRM fraction used to calculate the intensity corresponds effectively to the characteristic remanent magnetization (ChRM) of the core. The low-temperature part of the NRM may contain natural secondary magnetizations, and at high temperature a chemical remanent magnetization may be acquired during the laboratory heating. This check is achieved qualitatively by a visual inspection of the vector endpoint diagrams. The points in the selected interval should trend toward the origin if the NRM is the ChRM.

**Results** All archeointensity results are summarized in Table 2.1 and selected examples are presented in figure 2.13. We obtained a high success rate for samples from burnt structures AVG (11 over the 12 samples) and BS (9 over the 10 samples). On the contrary a low success rate was obtained for ceramics from Dikili Tash (4 over the 10 samples) and no archeointensity could be determined on the 20 ceramic samples from Vasili. Successful archeointensities were observed through well-defined straight segments on NRM-TRM curves over a large range of NRM fraction ; 66% of archeointensity estimates are calculated with a NRM fraction greater than 40%. The visual analysis of the Zijdeveld diagrams show that our samples had a single component pointing toward the origin for most of the samples. The CR test gives very small correction coefficients  $r_1$ , between 1.1 to 5% and the alteration coefficients  $r_2$  are comprised between 1.2 to 6%. For each sample CR and alteration coefficients are very close, thus it is impossible to distinguish the contribution of CR from the contribution of alteration in the variation of the pTRM. That is why we decided to do not apply CR corrections on the final results. The anisotropy correction factors are reported in Table 1. The effect of anisotropy of TRM is relatively important and the factor correction ranges from 0.83 to 1.05 with an average value about 0.93. In most cases, the corrected archeointensity is lower than the uncorrected one. For each site we obtained a well defined mean value corrected for the A-TRM, but the quality factor  $q$  ranges from 2.83 to 69.4. Thus we calculated a weighted mean archeointensity  $H_m$  for each site, as recommended by Coe et al. (1978), with weights given by the standard error  $\sigma_i$  :

$$H_m = \frac{\sum w_i H_i}{\sum w_i} \quad (2.3)$$

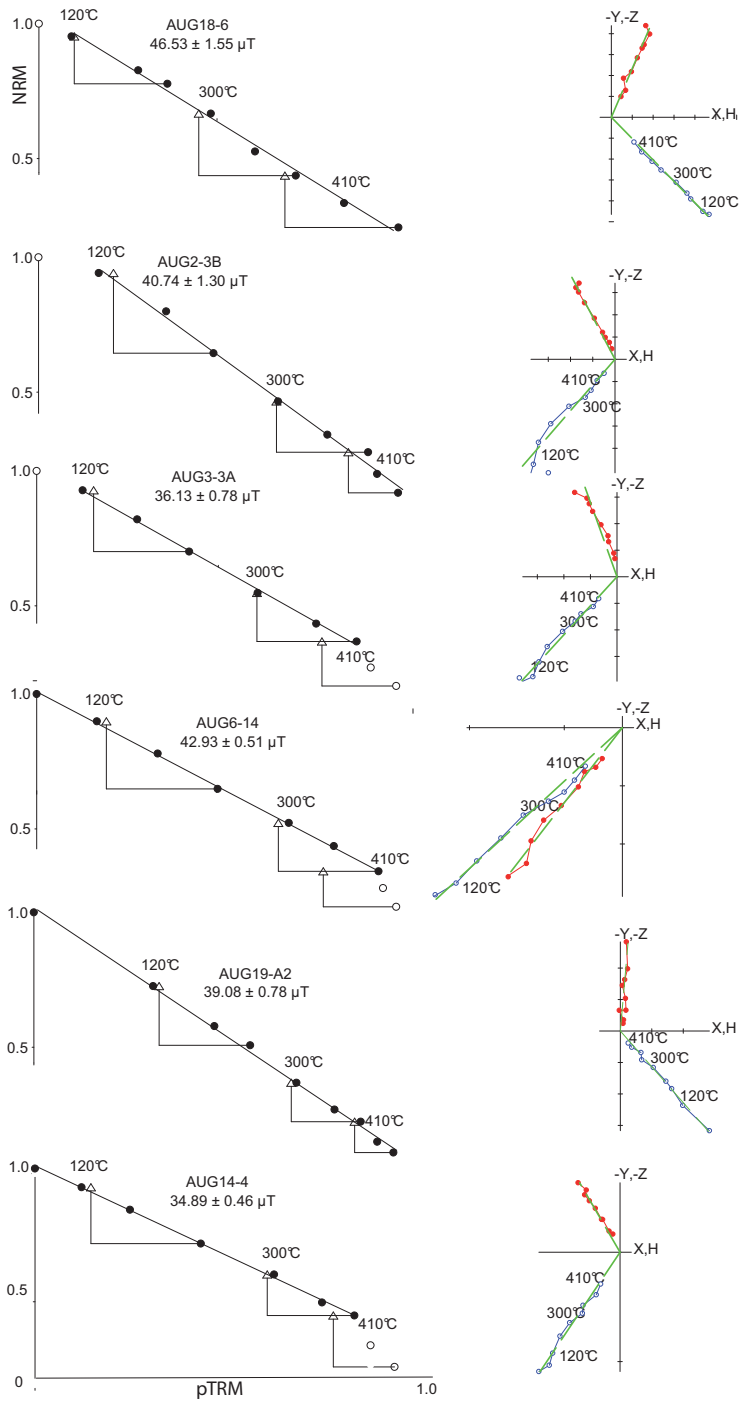


FIGURE 2.13 – Composite Arai diagrams for samples from Avgi and their respective Zijderveld plot. Solid (open) circles are NRM-TRM points accepted (rejected) to calculate the least squares line used to estimate the paleointensity. Triangles denote the pTRM checks. NRM and TRM are normalized by the NRM max and TRM max, respectively. For Zijderveld plots, projections are in geographical coordinates. Solid (open) symbols represent projections into horizontal (vertical) planes

where  $w_i = 1/\sigma_i^2$ . To estimate the mean standard error  $\sigma_m$ , we used the standard expression :

$$\sigma_m = \left( \frac{\sum (H_m - H_i)^2}{n(n-1)} \right)^{1/2}, \quad (2.4)$$

### 2.3.4 Results

where  $n$  is the number of measurements for a site. For AVG, BS and DT sites, the individual archeointensity estimates are fairly coherent when they are compared within a single site, as attested by the small mean standard errors  $\sigma_m$ , being inferior to 8% for the three sites.

TABLE 2.1 – Archeointensity results.  $n$  is the number of points in the interval of temperature  $T_{\min}$ - $T_{\max}$  used to determine the paleointensity; The fraction of NRM ( $f$ ), the quality factor ( $q$ ), the weight factor ( $w$ ); DRAT corresponds to the difference ratio between repeat pTRM steps normalized  $H$  is the uncorrected paleointensity estimate for individual specimen and uncertainty;  $\mathcal{F}_{aTRM}$  and  $\mathcal{F}_{CR}$  are the scaling factors for TRM anisotropy and the weighted averages for uncorrected paleointensities  $H$ , ATRM corrected paleointensities  $H_{aTRM}$ , and ATRM plus cooling rate corrected paleointensities  $H_{aTRM,CR}$ . Uncertainties around the estimate of the means are quoted with standard errors.

Sample	n	T°C min-max	f	q	w	DRAT %	H $\mu T$	$\mathcal{F}_{aTRM}$	$H_{aTRM}$ $\mu T$	VADM $10^{22} \text{ A.m}^2$
<b>AVGI</b>										
AVG1-7-	5	20-300	0.48	4.38	2.52	3.98	$44.5 \pm 3.6$	0.9825	$43.8 \pm 3.5$	
AVG2-3B-	8	120-440	0.72	19.0	7.76	4.89	$40.7 \pm 1.3$	0.9970	$40.6 \pm 1.3$	
AVG3-3A-	6	120-380	0.55	20.4	10.2	3.67	$36.1 \pm 0.78$	0.9580	$37.5 \pm 0.78$	
AVG6-14-	7	20-380	0.65	46.0	20.5	2.24	$42.9 \pm 0.51$	0.9358	$40.1 \pm 0.48$	
AVG12-8-	4	120-300	0.36	6.7	4.7	5.02	$43.8 \pm 1.5$	1.0059	$44.0 \pm 1.5$	
AVG14-4-	7	20-380	0.55	34.3	15.4	2.34	$34.9 \pm 0.46$	1.0118	$35.5 \pm 0.47$	
AVG16A-	5	20-300	0.45	3.49	2.01	2.38	$44.3 \pm 4.2$	0.9969	$44.1 \pm 4.2$	
AVG17-3A-	4	120-240	0.48	69.4	49.1	2.85	$35.0 \pm 0.15$	0.9786	$35.4 \pm 0.15$	
AVG18-6-	8	120-440	0.70	17.8	7.24	2.46	$46.5 \pm 1.6$	0.9523	$47.1 \pm 1.5$	
AVG19-A2-	9	20-440	0.87	30.0	13.6	1.41	$39.0 \pm 0.80$	0.9404	$37.5 \pm 0.75$	
AVG20A-	4	20-240	0.30	2.83	2.00	2.64	$38.1 \pm 2.5$	0.9202	$36.3 \pm 2.3$	
							<b>unweighted average :</b>		$40.2 \pm 1.2$	$6.90 \pm 0.21$
							<b>weighted average :</b>		$36.1 \pm 1.8$	$6.20 \pm 0.31$
<b>Vasili</b>										
BS16-1-5-	5	20-300	0.60	8.70	5.02	4.32	$27.2 \pm 1.3$	0.9461	$25.7 \pm 1.2$	
BS16-4-3-	7	20-380	0.57	14.8	6.63	3.57	$45.5 \pm 1.4$	0.9817	$43.6 \pm 1.4$	
BS16-5-3-	7	20-380	0.54	8.98	4.01	3.96	$46.0 \pm 2.2$	0.9575	$43.5 \pm 2.1$	
BS16-7-3-	7	120-410	0.45	13.3	5.95	8.77	$55.0 \pm 1.5$	0.9471	$51.4 \pm 1.4$	
BS18-1-4-	7	20-380	0.45	7.86	3.51	4.30	$70.5 \pm 3.4$	0.9399	$63.2 \pm 3.2$	
BS18-2-3-	6	120-380	0.37	5.34	2.67	7.28	$59.5 \pm 3.6$	0.8964	$49.8 \pm 3.2$	
BS18-5-4-	5	20-300	0.39	6.92	3.99	1.13	$52.7 \pm 2.2$	0.8372	$52.1 \pm 1.8$	
BS18-6-3-	10	20-450	0.68	58.7	22.2	4.90	$48.4 \pm 0.4$	0.9885	$48.1 \pm 0.40$	
BS18-6-5-	9	120-440	0.65	17.5	6.61	4.49	$52.9 \pm 1.7$	0.9950	$51.3 \pm 1.7$	
							<b>unweighted average :</b>		$47.6 \pm 3.4$	$8.17 \pm 0.58$
							<b>weighted average :</b>		$46.6 \pm 3.4$	$8.00 \pm 0.58$
<b>Dikili Tash</b>										
DTc1-1-	9	100-410	0.37	6.8	2.6	7.94	$83.7 \pm 3.9$	0.90	$75.3 \pm 3.5$	
DTc3-2-	9	150-410	0.46	3.3	1.4	6.00	$85.6 \pm 9.6$	0.90	$71.9 \pm 7.0$	
DTc4-1-	9	100-410	0.54	5.7	2.2	2.15	$87.4 \pm 7.1$	0.82	$71.7 \pm 5.0$	
DTc11-	8	100-390	0.53	4.2	1.7	6.94	$90.1 \pm 9.3$	0.79	$71.2 \pm 7.5$	
							<b>unweighted average :</b>		$72.5 \pm 0.9$	$12.5 \pm 0.15$
							<b>weighted average :</b>		$73.5 \pm 1.1$	$12.6 \pm 0.19$

### Directional results

TABLE 2.2 – Mean  $ChRM$  directions for AVG and BS.  $N/No$  : number of specimens contributed to the calculation of the mean direction / total number of the studied specimens.  $D$ ,  $I$  : averaged declination and inclination of the sites.  $\alpha_{95}$  : semi-angle of the confidence's cone.  $k$  : concentration parameter.

Site	Coordinates ( $\theta, \lambda$ )	$N/No$	$D(^{\circ})$	$I(^{\circ})$	$\alpha_{95}$	$k$
AVGI (AVG)	$40.5^{\circ}, 21.3^{\circ}$	34/39	8.3	53.2	3.4	54
VASILI (BS)	$39.3^{\circ}/22.3^{\circ}$	27/28	358.9	43.7	3.5	63

Accurate directions for the sites AVG and BS (ovens) were recently obtained by Aidona and Kondopoulou (2012). Nevertheless, we took advantage of the archeointensity experiment since it was performed on oriented samples, in order to check if, by adding

new entries, these results could be improved. For this purpose we calculated new D and I values from the specimens that were retained for the archeointensity calculations. The total set of available archeodirections is presented in table 2.2.

### 2.3.5 Discussion

#### Quality of the results

The total failure of the archeointensity experiments for BS ceramics and the partial one for DT, in spite of all classical selection criteria applied successfully, motivated us to search for any possible additional information. The X-Ray diffraction results are important to discuss the firing temperature of ceramics. As a general remark and with only two exceptions, the initial firing temperatures for the BS and DT ceramics, prior to the laboratory heatings, are sufficiently high to ensure formation of magnetic minerals and to work on a total TRM acquired during the last firing. This can not explain the bad results obtained for these artefacts. The ceramic samples always show important transformations against heatings, which is illustrated by un-reproduced pTRM checks in Arai plot (Fig 2.14,a). This can lead to the acquisition of a chemical remanent magnetization that superposes to the NRM. Actually, the acquisition of such magnetization must show in core coordinates a progressive deviation of the demagnetization curve in the vertical plane towards the vertical axis direction since the laboratory field is applied along the core  $z$ -axis (Fig.2.14,b). A quantitative estimate of this process can be done by means of the  $z$  parameter (Camps et al., 2011). Moreover, several samples yielded an important secondary component (Fig. 2.14,c), which can disturb the measurements.

An ultimate effort to explain the failure of the experiment on BSc sherds was provided through a bibliographic search. Several important aspects of the clay properties and heating procedures, especially for prehistoric sites, have been unexploited, at least in the archeomagnetic studies in the broader Balkan area. For instance, a pioneer study by Coey et al. (1979), introduces the use of hysteresis loops and color classification for characterizing potsherds. It is demonstrated that prehistoric potters would not have achieved perfectly reproducible conditions on different days or kilns. Furthermore, Goselain (1992), on the basis of experimental data from prehistoric firing places, defines heating rate and time of exposure as the most important parameters to assess ceramic technology. Moreover, he demonstrated a wide range of thermal variations within the same firing and also the same pottery. Consequently, defining the firing temperature on a pottery sherd cannot be representative for the whole collection. Another important information is that in a part of the Neolithic period, pottery was often fired in reducing kiln atmosphere, and exposed to air at the end of the firing cycle. This leads to the formation of pottery with a brick-coloured surface, but a grey core Wagner et al. (1998a). This feature is the one we met when the sherds from BS were broken and does not

### 2.3.5 Discussion

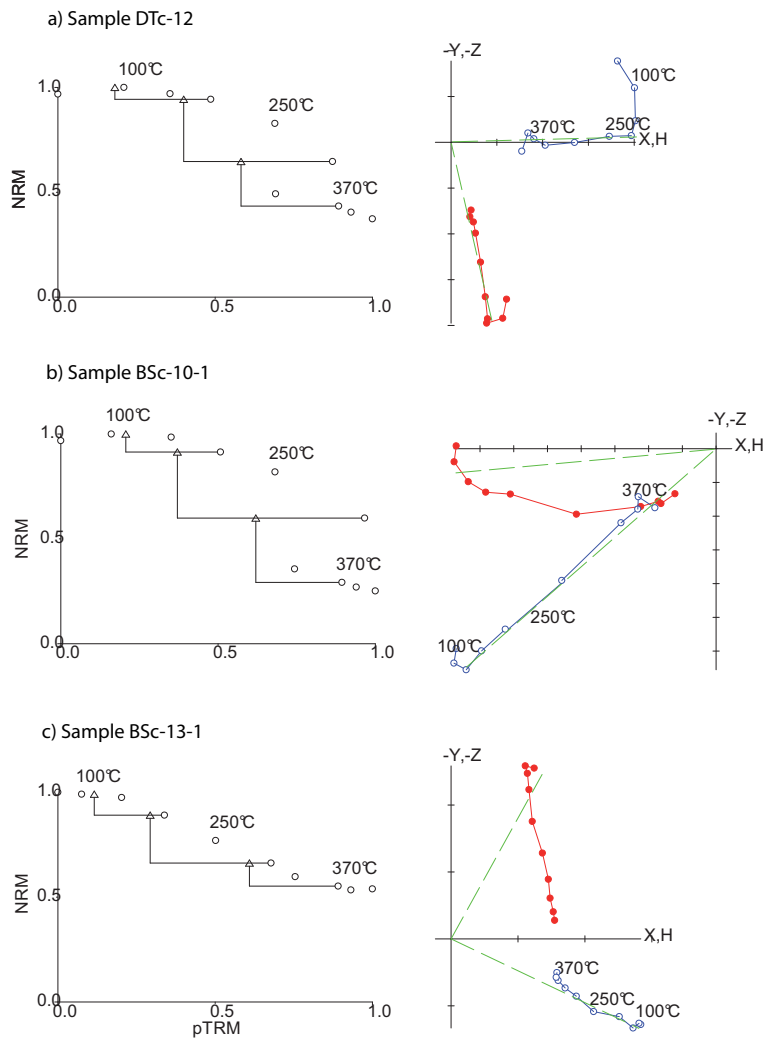


FIGURE 2.14 – Composite Arai diagrams and their respective Zijdeveld plot for rejected samples a) Dtc-12, b) Bsc-10-1 and c) Bsc-13-1. Same legend as Fig. A8

ensure a stable behavior during laboratory heating. Unfortunately this is the only test impossible to perform during samples selection in museums or excavation store rooms, due to severe archeological restrictions.

#### Comparison with other data

The last step to the evaluation of the present results is a comparison with the only archeointensity data obtained for this period in the same area (Thomas, 1981, 1983). Three prehistoric sites were investigated in the Greek mainland, among which the well known Sesklo and Dimini in Thessaly, some 40 kms east of BS. The very poor stratigraphic information available at that time was counterbalanced by several thermoluminescence results (Liritzis, 1989) and only the corresponding samples were used for the archeointensity experiment. This restriction explains their limited number -9 from Sesklo and 7 from Dimini- with ages spanning from  $5918 \pm 570$  BC to  $3359 \pm 380$  BC, comparable to our

BS site. The author performed a considerable number of tests about possible alteration, partial refiring, and a variety of methods, apart the Thellier one, to calculate intensities, namely the ARM (anhysteretic remanence) and SIRM corrections. The cooling rate was calculated as analogous to the natural one and no anisotropy correction was applied, after tests which, according to the author, did not reveal significant anisotropy values. The final reliable intensity values are derived from only 8 samples, with only one measurement on each of them. The mean calculated value is  $44.05 \pm 5.6 \mu\text{T}$  and converges with the one we obtained in the BS burnt structures. We believe that these two values can be retained as characteristic for the area and the period. If an explanation has to be given for the success, even on a limited number of samples, of the Sesklo and Dimini sherds, against the failure of the BS ones, the only plausible reason could be found in the color differences. Indeed, all the former present homogeneous hues between orange, pale orange and purple, while BS sherds hide below their red/brown outside a blackish core.

In order to compare our data to the other Greek and Bulgarian archeointensity values available in the bibliography, we calculated the Virtual Axial Dipole Moment (VADM) for all the data. BS and AVG values are in agreement with the other bibliographic data as well with the Balkan SVC (Fig. 2.15). Most of data available for the Neolithic period in the Balkans come from Bulgaria. As pointed out by Genevey et al. (2008); Donadini et al. (2009); Tema and Kondopoulou (2011), Greek archeointensities for this period are lower than the Bulgarian archeointensities, whereas our new results do not seem to follow this tendency (Fig. 2.15,a). It denotes probably a bias in measurements and underlines the problem of the selection data to build the global and regional models. This difference may be explained by a non systematic correction for the anisotropy of TRM and for the cooling rate, magnetic alteration non-detected in previous studies, and subjective interpretations of the Arai diagrams. The high intensity of DT site does not agree with the mean intensity of the Neolithic period. Because similar values are only found later during the Bronze Age, they may suggest a problem in the archeological dating, excluded by the excavator. However the poor quality of the measurements and the low success rate for this site let us think that these values should be used with caution. For the neolithic period, regional and global models show very smooth intensity variations and do not fit most of the data. This clearly shows that more data for this period are required in order to improve these models.

### Archeomagnetic dating

Since new reliable archeointensity results have been obtained in the present study and new directional results have been re-calculated as described above, a new archeomagnetic dating using the full vector of the geomagnetic field for AVG and BS sites is attempted.



### 2.3.5 Discussion

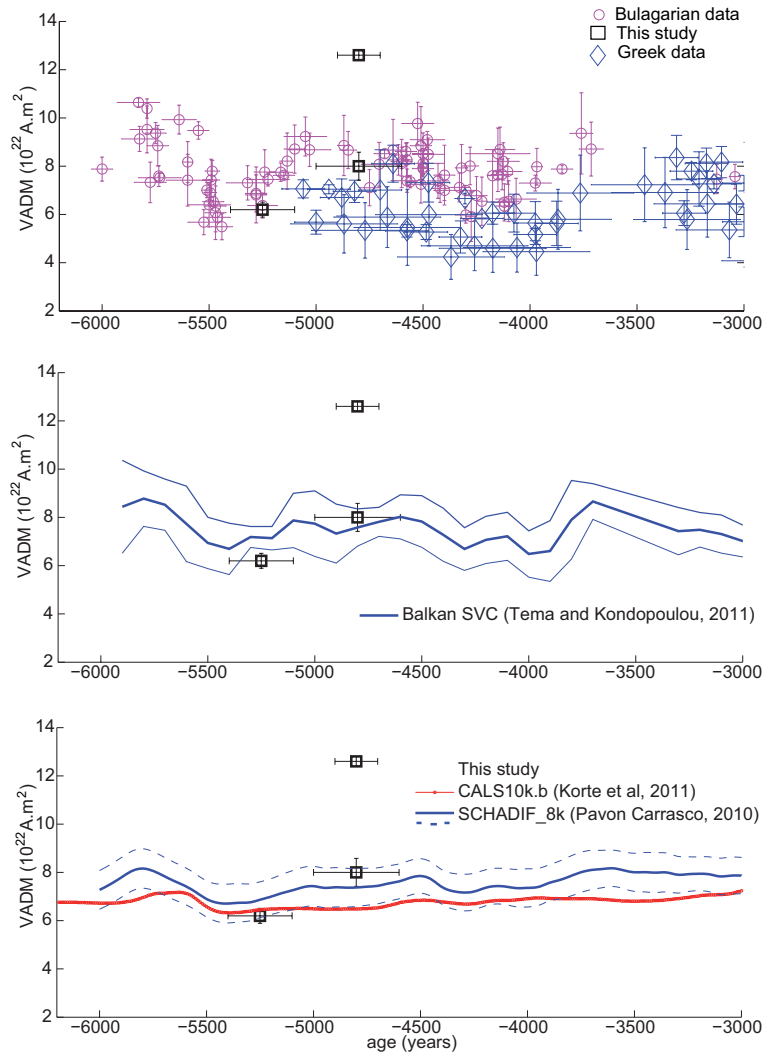


FIGURE 2.15 – VADM variation during the Neolithic period a) The new intensity results (black squares) plotted versus age together with literature intensity data from the Greece (diamonds) and Bulgaria (circles) area; b) the new data plotted together with the regional SV curves available for the South Balkan Peninsula; c) CALS10K.1b global and SCHA.DIF.8K regional geomagnetic field models results..

As mentioned by Aidona and Kondopoulou (2012) who performed the first dating of the same sites using only the directional data, it is not possible to use the Greek SVCs since they did not extend to the neolithic period. For this reason the Bulgarian reference curves were used after the relocation of the data to Sofia coordinates (Kostadinova-Avramova, personal communication). The dating intervals were obtained using REN-DATE software that is based on the Bayesian hierarchical approach as proposed by Lanos et al. (2005). The probability densities of declination, inclination and intensity are shown in figure 8. For AVG, the final dating after the combination of the three elements is 5390-5200 B.C. and for BS is 4970-4680 B.C. at 95% confidence level (Fig. 2.16). In both cases the new datings are more reliable and narrowed in comparison with the old ones (Aidona and Kondopoulou, 2012), confirming the important influence of the full vector of the

geomagnetic field in the dating procedure.

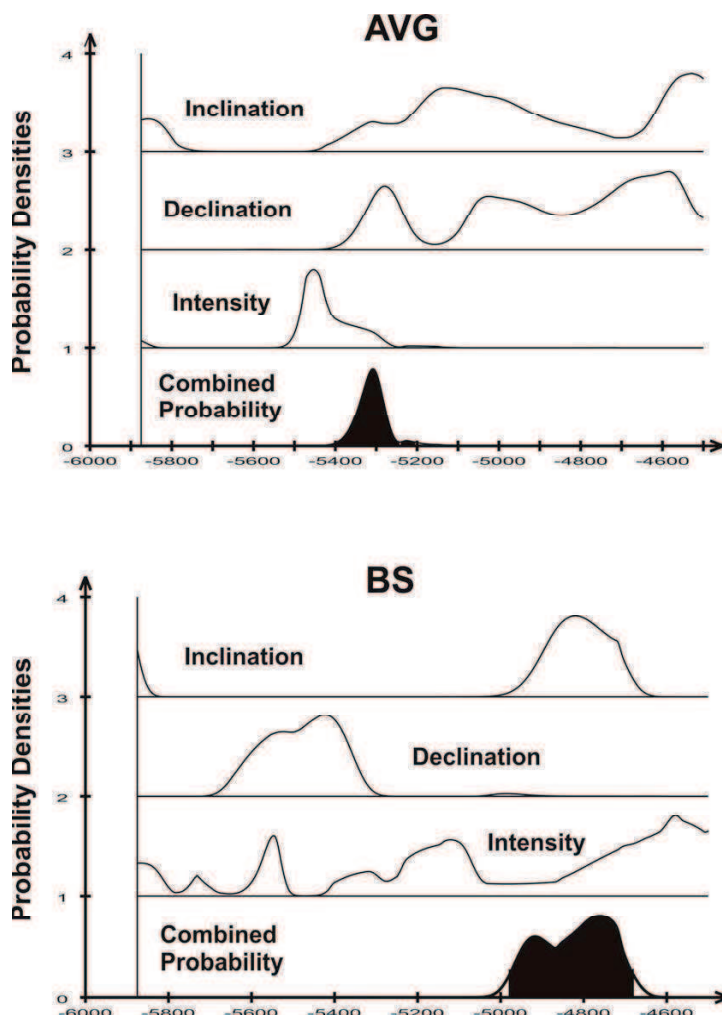


FIGURE 2.16 – Probability density dates determined at 95% confidence level by the Lanos' method (Lanos et al., 2005) for the AVG and BS sites using the combined dating intervals obtained from inclination, declination and intensity reference curves of Bulgaria.

### 2.3.6 Conclusion

Among the 60 samples used to estimate the archeointensity in three Neolithic sites in Northern Greece, only 23 gave a reliable measurement. Our study indicates that, surprisingly, very few ceramics samples have provided archeointensity values whereas samples from burnt structures presented a very good success rate. Complementary studies, including XRPD and archaeological arguments have shown that most ceramic samples probably have probably been fired to high temperatures (until 800°C), sufficiently high to ensure formation of magnetic minerals and to work on a total TRM acquired during the last firing. A wide range of thermal variations within the same firing and also within the same pottery could occur in prehistoric kilns. Consequently, defining the firing temperature on a pottery sherd, though useful, cannot account for temperatures of the

### 2.3.6 Conclusion

---

whole collection. During the Neolithic period, pottery was often fired in reducing kiln atmosphere, and exposed to air at the end of the firing cycle. This leads to the formation of pottery with a brick-coloured surface, but a gray core, and does not ensure a stable behavior during laboratory heating. Therefore, a detailed examination of the matrix color, following archeological information and classification standards is an important test for pre-selection of sherds that can be used for archeointensity experiments. We believe that this approach is a decisive step towards the exploitation of the rich collections of Greek prehistoric pottery which are likely to provide continuous recordings of archaeointensity values if properly sampled and studied.

In spite of these unsuccessful measurements on ceramic samples, we obtained an intensity value for the DT site of  $73.5 \pm 1.1 \mu\text{T}$ . This value is much more higher than other data from the same period in the same area. We believe suspicious this high value but we do not have evidences for a technical artefact during the experiment. We obtained reliable archeointensity, corrected from A-TRM and CR, for the AVG ( $36.1 \pm 1.8 \mu\text{T}$ ) and BS ( $46.6 \pm 3.4 \mu\text{T}$ ) sites, in agreement with previous studies. Using these new values for the intensity and directions and the former directional measurements, we achieved a new dating for these sites by means of the Bulgarian SVC is provided. This dating allows us to include the new results in the Greek reference curves, and initiate its extension towards older periods.