



**HAL**  
open science

# Cinétique de cicatrisation des traces de fission dans les cristaux d'apatite et histoire thermique de la bordure sud-est du Massif Central

Jocelyn Barbarand

► **To cite this version:**

Jocelyn Barbarand. Cinétique de cicatrisation des traces de fission dans les cristaux d'apatite et histoire thermique de la bordure sud-est du Massif Central. Sciences de la Terre. Université Henri Poincaré - Nancy 1, 1999. Français. NNT : 1999NAN10052 . tel-01747558

**HAL Id: tel-01747558**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01747558>**

Submitted on 29 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

SEN 99 / 52<sup>B</sup>

---

U.F.R. S.T.M.P.  
G.F.D. Sciences de la Terre

# Thèse

présentée pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université Henri Poincaré, Nancy I

Spécialité : Géochimie

par Jocelyn BARBARAND



## *Cinétique de cicatrization des traces de fission dans les cristaux d'apatite et histoire thermique de la bordure sud-est du Massif Central*

Soutenue publiquement le 2 Juin 1999 devant la commission d'examen composée de :

Pierre Barbey, Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy  
Maurice Pagel, Professeur, Université Paris-Sud, Orsay  
Günther Wagner, Professeur, Max-Planck-Institut, Heidelberg  
Alain Chambaudet, Professeur, Université de Franche-Comté  
Frédéric Walgenwitz, Ingénieur, Elf, Pau  
Daniel Ohnenstetter, Chargé de Recherche CNRS, CRPG, Nancy  
Francis Lucazeau, Chargé de Recherche CNRS, Montpellier

Président  
Directeur de thèse  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examineur  
Examineur  
Examineur



---

## AVANT-PROPOS

---

Ce travail a été réalisé en partie au Centre de recherche sur la géologie des matières premières minérales et énergétiques (Cregu) et au Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (C.R.P.G.) à Nancy. Je remercie les deux directeurs, Bernard Poty et John Ludden, pour avoir mis à ma disposition un environnement favorable.

Je remercie mon directeur de thèse, Maurice Pagel, qui m'a présenté la méthode des traces de fission il y a quelques années et qui a suivi ce travail jusqu'à son terme. Il a toujours porté un avis intéressé sur mes recherches et ce mémoire est le fruit de notre collaboration. Je le remercie pour la confiance qu'il m'a accordée et pour ses encouragements.

Je remercie les membres du jury qui ont bien voulu juger ce travail, le président Pierre Barbey, les deux rapporteurs Günther Wagner et Alain Chambaudet et les examinateurs Francis Lucazeau, Daniel Ohnenstetter et Frédéric Walgenwitz.

Ce travail a été financé par une bourse du ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche (M.E.N.E.S.R.) et a été mené à son terme grâce au soutien financier d'Elf (contrats en 1997 et 1998 "Etudes cristallographiques et structurales des cristaux d'apatite"). L'intérêt scientifique manifesté par Frédéric Walgenwitz (Elf) pour ce travail sur les traces de fission a été très important pour sa réalisation.

Cette étude a été réalisée en collaboration avec Anthony Hurford ; je le remercie, de même que l'ensemble de son laboratoire, pour son accueil à Londres et pour le partage de leurs connaissances sur les traces de fission. Je lui souhaite une meilleure santé.

Cette recherche a été entreprise sur un grand nombre d'échantillons et je remercie tous ceux qui m'ont permis l'accès à ces échantillons. En particulier, Frédéric Walgenwitz (Elf) pour les échantillons du bassin de Paris et de mer du

---

Nord, Jean François Sureau (B.R.G.M.) pour l'échantillonnage des forages BA1 et MM1 (programme Géologie Profonde de la France), Francis Lucazeau et Michel Séranne (GTS, Montpellier) pour les échantillons du Massif de St Guiral Liron dans le cadre du programme DBT "Surrection, érosion et morphologie de la bordure cévenole : mise en oeuvre d'une méthodologie quantitative", Fernando Noronha (Université de Porto) pour les échantillons de Panasqueira et Jean-Louis Oudin (Total) pour le charbon du delta de la Mahakam. Je remercie Christine Vétil (Elf) et Jean-Jacques Braun (Cregu) pour l'utilisation de leurs données traces de fission.

J'ai utilisé les échantillons étudiés par Nadia Ben Ghouma (Université de Franche-Comté) dans sa thèse grâce à son accord et celui d'Alain Chambaudet. Je les remercie vivement. Je remercie également Anthony Hurford qui m'a fourni quelques spécimens de cristaux d'apatite de sa collection.

Ce travail a nécessité la mise en oeuvre de nombreuses techniques d'étude ; je remercie tous ceux qui y ont collaboré. En particulier, Marc Chaussidon et Denis Mangin (C.R.P.G.) pour les analyses à la microsonde ionique, Philippe Blanc (Paris VI) pour les premières études en spectrométrie de cathodoluminescence, Gérard Panczer (L.P.C.M.L., Lyon I) pour les analyses de photoluminescence, Kerry Gallagher pour l'utilisation de Monte Trax, Michel Cuney et Marc Brouand (Cregu) pour leur aide dans l'irradiation des échantillons, Alain Kholer (Nancy I) pour l'apprentissage de l'utilisation du microscope électronique à balayage du service commun d'analyse, Robert Lehmann pour ses conseils de préparation des échantillons et Alain Rouillier pour son aide dans la conduite des expériences de recuit. Je remercie le laboratoire de géochimie de l'Université d'Orsay pour l'utilisation de la platine de cathodoluminescence à cathode froide Technosyn et de la microsonde électronique.

Je remercie tous ceux qui m'ont fait bénéficier de leurs connaissances au cours de ce travail, particulièrement Philippe Blanc, Andy Carter, Kerry Gallagher, Pierre-Yves Gillot, Anthony Hurford, Francis Lucazeau, Daniel Ohnenstetter, Michel Séranne, Ruth Siddall et Frédéric Walgenwitz.

---

# PLAN DU MEMOIRE

---

<b>Plan</b>	p. 5
<b>Liste des figures</b>	p. 10
<b>Liste des tableaux</b>	p. 15
<b>Liste des photographies</b>	p. 17
<b>I - INTRODUCTION</b>	p. 19
<b>II - L'ANALYSE DES TRACES DE FISSION DANS LES CRISTAUX D'APATITE</b>	p. 25
<b>A. Les traces latentes</b>	p. 27
1) Généralités sur les traces latentes	p. 27
2) Structure atomique d'une trace latente	p. 27
3) Mécanisme de formation	p. 28
4) Modèles de formation	p. 29
5) Origine des traces latentes dans les cristaux d'apatite	p. 29
<b>B. Révélation et observation des traces de fission dans les cristaux d'apatite</b>	p. 30
1) Principe de la révélation	p. 31
2) Traces de surface - traces confinées	p. 33
3) Conditions de révélation	p. 38
Les traces spontanées	p. 39
Les traces induites	p. 40
4) Mesure des longueurs des traces confinées	p. 40
<b>C. Préparation des échantillons</b>	p. 43
1) Echantillonnage, broyage et tamisage	p. 43
2) Séparation densimétrique et magnétique	p. 43
3) Préparation des plots d'analyse	p. 45
4) Conteneur d'irradiation	p. 45
<b>D. Datation par les traces de fission</b>	p. 46
1) Equation d'âge	p. 46
2) Paramètres de l'irradiation	p. 49
3) Equation pratique	p. 52
4) La calibration zêta	p. 53
5) Signification de la moyenne des âges apparents : âge groupé et âge moyen	p. 56
<b>E. Stabilité des traces</b>	p. 59
1) Causes de l'instabilité	p. 60
Température et temps	p. 60
Orientation cristalline	p. 62
Composition chimique	p. 63
2) Domaine de stabilité des traces de fission dans les cristaux d'apatite	p. 65
Zone effective de stabilité des traces	p. 65
Modèles de cicatrisation des traces et comparaison avec des exemples naturels	p. 67

---

3) Modélisation de l'histoire thermique à l'aide du logiciel Monte Trax	p. 70
Philosophie du programme Monte Trax	p. 71
Utilisation de Monte Trax	p. 72
<b>F. Mise en évidence et quantification des mouvements tectoniques et de l'érosion</b>	p. 74
<b><i>III - SPECTROMETRIE DE CATHODOLUMINESCENCE DES CRISTAUX D'APATITE : PRINCIPE ET MISE AU POINT DES CONDITIONS EXPERIMENTALES</i></b>	p. 83
<hr/>	
<b>A. Principe de la cathodoluminescence</b>	p. 85
<b>B. Etude de cristaux d'apatite naturels</b>	p. 88
1) Structure des cristaux d'apatite et substitution dans les différents sites cristallographiques	p. 88
Structure des cristaux d'apatite	p. 88
Substitution dans les cristaux d'apatite	p. 90
2) Les activateurs de la cathodoluminescence dans les cristaux d'apatite	p. 94
3) Hypothèses sur l'attribution de certaines bandes	p. 97
<b>C. Calibration et correction du système d'acquisition des spectres de cathodoluminescence</b>	p. 98
1) Présentation et description des appareils utilisés	p. 98
Le MonoCL2	p. 98
Spectroscopie de cathodoluminescence	p. 102
2) Corrections en longueur d'onde et calibration en intensité	p. 103
Correction en longueur d'onde	p. 105
Calibration en intensité	p. 106
lampe deutérium	p. 106
lampe quartz-iode	p. 108
fonction de l'appareil	p. 108
3) Décomposition des spectres de cathodoluminescence	p. 110
Principe	p. 110
Limites de la décomposition	p. 113
4) Conditions d'analyse	p. 114
<b>D. Variation du signal de cathodoluminescence</b>	p. 116
1) Conditions d'analyse	p. 116
2) Contrôle cristallographique de l'émission de CL	p. 117
3) Décroissance du signal sous le bombardement électronique	p. 119
<b>E. Association spectroscopie - spectrométrie de CL</b>	p. 121
<b>Conclusions</b>	p. 127
<b><i>IV - ROLE DE LA CHIMIE DES CRISTAUX D'APATITE SUR LA CINETIQUE DE CICATRISATION DES TRACES DE FISSION POUR DES EXEMPLES NATURELS</i></b>	p. 129
<hr/>	
<b>Introduction</b>	p. 131

<b>A. Présentation des échantillons</b>	p. 132
1) Mer du Nord	p. 132
Datation traces de fission	p. 133
Analyse à la microsonde électronique	p. 135
Analyse à la microsonde ionique	p. 136
Etude par cathodoluminescence	p. 138
2) Bassin de Paris	p. 143
Datation traces de fission	p. 145
Analyse à la microsonde électronique	p. 146
Analyse à la microsonde ionique	p. 147
Etude par cathodoluminescence	p. 149
3) Forage GPF de Balazuc	p. 162
Datation traces de fission	p. 162
Analyse à la microsonde électronique	p. 163
Etude par cathodoluminescence	p. 163
4) Grains d'apatite de la bordure ardéchoise	p. 165
Analyse à la microsonde électronique	p. 165
Analyse à la microsonde ionique	p. 166
Spectroscopie et spectrométrie de cathodoluminescence	p. 167
5) Cristaux d'apatite à rapport Cl/ variable	p. 171
Analyse à la microsonde électronique	p. 171
Analyse à la microsonde ionique	p. 172
Etude par cathodoluminescence	p. 173
Photoluminescence en temps résolu	p. 179
6) Cristaux d'apatite à caractéristiques chimiques et de recuit connues	p. 182
Etude par cathodoluminescence	p. 183
Photoluminescence en temps résolu	p. 191
<b>B. Relation entre spectres de cathodoluminescence et teneurs pour les différents activateurs</b>	p. 192
1) Les terres rares (Gd, Dy, Sm, Tb)	p. 192
Gadolinium (3,96 eV - 313 nm)	p. 193
Dysprosium (2,57 eV - 482 nm et 2,156 eV - 575 nm)	p. 196
Samarium (2,066 eV - 600 nm et 1,91 eV - 649 nm)	p. 198
Terbium	p. 198
Prise en compte de l'orientation et de la teneur en terres rares	p. 199
Conclusion	p. 200
2) Relation entre bande du manganèse et teneur en Mn <sup>2+</sup>	p. 200
3) Limites de détection	p. 204
<b>C. Affectation de la bande UV</b>	p. 205
1) Présentation de la bande UV	p. 206
2) Corrélation entre teneur et aire de la bande UV	p. 206
3) Les apports de la photoluminescence	p. 208
4) Prise en compte des défauts	p. 209
<b>D. Rôle de la chimie dans l'anisotropie de recuit</b>	p. 210
1) Relation entre concentrations en terres rares et recuit des traces de fission dans les cristaux d'apatite	p. 210
2) Relation entre bande de Ce <sup>3+</sup> et âge traces de fission	p. 213
3) Relation entre les âges traces de fission et d'autres éléments en substitution	p. 217
<b>Conclusion</b>	p. 218

---

**V - ETUDE DE LA CINÉTIQUE D'EFFACEMENT DES TRACES DE FISSION DANS LES CRISTAUX D'APATITE DE COMPOSITION VARIÉE ET MATURATION COUPLÉE DE LA MATIÈRE ORGANIQUE** p. 219

---

**Introduction** p. 221

**A. Protocole analytique** p. 221

- 1) Préparation des échantillons p. 221
- 2) Présentation du système expérimental p. 223
- 3) Préparation des capsules p. 225
- 4) Conditionnement des échantillons après recuit p. 226

**B. Résultats** p. 226

- 1) Réduction de la longueur moyenne des traces confinées de cristaux d'apatite de composition chimique variable p. 226
- 2) Maturation de la matière organique - valeur du T<sub>max</sub> p. 233

**C. Interprétation des résultats** p. 234

- 1) Paramètres contrôlant la cinétique d'effacement des traces de fission p. 234
  - Longueurs initiales p. 234
  - Cinétique d'effacement p. 237
- 2) Relation entre la cicatrisation des traces de fission et la maturation de la matière organique p. 241

---

**VI - RECONSTITUTION DE L'HISTOIRE THERMIQUE DE LA BORDURE SUD-EST DU MASSIF CENTRAL** p. 245

---

**Introduction** p. 247

**A. Présentation de la zone d'étude** p. 248

- 1) Localisation de la zone d'étude p. 248
  - Présentation géographique p. 248
  - Présentation géologique p. 248
- 2) Histoire de la bordure sud-est du Massif Central dans le cadre de l'évolution du bassin du sud-est p. 250
- 3) Données sur l'histoire thermique p. 252
- 4) Les indices de l'érosion p. 255

**B. Présentation des échantillons** p. 257

- 1) Stratégie d'échantillonnage p. 257
- 2) Ages des formations échantillonnées p. 261

**C. Résultats de l'analyse traces de fission** p. 262

- 1) Présentation des résultats p. 262
    - Echantillons du Vivarais p. 264
    - Echantillons des forages GPF p. 265
    - Echantillons de la bordure sud-est p. 266
  - 2) Relation entre l'altitude et les paramètres traces de fission p. 272
  - 3) Modélisation de l'histoire thermique p. 276
    - Les paramètres de la modélisation p. 276
    - Résultats de la modélisation p. 281
-

<b>D. Interprétation des résultats de l'analyse traces de fission</b>	<i>p. 289</i>
1) reconstitution de l'histoire thermique	<i>p. 289</i>
Les hypothèses de l'existence de températures élevées	<i>p. 291</i>
2) contrainte sur la morphologie de la bordure cévenole	<i>p. 296</i>
Les caractéristiques de l'érosion	<i>p. 299</i>
3) Conclusion	<i>p. 300</i>

## **VII- CONCLUSION GENERALE - PERSPECTIVES**

---

*p. 303*

### **Références bibliographiques**

*p. 309*

## **ANNEXES**

---

### **Annexe I : détermination du facteur zêta**

*p. 329*

Feuilles de calcul du facteur zêta pour les standards Durango, Fish Canyon et Mont Dromedary pour les différentes irradiations réalisées.

### **Annexe II : datation par les traces de fission**

*p. 345*

Feuilles de calcul de l'âge et représentation radiale pour les échantillons du bassin de Paris, de la Mer du Nord et de la bordure sud-est du Massif Central.

### **Annexe III : analyse à la microsonde électronique**

*p. 387*

Tableaux des résultats pour les échantillons du Bassin de Paris, de mer du Nord, de la bordure sud-est du Massif Central et des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.

### **Annexe IV : analyse à la microsonde ionique**

*p. 397*

Tableaux des résultats pour les échantillons du Bassin de Paris, de mer du Nord, de la bordure sud-est du Massif Central et des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.

### **Annexe V : décomposition des spectres de cathodoluminescence**

*p. 405*

Présentation des résultats de la décomposition en gaussiennes des spectres de CL pour les échantillons du bassin de Paris, de Mer du Nord et des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable et à caractéristiques chimiques et de recuit connues.

### **Annexe VI : spectres d'émission de photoluminescence en temps résolu**

*p. 449*

Présentation des spectres d'émission pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable et à caractéristiques chimiques et de recuit connues.

### **Annexe VII : résultats de la modélisation de l'histoire thermique par Monte Trax pour les échantillons de la bordure sud-est du Massif Central**

*p. 463*

## LISTE DES FIGURES

### Chapitre II : L'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite

Figure II-1 : présentation des trois phases de formation des traces selon le modèle des pointes d'explosions ioniques (Fleischer <i>et al.</i> , 1975).	p. 29
Figure II-2 : représentation schématique de la révélation des traces.	p. 32
Figure II-3 : variation de la densité de traces de fission induites en fonction du temps d'attaque (Meyer, 1990).	p. 33
Figure II-4 : présentation des deux types de traces de fission observés dans les cristaux d'apatite : les traces de surface et les traces confinées.	p. 34
Figure II-5 : comparaison des distributions des longueurs confinées et des longueurs projetées des traces pour deux types de diminution de la température.	p. 38
Figure II-6 : système d'acquisition des longueurs des traces confinées.	p. 41
Figure II-7 : mesure répétée d'un segment du réticule grille pour l'installation constituée du microscope Leica et de la tablette à digitaliser Wacom UltraPad A3.	p. 42
Figure II-8 : statistique de la mesure de 50 et 100 traces confinées aléatoirement choisies pour l'échantillon Pré de la Dame.	p. 42
Figure II-9 : protocole analytique utilisé pour séparer les cristaux d'apatite des échantillons étudiés.	p. 44
Figure II-10 : densité des traces induites dans le mica situé au dessus du dosimètre CN5 c3 placé en haut du conteneur dans l'irradiation du 28/10/97.	p. 51
Figure II-11 : représentation des différentes valeurs individuelles du facteur $\zeta$ .	p. 56
Figure II-12 : représentation des données de l'analyse traces de fission dans le graphique radial.	p. 59
Figure II-13 : données des expériences de recuit de Green <i>et al.</i> (1986) dans un diagramme d'Arrhénius.	p. 61
Figure II-14 : données du recuit isochrone pour trois temps différents pour les expériences de Green <i>et al.</i> , 1986.	p. 62
Figure II-15 : relation entre âge apparent et teneur en chlore pour des grains d'apatite provenant d'un échantillon de grès du bassin d'Otway (Green <i>et al.</i> , 1986).	p. 64
Figure II-16 : âges traces de fission et longueurs des traces confinées pour les échantillons des forages du bassin d'Otway par rapport à la température actuelle corrigée (Green <i>et al.</i> , 1989a).	p. 66
Figure II-17 : données des expériences de Green <i>et al.</i> (1986) et ligne d'isoréduction prédite par le modèle de Laslett <i>et al.</i> (1987) dans un diagramme d'Arrhénius.	p. 68
Figure II-18 : comparaison des longueurs moyennes des traces mesurées dans le bassin d'Otway et calculées par les différents modèles de cicatrisation.	p. 69
Figure II-19 : représentation des âges traces fission en fonction de l'altitude pour les provinces de South et de North Victoria (Gleadow & Fitzgerald, 1987 et Fitzgerald & Gleadow, 1988).	p. 76
Figure II-20 : bloc diagramme présentant les relations entre les différentes composantes du mouvement lors de soulèvement selon le concept de désempilement proposé par Brown (1991).	p. 78
Figure II-21 : représentation schématique du concept proposé par Brown (1991) pour reconstituer l'érosion.	p. 80

### Chapitre III : Spectrométrie de cathodoluminescence des cristaux d'apatite : principe et mise au point des conditions expérimentales

Figure III-1 : diagramme schématique des transitions pouvant être à l'origine des signaux de cathodoluminescence.	p. 86
---	-------

<b>Figure III-2</b> : représentation schématique de la structure d'un cristal d'apatite projetée sur le plan (0,0,1).	p. 89
<b>Figure III-3</b> : incorporation des terres rares dans les cristaux d'apatite à partir d'un fluide fluoré (Fleet & Pan, 1995b).	p. 92
<b>Figure III-4</b> : courbe d'efficacité du photomultiplicateur utilisé pour l'appareil MonoCL2 du service commun de microanalyse de l'Université de Nancy I.	p. 100
<b>Figure III-5</b> : spectre visible et correspondance entre longueur d'onde en nanomètres et énergie en électronvolts.	p. 102
<b>Figure III-6</b> : représentation schématique sur une coupe transversale des composants de la platine Technosyn modèle 8200.	p. 103
<b>Figure III-7</b> : spectres de cathodoluminescence de l'apatite de Durango pour différentes installations.	p. 104
<b>Figure III-8</b> : spectre de lampes à vapeur de mercure basse pression.	p. 105
<b>Figure III-9</b> : spectres de référence des lampes deutérium et quartz-iode.	p. 106
<b>Figure III-10</b> : spectres de la lampe Deutérium pour une forte et une faible intensité.	p. 107
<b>Figure III-11</b> : spectres de la lampe quartz-iode pour une forte et une faible intensité.	p. 108
<b>Figure III-12</b> : fonction de correction de l'appareil MonoCL2 du service commun de microanalyse de l'Université de Nancy I.	p. 109
<b>Figure III-13</b> : présentation des différentes étapes du traitement d'un spectre de cathodoluminescence.	p. 110
<b>Figure III-14</b> : exemple de décomposition d'un spectre de cathodoluminescence entre 1,8 et 2,5 eV.	p. 111
<b>Figure III-15</b> : exemples de décomposition de spectres en considérant un nombre variable de bandes.	p. 112
<b>Figure III-16</b> : présentation de deux types de décomposition pour un même spectre.	p. 113
<b>Figure III-17</b> : évolution de l'intensité de la cathodoluminescence en fonction de la haute tension appliquée au photomultiplicateur.	p. 115
<b>Figure III-18</b> : spectre de la résine araldite.	p. 116
<b>Figure III-19</b> : spectres d'un grain d'apatite d'un grès prélevé dans le forage de Balazuc BA1 pour différentes intensités du faisceau électronique.	p. 117
<b>Figure III-20</b> : spectres de cathodoluminescence acquis sur les faces prismatiques et basales d'un cristal de Durango.	p. 118
<b>Figure III-21</b> : acquisition de spectres de cathodoluminescence selon deux directions perpendiculaires pour deux échantillons.	p. 119
<b>Figure III-22</b> : évolution de la luminescence en fonction du temps pour différentes longueurs d'onde.	p. 120
<b>Figure III-23</b> : spectres de cathodoluminescence pour deux zones de l'auréole et pour un coeur détritique dans l'échantillon 1245m du forage BA1.	p. 126

#### **Chapitre IV : Rôle de la chimie des cristaux d'apatite sur la cinétique de cicatrisation des traces de fission pour des exemples naturels**

<b>Figure IV-1</b> : courbe d'enfouissement pour le puits MN1 où a été collecté l'échantillon X.	p. 133
<b>Figure IV-2</b> : histogramme de distribution des âges et graphique radial pour l'échantillon X.	p. 134
<b>Figure IV-3</b> : relation entre l'âge traces de fission et la teneur en uranium des grains d'apatite pour l'échantillon X.	p. 134
<b>Figure IV-4</b> : histogramme de distribution des âges et graphique radial pour l'échantillon E.	p. 135
<b>Figure IV-5</b> : relation entre l'âge traces de fission et la teneur en F pour les échantillons E et X.	p. 136
<b>Figure IV-6</b> : spectres des terres rares déterminés à la microsonde ionique pour les grains a1, a9, e3 et e11 de l'échantillon X et f5 et h4 de l'échantillon E.	p. 137
<b>Figure IV-7</b> : représentation de la distribution des terres rares pour les échantillons de la mer du Nord dans les diagrammes de Fleischer & Altschuler (1986).	p. 138

<b>Figure IV-8</b> : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon X de la mer du Nord.	p. 142
<b>Figure IV-9</b> : histogrammes de distribution des âges et graphiques radiaux des échantillons 1, 2 et 3 du bassin de Paris.	p. 145
<b>Figure IV-10</b> : relation entre l'âge déterminé par les traces de fission et la teneur en F pour les échantillons 1, 2 et 3 du bassin de Paris.	p. 146
<b>Figure IV-11</b> : spectres des terres rares déterminés à la microsonde ionique pour trois grains de l'échantillon 2 du bassin de Paris.	p. 147
<b>Figure IV-12</b> : spectres de terres rares déterminés à la microsonde ionique pour des grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 148
<b>Figure IV-13</b> : représentation de la distribution des terres rares selon Fleischer & Altschuler (1986) pour l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 148
<b>Figure IV-14</b> : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 1 du bassin de Paris.	p. 151
<b>Figure IV-15</b> : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 2 du bassin de Paris.	p. 151
<b>Figure IV-16</b> : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 1 du bassin de Paris pour la bande comprise entre 2,5 et 4,3 eV.	p. 156
<b>Figure IV-17</b> : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 2 du bassin de Paris pour la bande comprise entre 2,5 et 4,3 eV.	p. 157
<b>Figure IV-18</b> : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 158
<b>Figure IV-19</b> : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris pour la bande comprise entre 2,5 et 4,3 eV.	p. 159
<b>Figure IV-20</b> : histogramme de distribution des âges traces de fission et graphique radial pour l'échantillon Balazuc 1245m.	p. 163
<b>Figure IV-21</b> : spectres de cathodoluminescence de grains de l'échantillon Balazuc 1245m réalisés sur le coeur détritique.	p. 164
<b>Figure IV-22</b> : présentation des échantillons de la bordure ardéchoise dans le diagramme FeO - MnO (% poids).	p. 166
<b>Figure IV-23</b> : spectres de terres rares déterminés à la microsonde ionique pour quelques grains des échantillons de la bordure ardéchoise.	p. 167
<b>Figure IV-24</b> : spectres de cathodoluminescence de quelques cristaux d'apatite des échantillons de la bordure ardéchoise.	p. 170
<b>Figure IV-25</b> : teneur en F et en Cl (% poids) des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.	p. 172
<b>Figure IV-26</b> : spectres de terres rares déterminés à la microsonde ionique des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.	p. 176
<b>Figure IV-27</b> : spectres de cathodoluminescence des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.	p. 177
<b>Figure IV-28</b> : enregistrement de la luminescence pour une longueur d'onde d'excitation de 337 nm en fonction du temps, pour les activateurs à temps très courts de décroissance pour l'échantillon Durango.	p. 180
<b>Figure IV-29</b> : cristal d'apatite de l'échantillon Arendal étudié par spectrométrie de cathodoluminescence et photoluminescence.	p. 181
<b>Figure IV-30</b> : spectres de cathodoluminescence des cristaux à caractéristiques chimiques et de recuit connues.	p. 185
<b>Figure IV-31</b> : spectres de terres rares des échantillons Durango et Panaqueira.	p. 190
<b>Figure IV-32</b> : relation entre la teneur en Gd <sup>3+</sup> et l'aire de la bande de Gd <sup>3+</sup> obtenue après décomposition en gaussiennes.	p. 195
<b>Figure IV-33</b> : relation entre les aires de la bande UV et de la bande de Gd <sup>3+</sup> obtenue après décomposition en gaussiennes pour les échantillons 1 et 3 du bassin de Paris	p. 195
<b>Figure IV-34</b> : relation entre l'aire des bandes de cathodoluminescence à 2,57 et 2,15 eV et la teneur en Dy <sup>3+</sup> déterminée à la microsonde ionique pour les échantillons d'apatite à rapport Cl/F variable.	p. 197
<b>Figure IV-35</b> : relation entre l'aire de la bande de Dy <sup>3+</sup> et la teneur en Dy <sup>3+</sup> déterminée à la microsonde ionique pour quelques grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 198

<b>Figure IV-36</b> : relation entre l'aire des bandes de cathodoluminescence à 1,91 et 2,06 eV et la teneur en $\text{Sm}^{3+}$ déterminée par microsonde ionique pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.	p. 199
<b>Figure IV-37</b> : relations entre la teneur en MnO déterminée par microsonde électronique et l'aire de la bande de $\text{Mn}^{2+}$ et entre le rapport Fe/Mn et l'aire de la bande de $\text{Mn}^{2+}$ pour les échantillons de la bordure ardéchoise.	p. 202
<b>Figure IV-38</b> : relation entre la teneur en terres rares et l'aire de la bande de $\text{Mn}^{2+}$ obtenue après décomposition en gaussiennes pour les échantillons de la bordure ardéchoise.	p. 203
<b>Figure IV-39</b> : relation entre la teneur en $\text{Ce}^{3+}$ et l'aire des bandes à 3,6 et 3,3 eV pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable et l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 207
<b>Figure IV-40</b> : relation entre la teneur en terres rares légères, lourdes et totales et l'âge traces de fission pour quelques cristaux d'apatite de l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 211
<b>Figure IV-41</b> : relation entre la somme des bandes de $\text{Gd}^{3+}$ et de $\text{Dy}^{3+}$ et l'âge traces de fission pour les échantillons 1 et 3 du bassin de Paris.	p. 212
<b>Figure IV-42</b> : relation entre l'âge traces de fission et les teneur en terres rares lourdes pour les échantillons de mer du Nord.	p. 213
<b>Figure IV-43</b> : relation entre l'aire de la bande à 3,6 eV obtenue par décomposition en gaussiennes et l'âge traces de fission pour l'échantillon X de la mer du Nord.	p. 215
<b>Figure IV-44</b> : relation entre l'aire des bandes 3,6 et 3,3 eV obtenues par décomposition en gaussiennes et l'âge traces de fission pour l'échantillon Planzolles.	p. 215
<b>Figure IV-45</b> : relation entre l'intensité de la bande UV et l'âge traces de fission pour les grains de l'échantillon 1 du bassin de Paris.	p. 216
<b>Figure IV-46</b> : relation entre l'aire de la bande de $\text{Ce}^{3+}$ et l'âge traces de fission pour les échantillons 2 et 3 du bassin de Paris.	p. 216
<b>Figure IV-47</b> : relation entre la teneur en uranium et l'âge traces de fission pour l'échantillon Planzolles de la bordure ardéchoise.	p. 218

## Chapitre V : Cinétique d'effacement des traces de fission et maturation couplée de la matière organique

<b>Figure V-1</b> : schéma du dispositif expérimental utilisé pour les expériences de recuit.	p. 224
<b>Figure V-2</b> : histogrammes de distribution des longueurs des traces confinées induites pour les échantillons non chauffés.	p. 228
<b>Figure V-3</b> : histogrammes de distribution des traces des échantillons étudiés pour le stade de recuit à 250°C pendant 10 jours.	p. 230
<b>Figure V-4</b> : histogrammes de distribution des traces des échantillons étudiés pour le stade de recuit à 290°C pendant 10 jours.	p. 230
<b>Figure V-5</b> : évolution de la réduction de la longueur des traces confinées induites en fonction de la température.	p. 231
<b>Figure V-6</b> : expériences de recuit isochrone pour l'apatite de Durango pour trois temps différents (3, 10 et 30 jours).	p. 232
<b>Figure V-7</b> : représentation des données des expériences de recuit pour l'apatite de Durango dans le diagramme d'Arrhénius.	p. 233
<b>Figure V-8</b> : évolution du $T_{\text{max}}$ d'un charbon du delta de la Mahakam pour les différentes expériences réalisées.	p. 234
<b>Figure V-9</b> : relation entre la teneur en fluor, en CaO, en $\text{P}_2\text{O}_5$ ou en terres rares et la longueur moyenne des traces confinées pour les différents échantillons étudiés.	p. 235
<b>Figure V-10</b> : relation entre le degré de cicatrisation des traces de fission ( $L/L_0$ ) et les teneurs en F, CaO, $\text{P}_2\text{O}_5$ et en terres rares pour les stades de recuit à 215, 250 et 290°C pour les expériences à 10 jours.	p. 238
<b>Figure V-11</b> : relation entre le degré de cicatrisation des échantillons étudiés et l'aire de la bande de cérium.	p. 241
<b>Figure V-12</b> : relation entre le degré de cicatrisation des traces de fission et la valeur du $T_{\text{max}}$ pour les expériences de recuit réalisées à 3, 10 et 30 jours.	p. 242
<b>Figure V-13</b> : modélisation de l'histoire thermique d'un échantillon du delta de la Mahakam à l'aide de Monte Trax.	p. 243

## Chapitre VI : Reconstitution de l'histoire thermique de la bordure sud-est du Massif Central

---

Figure VI-1 : carte géologique de la bordure sud-est du Massif Central.	p. 249
Figure VI-2 : exemple d'un profil d'échantillonnage réalisé au niveau de Largentière et localisation des échantillons.	p. 258
Figure VI-3 : localisation des échantillons étudiés.	p. 259
Figure VI-4 : relation entre la longueur des traces confinées et l'âge traces de fission pour les échantillons étudiés.	p. 265
Figure VI-5 : histogrammes de distribution des âges traces de fission pour les échantillons étudiés.	p. 267
Figure VI-6 : histogrammes de distribution des longueurs des traces confinées pour les échantillons étudiés.	p. 270
Figure VI-7 : relation entre la teneur en F et en Cl et l'âge traces de fission pour quelques échantillons étudiés.	p. 273
Figure VI-8 : relation entre l'altitude et l'âge traces de fission.	p. 274
Figure VI-9 : relation entre l'altitude et la longueur moyenne des traces confinées.	p. 276
Figure VI-10 : modélisation inverse d'une diminution linéaire de la température correspondant à un âge proche de ceux des échantillons du socle ardéchois.	p. 277
Figure VI-11 : définition des différentes boîtes utilisées pour la modélisation des échantillons.	p. 278
Figure VI-12 : modélisation de l'histoire thermique de l'échantillon Pré de la Dame pour un scénario à 3, 4 ou 5 boîtes.	p. 280
Figure VI-13 : modélisation inverse d'une histoire thermique où la température maximale connue avant la diminution de la température est de 105°C.	p. 281
Figure VI-14 : représentation schématique des différentes types d'histoire thermique mis en évidence par la modélisation Monte Trax.	p. 285
Figure VI-15 : modélisation inverse de l'histoire thermique d'échantillons ayant franchi la zone partielle de rétention des traces récemment ou il y a plus longtemps.	p. 287
Figure VI-16 : modélisation de l'histoire thermique de l'échantillon La Chastelle pour les trois modèles de cicatrisation des traces.	p. 288
Figure VI-17 : modélisation inverse par Monte Trax d'un épisode de circulation fluide pour le modèle de Laslett et al. (1987).	p. 293
Figure VI-18 : représentation des échantillons du socle ardéchois et du Vivarais en fonction de la distance au bassin et de leur altitude.	p. 297

## Chapitre VII : Conclusion générale

---

Figure VII-1 : proposition d'un protocole d'analyse pour les échantillons montrant plusieurs populations d'âges traces de fission.	p. 306
--	--------

---

## **LISTE DES TABLEAUX**

---

### **Chapitre II : L'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite**

---

<b>Tableau II-1</b> : conditions de révélation des traces spontanées dans les cristaux d'apatite pour différents laboratoires.	p. 39
<b>Tableau II-2</b> : conditions de révélation des traces induites dans les micas pour différents laboratoires.	p. 40
<b>Tableau II-3</b> : variation de la densité des traces induites dans les détecteurs en fonction de la position des verres standards dans le conteneur.	p. 50
<b>Tableau II-4</b> : différentes déterminations du facteur $\zeta$ avec pour dosimètre le verre Corning CN5 et un mica pour détecteur.	p. 55

### **Chapitre III : Spectrométrie de cathodoluminescence des cristaux d'apatite : principe et mise au point des conditions expérimentales**

---

<b>Tableau III-1</b> : positions en électronvolts des principales bandes des activateurs reconnues pour les cristaux d'apatite.	p. 95
<b>Tableau III-2</b> : correspondance entre la taille du faisceau électronique du M.E.B. et l'intensité du courant en fonction de l'accélération des électrons.	p. 115

### **Chapitre IV : Rôle de la chimie des cristaux d'apatite sur la cinétique de cicatrisation des traces de fission pour des exemples naturels**

---

<b>Tableau IV-1</b> : résultats de la décomposition en gaussiennes des bandes de cathodoluminescence des spectres des grains de l'échantillon X de mer du Nord.	p. 143
<b>Tableau IV-2</b> : résultats de la décomposition en gaussiennes des bandes de cathodoluminescence des spectres des échantillons 1 et 2 du bassin de Paris.	p. 160
<b>Tableau IV-3</b> : résultats de la décomposition en gaussiennes des bandes de cathodoluminescence des spectres de l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 161
<b>Tableau IV-4</b> : rapport de l'aire de la bande à 3,6 eV sur l'aire de la bande à 3,3 eV pour des grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 162
<b>Tableau IV-5</b> : composition chimique des cristaux étudiés (Ben Ghouma, 1995).	p. 182
<b>Tableau IV-6</b> : énergie d'activation pour les différents échantillons calculés à partir des diagrammes d'Arrhénius (Ben Ghouma, 1995).	p. 183
<b>Tableau IV-7</b> : aires des différentes bandes de cathodoluminescence après décomposition en gaussiennes et teneur des activateurs supposés pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.	p. 193
<b>Tableau IV-8</b> : aires des différentes bandes de cathodoluminescence après décomposition en gaussiennes et teneur des activateurs pour l'échantillon 3 du bassin de Paris.	p. 196
<b>Tableau IV-9</b> : teneur en MnO et en FeO et résultats de la décomposition de la bande du Mn <sup>2+</sup> pour les échantillons de la bordure ardéchoise.	p. 201
<b>Tableau IV-10</b> : relation entre l'intensité du signal de photoluminescence pour la bande composée par Ce <sup>3+</sup> et Eu <sup>2+</sup> et la teneur en Ce <sup>3+</sup> et Eu <sup>2+</sup> déterminée à la microsonde ionique pour les échantillons d'apatite à rapport Cl/F variable.	p. 209

### **Chapitre V : Cinétique d'effacement des traces de fission et maturation couplée de la matière organique**

---

<b>Tableau V-1</b> : couples temps - température et nature des échantillons pour les expériences de recuit.	p. 223
---	--------

---

---

<b>Tableau V-2</b> : longueurs des traces confinées et pourcentage de recuit pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable pour les expériences à 10 jours.	p. 228
<b>Tableau V-3</b> : longueurs des traces confinées et pourcentage de recuit pour les cristaux d'apatite de Durango et Panasqueira.	p. 229
<b>Tableau V-4</b> : Tmax obtenus par pyrolyse Rock-Eval pour les échantillons de charbon du delta de la Mahakam chauffés expérimentalement.	p. 233
<b>Tableau V-5</b> : longueur des traces confinées induites avant recuit et teneurs des principaux éléments pour les cristaux d'apatite étudiés.	p. 236

## **Chapitre VI : Reconstitution de l'histoire thermique de la bordure sud-est du Massif Central**

---

<b>Tableau VI-1</b> : données de l'étude des inclusions fluides pour les sites miniers de la bordure sud-est du Massif Central.	p. 253
<b>Tableau VI-2</b> : données des datations U/Pb et K/Ar pour les différents sites miniers de la bordure sud-est du Massif Central.	p. 254
<b>Tableau VI-3</b> : présentation des échantillons analysés sur la bordure sud-est du Massif Central.	p. 260
<b>Tableau VI-4</b> : données radiochronologiques sur les granitoïdes échantillonnés.	p. 261
<b>Tableau VI-5</b> : résultats de l'analyse des traces de fission pour les échantillons du socle ardéchois et de la bordure ardéchoise.	p. 263
<b>Tableau VI-6</b> : résultats de l'analyse des traces de fission pour les échantillons du massif de Saint Guiral Liron.	p. 264
<b>Tableau VI-7</b> : résultats de la modélisation par Monte Trax des échantillons de la bordure sud-est du Massif Central.	p. 283

---

## LISTE DES PHOTOGRAPHIES

---

### Chapitre II : L'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite

---

- Photo II-1** : traces de fission dans un cristal issu d'un grès de la bordure ardéchoise au grossissement total de 500. p. 31
- Photo II-2** : traces confinées observées en lumière transmise dans un cristal d'apatite. p. 37
- Photo II-3** : traces confinées observées en lumière réfléchie dans un cristal d'apatite. p. 37

### Chapitre III : Spectrométrie de cathodoluminescence des cristaux d'apatite : principe et mise au point des conditions expérimentales

---

- Photo III-1** : présentation du système MonoCL2 installé sur le M.E.B. du service commun de microanalyse de l'Université Nancy I. p. 99
- Photo III-2** : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 de Balazuc observé sur la platine CL Technosyn. p. 123
- Photo III-3** : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 de Balazuc analysé au microscope électronique à balayage en électrons secondaires. p. 123
- Photo III-4** : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 de Balazuc analysé au microscope électronique à balayage en électrons rétrodiffusés. p. 125
- Photo III-5** : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 de Balazuc analysé au MonoCL2 installé sur le M.E.B. du service commun de microanalyse. p. 125

### Chapitre IV : Rôle de la chimie des cristaux d'apatite sur la cinétique de cicatrisation des traces de fission pour des exemples naturels

---

- Photo IV-1** : cristaux d'apatite de l'échantillon X de la mer du Nord observés sur la platine CL Technosyn. p. 141
- Photo IV-2** : cristaux d'apatite de l'échantillon E de la mer du Nord observés sur la platine CL Technosyn. p. 141
- Photo IV-3** : cristaux d'apatite de l'échantillon 1 du bassin de Paris observés sur la platine CL Technosyn. p. 153
- Photo IV-4** : cristaux d'apatite de l'échantillon 2 du bassin de Paris observés sur la platine CL Technosyn. p. 153
- Photo IV-5** : cristaux d'apatite de l'échantillon 2 du bassin de Paris observés sur la platine CL Technosyn. p. 155
- Photo IV-6** : cristal d'apatite de l'échantillon 1 du bassin de Paris observé sur la platine CL Technosyn. p. 155
- Photo IV-7** : cristaux d'apatite de l'échantillon du col du Mercou observés sur la platine CL Technosyn. p. 169
- Photo IV-8** : grains d'apatite de l'échantillon Planzolles observés sur la platine CL Technosyn. p. 169
- Photo IV-9** : cristal d'apatite de l'échantillon Gun-F observé sur la platine CL Technosyn. p. 175
- Photo IV-10** : cristal d'apatite de l'échantillon Ødegårdens Verk observé sur la platine CL Technosyn. p. 175
- Photo IV-11** : cristal d'apatite de l'échantillon Panasqueira observé au microscope optique. p. 187
- Photo IV-12** : cristal d'apatite de l'échantillon Ontario ON5 observé sur la platine CL Technosyn. p. 187
- Photo IV-13** : cristal d'apatite de l'échantillon Ontario ON5 observé au M.E.B. en image d'électrons rétrodiffusés. p. 189
-

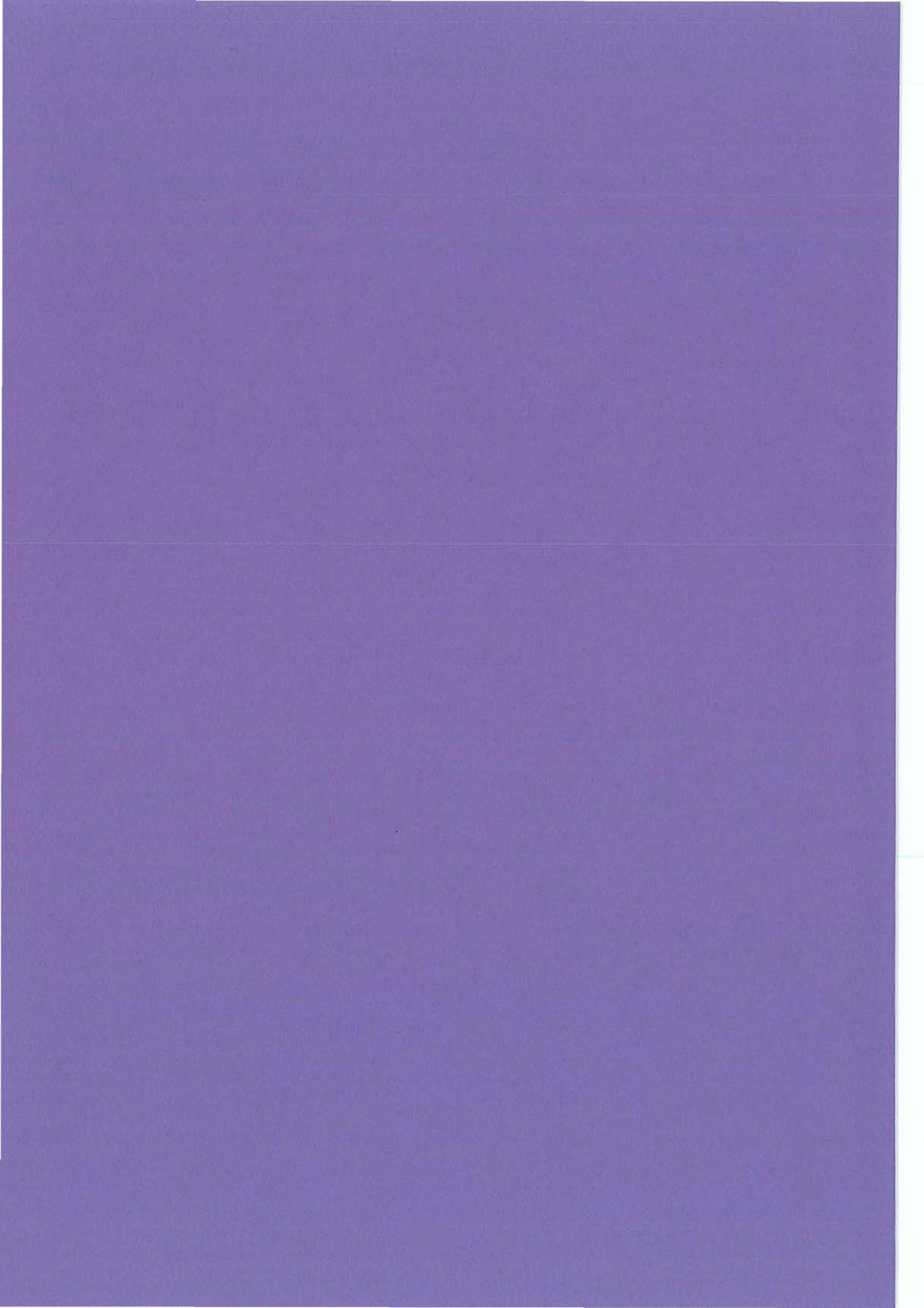
**Photo IV-14** : cristal d'apatite de l'échantillon Ontario ON5 observé au M.E.B. en image de cathodoluminescence.

p. 189

---

## *INTRODUCTION*

---



---

## INTRODUCTION GENERALE

---

L'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite est une méthode mise au point au cours des années 60, pour laquelle des progrès significatifs ont été réalisés dans les années 80 avec l'utilisation des longueurs des traces confinées, et qui est aujourd'hui largement utilisée dans des environnements variés pour reconstituer l'histoire thermique basse température des roches (bassins sédimentaires, chaînes de montagnes...).

La méthode repose sur deux propriétés fondamentales des traces : elles sont formées lors de la fission spontanée des atomes d' $^{238}\text{U}$  et représentent par conséquent un marqueur du temps ; elles sont métastables et sont effacées pour des températures supérieures à  $110^{\circ}\text{C}$  pendant des durées géologiques et constituent par conséquent un marqueur de la température. De plus, leur effacement est progressif pour un intervalle de température continu entre  $60$  et  $110^{\circ}\text{C}$  environ ce qui induit une sensibilité importante aux modifications fines de température. Ainsi, la température rencontrée et la date de cet événement peuvent être obtenues pour un même point. Ces deux caractéristiques font des traces de fission une méthode unique ubiquiste pour reconstituer l'enfouissement et le soulèvement des roches.

L'étude des traces de fission dans les cristaux d'apatite nécessite la révélation des traces afin de pouvoir les observer directement au microscope optique. La datation consiste à déterminer la densité des traces spontanées présentes dans les cristaux et la densité des traces induites lors d'une irradiation dans un réacteur neutronique. Cette irradiation permet de déterminer la teneur en uranium des échantillons. La datation nécessite en outre une calibration (calibration du facteur zéta) afin de tenir compte des facteurs d'observation et de s'affranchir de la détermination du flux neutronique. La cicatrization des traces est définie par la mesure des longueurs des traces horizontales incluses dans le cristal (traces confinées). Cette mesure est réalisée à l'aide d'une tablette à digitaliser connectée au microscope. La description de la méthode, les paramètres nécessaires à son utilisation et les informations apportées font l'objet du *chapitre II*.

---

La cicatrisation des traces de fission dans l'apatite dépend donc de la température et du temps. Cependant, ces mécanismes sont également contrôlés par la composition chimique des cristaux d'apatite. La teneur en chlore joue un rôle déterminant dans le contrôle de la cinétique d'effacement des traces de fission. Bien que les différents environnements géologiques soient caractérisés par la présence de cristaux de fluorapatite avec des teneurs en chlore faibles et uniformes, les cinétiques de cicatrisation entre les cristaux varient significativement pour de nombreuses situations. Il apparaît ainsi nécessaire de caractériser le rôle joué par les différents éléments présents dans les cristaux d'apatite pour améliorer la méthode et obtenir des résultats plus précis.

Une approche originale est proposée pour étudier le rôle de la chimie des cristaux dans la stabilité des traces. Des populations de cristaux d'apatite naturels issus d'échantillons provenant d'environnements géologiques variés et présentant des âges traces de fission caractéristiques d'une cicatrisation hétérogène selon les grains ont été étudiées à l'échelle du cristal par microsonde électronique, spectroscopie et spectrométrie de cathodoluminescence ou sonde ionique pour définir le rôle joué par différents éléments présents, en substitution ou non, dans le cristal (Cl, F, Mn, éléments des terres rares). Parallèlement, des expériences de recuit ont été réalisées avec des grains de composition chimique différente afin de déterminer l'ampleur de l'interaction.

L'étude par cathodoluminescence des cristaux d'apatite a nécessité un travail de mise au point et de calibration afin d'obtenir des résultats fiables et comparables entre différents laboratoires ne possédant pas le même détecteur. Ce travail est présenté dans le *chapitre III*.

Le *chapitre IV* présente les échantillons de cristaux d'apatite étudiés et les résultats obtenus sur le contrôle de certains éléments chimiques et des défauts sur les cinétiques de cicatrisation. Une comparaison entre les données acquises par spectrométrie de cathodoluminescence et microsonde ionique est également proposée.

Les études thermochronologiques nécessitent aujourd'hui le recours à de nombreuses techniques d'investigation, plusieurs géothermomètres, dont les résultats sont ensuite croisés afin d'obtenir la meilleure résolution. Ces résultats

---

sont néanmoins parfois contradictoires. Une étude comparée de la maturation de la matière organique d'un charbon matérialisé par la valeur du Tmax et de la cicatrisation des traces de fission dans certains cristaux d'apatite présentés dans le chapitre IV est proposée dans le *chapitre V*. Les résultats des expériences de recuit pour les différents échantillons sont exposés et les relations existant entre ces deux thermomètres sont définies.

Enfin, l'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite est appliquée à la bordure sud-est du Massif Central pour reconstituer les paléo-reliefs. La bordure sud-est du Massif Central se situe au carrefour des différents événements qui ont marqué l'évolution mésozoïque de la région, parmi lesquels la formation des Pyrénées, des Alpes, la mise en place des rifts Ouest européens (Rhin, Bresse, Limagne...) et du volcanisme sur le Massif Central, la formation du golfe du Lion, sans oublier sa situation de marge passive en bordure de l'océan Ligurien aujourd'hui incorporé aux Alpes. De plus, la bordure possède une morphologie caractéristique d'un retrait d'escarpement qui pourrait être associée au faisceau de failles des Cévennes qui a eu des comportements différents tout au long de l'histoire géodynamique.

L'analyse des traces de fission a été utilisée parallèlement sur les formations détritiques issues du bassin du sud-est et sur les roches hercyniennes qui forment les reliefs voisins. L'étude des remplissages du bassin met en évidence l'existence d'une érosion importante qui aboutit à la formation du relief existant aujourd'hui. La méthode permettra d'estimer l'âge et l'importance surfacique et kilométrique de cette érosion et de proposer des éléments pour la reconstitution géodynamique de l'évolution de la bordure sud-est du Massif Central.

Les âges traces de fission et les longueurs des traces confinées ont été obtenus pour une trentaine d'échantillons situés en surface et répartis sur l'ensemble de la bordure et pour quatre échantillons provenant de forages réalisés dans le bassin. L'histoire thermique a été modélisée pour chaque échantillon à l'aide du logiciel Monte Trax et les données ont été synthétisées pour reconstituer l'histoire thermique basse température de cette bordure. Ces résultats et interprétations sont présentés dans le *chapitre VI*.

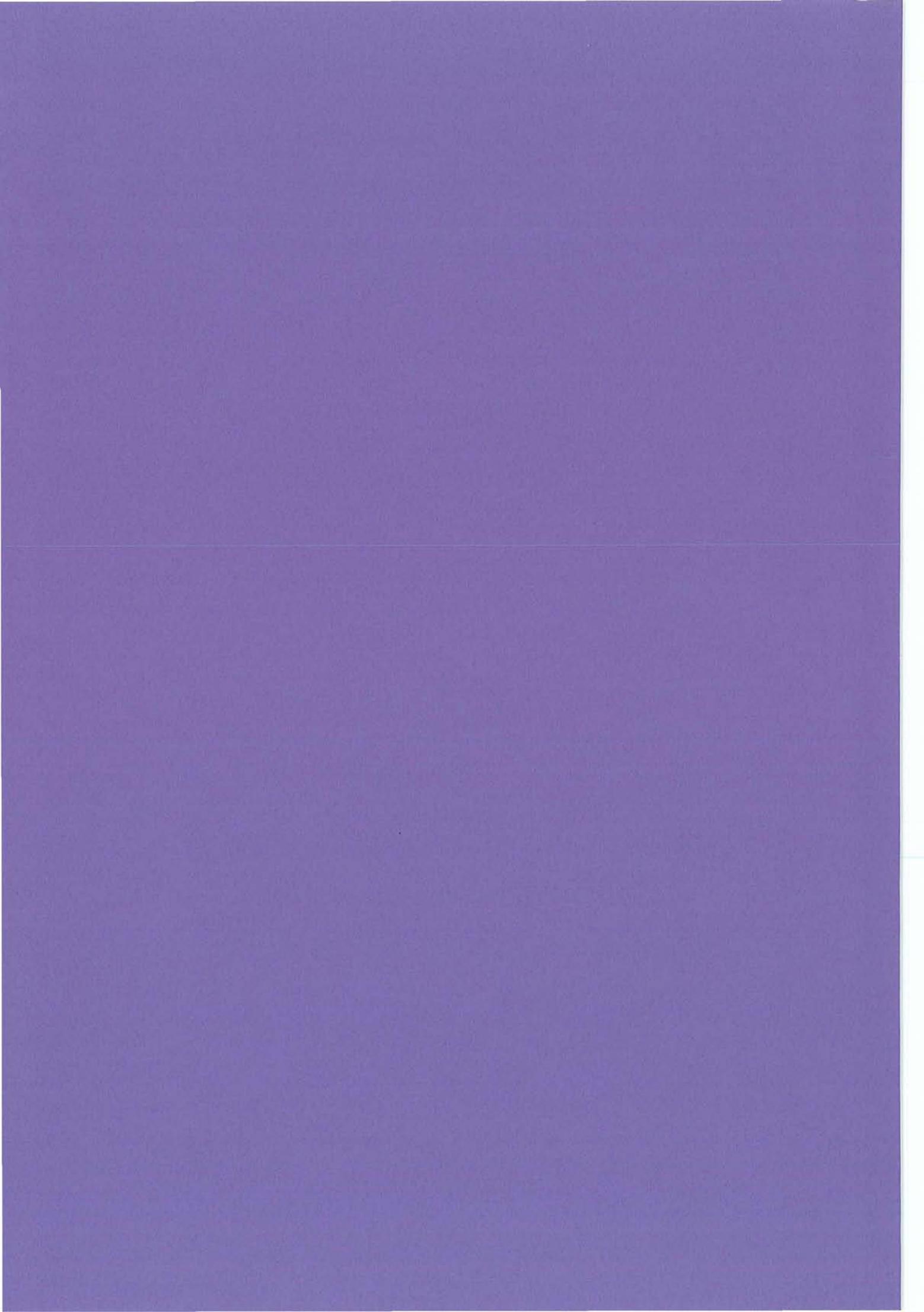
---



---

*L'ANALYSE  
DES TRACES DE FISSION  
DANS LES CRISTAUX D'APATITE*

---



## A. LES TRACES LATENTES

---

### 1) Généralités sur les traces latentes

Les traces latentes correspondent aux défauts linéaires créés par le passage rapide à travers un solide isolant de particules lourdes chargées. Ces traces varient en longueur selon la nature de la particule (charge et énergie) et du milieu dans lequel elles se forment (verre, plastique ou minéral). Fleischer, Price et Walker ont été les principaux artisans du développement de la connaissance et de l'application des traces latentes (Fleischer *et al.*, 1975), bien que les premières observations de traces latentes aient été réalisées par Silk & Barnes (1959). L'étude des traces latentes formées par diverses particules fait l'objet de nombreuses applications dans le domaine de la physique nucléaire, de la cosmologie, ainsi que de la géochronologie qui nous intéresse plus particulièrement.

### 2) Structure atomique d'une trace latente

L'observation des traces latentes se réalise au microscope électronique à transmission (MET) ; elle s'avère délicate car les images des traces disparaissent rapidement sous le faisceau électronique. A des grossissements très importants (> 100 000), les traces latentes dans les cristaux d'apatite n'apparaissent plus linéaires et présentent une géométrie pseudosinusoidale (Paul & Fitzgerald, 1992). Leur longueur est au maximum de 22  $\mu\text{m}$  (Donelick *et al.*, 1990) et leur largeur est comprise en moyenne entre 5 et 9 nm en fonction de l'orientation cristalline. Les traces latentes n'apparaissent pas par conséquent cylindriques (Paul & Fitzgerald, 1992).

La zone endommagée par le passage des particules chargées correspond, par hypothèse, à des liaisons atomiques coupées et réarrangées, à des défauts de Frenkel (un ion quitte sa position normale pour se placer dans une position interstitielle non occupée) et à des domaines d'antiphase (Fleischer *et al.*, 1975). Le réseau cristallin apparaît totalement détruit au coeur de la trace (état amorphe) tandis que sur les bords, la densité de défauts décroît.

---

Le caractère continu ou discontinu de la structure des traces est un sujet contradictoire. Paul & Fitzgerald (1992) ont mis en évidence par des observations au MET une véritable discontinuité des traces induites dans les cristaux d'apatite. De même, Green *et al.*, (1986) déterminent, lors de l'attaque chimique, une révélation discontinue le long de la trace avec des zones plus facilement attaquables que d'autres. Ces observations sont en accord avec les travaux sur la muscovite et le feldspath de Dartyge *et al.*, (1981) qui définissent une structure de trace discontinue avec des zones où les défauts sont très nombreux (défauts étendus) et des zones où ils sont moins nombreux (défauts ponctuels). A l'opposé, Albrecht *et al.*, (1986) démontrent, avec les mêmes techniques que Dartyge *et al.*, (1981), le caractère continu des traces latentes et Thiel *et al.* (1988) montrent que la structure apparaît discontinue uniquement en raison de problèmes d'observation. Chadderton *et al.* (1988) attribuent le caractère discontinu des traces dans la muscovite à une forte anisotropie des structures cristallines des micas. Les études de matériaux moins anisotropes définissent le tracé comme une zone continue de dégâts (Thiel *et al.*, 1988). Enfin, Hejl (1995) observe, au microscope optique, dans des cristaux d'apatite d'environnements divers, après attaque chimique, des traces discontinues. Ces traces peuvent être courtes ( $<11 \mu\text{m}$ ), longues ( $>14 \mu\text{m}$ ), spontanées ou induites.

### 3) Mécanisme de formation

La particule lourde chargée qui traverse le solide va subir des interactions avec le réseau cristallin qui vont produire son arrêt après une certaine distance définie comme le chemin parcouru. Les collisions avec les atomes du solide et les interactions électroniques sont responsables de la décroissance de la vitesse du fragment de fission. L'interaction avec les électrons provoque leur éjection et l'ionisation du solide le long du parcours du fragment de fission. Ces interactions se produisent lorsque la particule possède beaucoup d'énergie. En fin de parcours, les collisions atomiques sont responsables de l'arrêt de la particule. Ces deux mécanismes sont variables selon les différentes directions cristallographiques.

---

#### 4) Modèles de formation

Les processus de formation des traces latentes sont toujours très mal connus bien que les applications des traces latentes soient nombreuses en dehors de la datation par les traces de fission (Fleischer *et al.*, 1975). Les modèles de formation des traces sont par conséquent nombreux mais le modèle dit des pointes d'explosions ioniques proposé par Fleischer *et al.* (1975) est le plus couramment accepté bien qu'il ne permette pas d'expliquer toutes les caractéristiques des traces latentes. Il se divise en trois étapes (Fig. II-1) : 1) la particule chargée entraîne l'ionisation du solide par des interactions électroniques et crée une ligne d'ions positifs dans le réseau ; 2) les ions adjacents se repoussent mutuellement et se placent dans des positions interstitielles tandis que parallèlement des lacunes se forment ; 3) la contrainte locale du réseau se propage ensuite plus largement par relaxation élastique.

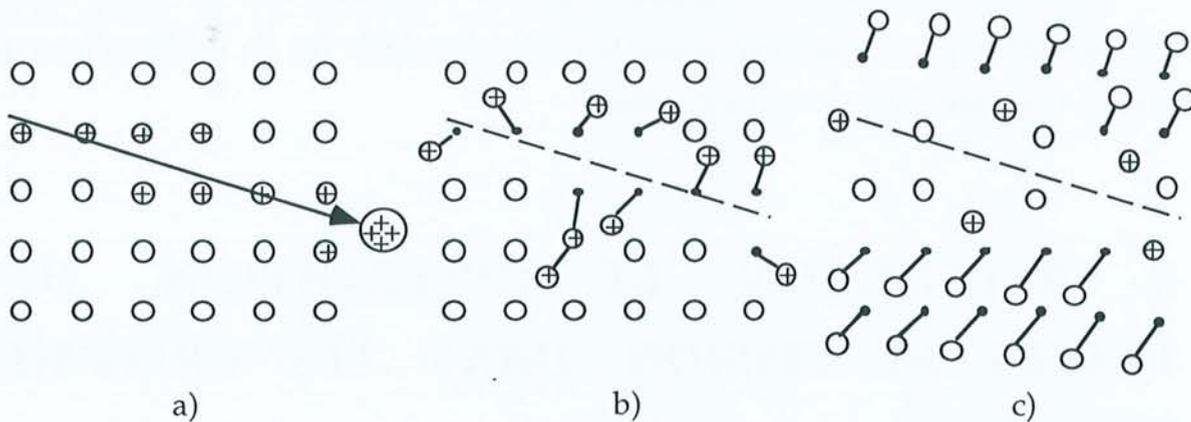


Figure II-1 : présentation des trois phases de formation des traces selon le modèle des pointes d'explosions ioniques. a) ionisation ; b) déplacement électrostatique ; c) relaxation et contrainte élastique. D'après Fleischer *et al.*, 1975.

#### 5) Origine des traces latentes de fission dans les cristaux d'apatite

La fission spontanée correspond à la scission en deux nucléides, les fragments de fission, d'un noyau instable. Chaque réaction de fission s'accompagne de la libération de neutrons et d'une grande quantité d'énergie sous forme principalement d'énergie cinétique. Les deux fragments de fission

sont propulsés dans des directions opposées avec de grandes vitesses, détruisent et déforment localement le réseau et créent ainsi la trace latente de fission. Ils n'ont pas exactement la même taille et ne sont pas toujours équivalents pour la fission d'un même élément. Les fragments de fission, qui ont un rapport neutron sur proton élevé, subissent une série de désintégrations  $\beta$  qui les transforme en isotopes stables.

La fission spontanée ne se produit que pour des nucléides très lourds avec un numéro atomique (Z) supérieur à 90 et une masse atomique (A) supérieure à 230. Les seuls isotopes qu'il est possible de trouver à des concentrations mesurables dans la nature sont  $^{232}\text{Th}$ ,  $^{235}\text{U}$  et  $^{238}\text{U}$  et seul  $^{238}\text{U}$  est responsable de la formation de traces latentes de fission. En effet, les contributions respectives de  $^{235}\text{U}$  et de  $^{232}\text{Th}$  à la formation des traces de fission fossiles sont négligeables : l'abondance de  $^{235}\text{U}$  par rapport à  $^{238}\text{U}$  est très faible et la période de fission de  $^{232}\text{Th}$  est beaucoup plus longue que celle de  $^{238}\text{U}$  (Wagner & Van den Haute, 1992).

Les défauts cristallins engendrés par la formation de la trace latente correspondent par conséquent à des lacunes atomiques ou au déplacement des atomes vers des positions interstitielles.

## **B. REVELATION ET OBSERVATION DES TRACES DE FISSION DANS LES CRISTAUX D'APATITE**

---

Les traces latentes de fission, de part leur taille de quelques nanomètres ne sont pas observables directement au microscope optique. Il est nécessaire de procéder à la révélation des traces afin de pouvoir les observer facilement. Plusieurs techniques ont été développées pour révéler les traces (Fleischer *et al.*, 1975). L'attaque chimique est la méthode la plus couramment utilisée : les échantillons sont plongés dans une solution d'acide qui provoque l'élargissement des traces. Les traces latentes de fission sont dès lors observables par microscopie optique et simplement appelées traces de fission (Photo II-1).

---

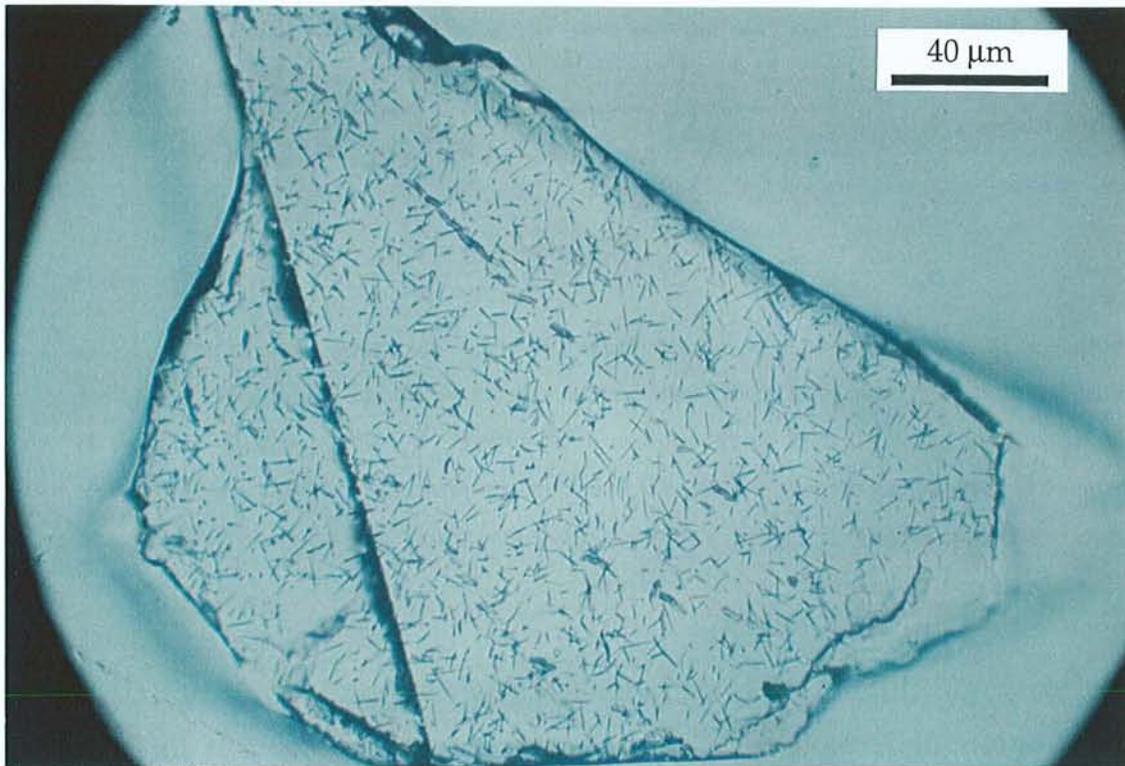


Photo II-1 : traces de fission dans un cristal d'apatite de l'échantillon Lestrezes (granite de la Margeride) observées au grossissement total de 500. Conditions de révélation :  $\text{HNO}_3$  0,8 M à 22°C pendant 45 secondes.

## 1) Principe de la révélation

L'agent chimique réagit sur l'ensemble de la surface et préférentiellement sur les traces latentes qui constituent des sites favorables. L'attaque agit par dissolution rapide de la région désorganisée autour de la trace qui possède une énergie libre supérieure à celle de la surface saine. Le processus d'attaque peut être considéré comme une compétition entre la vitesse de l'attaque au niveau des traces ( $V_t$ ) et la vitesse de l'attaque de la surface ( $V_g$ ) (Fig. II-2).

Le processus de l'attaque chimique est simple mais affecte qualitativement (taille des traces) et quantitativement (densité des traces) les caractéristiques des traces et demeure mal compris dans les minéraux (Wagner & Van den Haute, 1992).

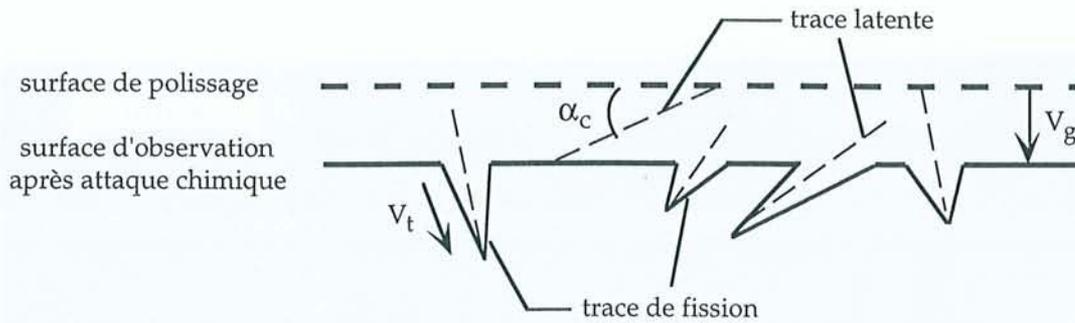


Figure II-2 : représentation schématique de la révélation des traces. La surface initiale est obtenue après polissage et recoupe un certain nombre de traces. Lors de la révélation, la dissolution de la surface polie se fait à la vitesse  $V_g$  tandis que la vitesse de révélation des traces est plus rapide ( $V_t$ ). Les traces faisant un angle, par rapport à cette surface, inférieur à l'angle critique ( $\alpha_c$ ) et possédant une longueur inférieure à  $(V_g \times \Delta t) / \sin \alpha_c$  disparaissent lors de l'attaque.

(1) L'attaque chimique ne met pas en évidence l'intégralité du parcours de la trace et la longueur de la trace de fission ne correspond pas à la longueur du phénomène physique.

(2) La longueur des traces est diminuée car une partie de la surface a été supprimée.

(3) L'efficacité de l'attaque chimique ( $\eta$ ) qui correspond au rapport entre la densité surfacique réelle et le nombre de traces ou encore à la fraction des traces qui coupe la surface résultante de l'attaque, n'est pas totale bien qu'elle soit proche de 1 dans l'apatite (Singh *et al.*, 1986). Une partie des traces, les traces situées dans l'épaisseur ôtée par l'attaque de la surface c'est à dire les traces courtes et les traces faisant un angle faible par rapport à la surface, ne peuvent pas être comptées. L'efficacité de l'attaque est contrôlée par le rapport  $V_t/V_g$  : quand  $V_t$  est beaucoup plus grand que  $V_g$ , l'efficacité de l'attaque est grande, proche de 100%.

(4) La révélation des traces n'est pas linéaire en fonction du temps (Fig. II-3). Elle peut être décrite en trois phases : une phase pendant laquelle la densité de traces demeure nulle, une phase d'augmentation rapide de la densité et une troisième phase où la densité augmente peu avec la révélation des traces confinées.

(5) L'attaque dépend de la structure cristallographique des minéraux qui n'est pas la même dans toutes les directions. Chaque plan cristallographique possède par conséquent son propre taux d'attaque ( $V_{h,k,l}$ ). Cela vient de la relation qui unit la densité de radiation de dommages de la trace latente et le taux d'attaque de la trace (Fleischer *et al.*, 1975). La densité de dommages est liée à l'espace entre les atomes ionisés le long du trajet du fragment de fission. Comme la distance entre les atomes varie suivant les directions cristallographiques d'un minéral, le taux d'attaque de la trace est anisotrope. Cette dépendance à l'orientation cristallographique est à l'origine des différentes formes de traces : en aiguille, en lame de couteau, en hexagone... (revue dans Wagner & Van den Haute, 1992).

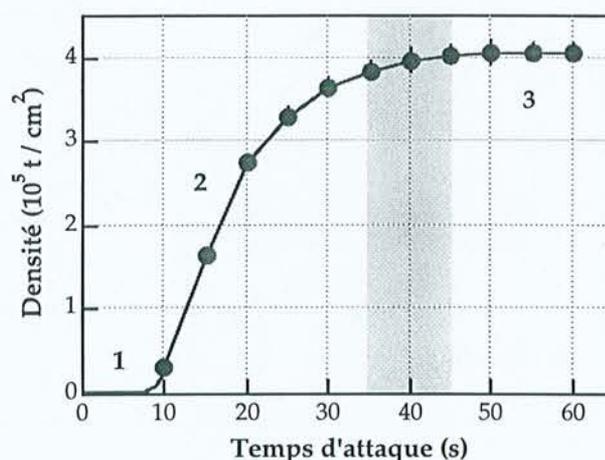


Figure II-3 : variation de la densité de traces de fission induites en fonction du temps d'attaque. L'attaque montre trois stades : 1) aucune trace est visible ; 2) révélation des traces de surface et 3) addition des traces confinées. Les conditions optimales pour la datation par les traces de fission sont indiquées par la zone grisée (Wagner & Van den Haute, 1992). Les conditions de révélation sont  $HNO_3$  0,8 M à 22°C. D'après Meyer, 1990.

## 2) Traces de surface - traces confinées

Les traces de fission apparaissent au microscope optique comme des défauts linéaires possédant une longueur limitée ( $<20 \mu m$ ) et ne présentant pas d'orientation préférentielle (Fleischer *et al.*, 1975).

Les traces de surface ou semi-traces sont les traces qui recourent la surface et qui présentent un certain angle avec la surface (Fig. II-4). Ce sont les traces utilisées pour la détermination de l'âge par la méthode des traces de fission. Les traces sont comptées avec un microscope métallographique Leica DMLM avec un objectif x100 à sec correspondant à un grandissement x1000. Le comptage des traces de surface est soumis à l'identification des traces qui dépend d'un certain nombre de paramètres parmi lesquels les conditions d'attaque, la qualité de l'échantillon, les conditions d'observation ou encore l'observateur lui-même. Ces paramètres sont pris en compte dans le facteur d'observation ( $q$ ) dans l'équation d'âge (cf. chapitre II-D).

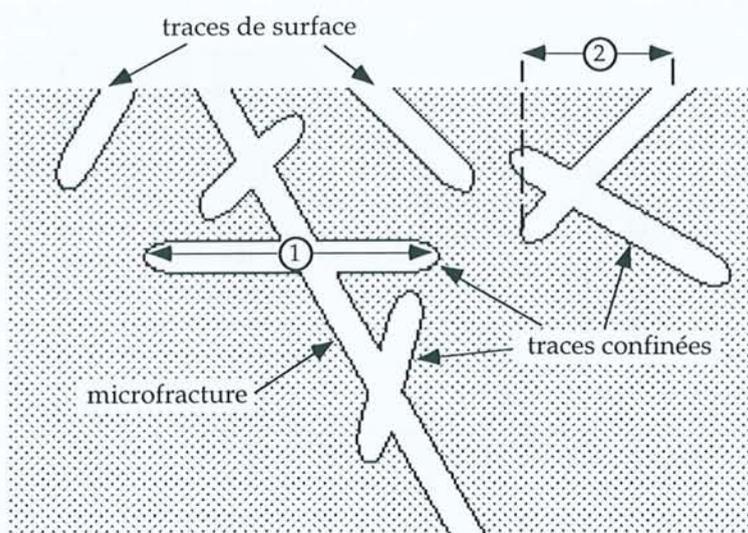


Figure II-4 : présentation des deux types de traces de fission sont observés dans les cristaux d'apatite : les traces de surface et les traces confinées. Les traces de surface recourent la surface et sont caractérisées par leur longueur projetée (2). Les traces confinées sont les traces incluses à l'intérieur du cristal révélées par l'intermédiaire d'autres traces ou par l'intermédiaire de microfractures, de clivages ou de dislocations, qui véhiculent l'agent acide. Seules les traces confinées horizontales sont mesurées (1) (d'après Wagner & Van den Haute, 1992).

En général, pour des raisons pratiques d'observation au microscope, leur longueur projetée est déterminée. Les histogrammes de distribution des traces projetées sont de forme triangulaire avec un déficit en traces très courtes.

Les traces confinées sont les traces comprises à l'intérieur du cristal révélées par l'attaque acide par l'intermédiaire d'autres traces (Track IN Track - TINT) ou par le biais de clivages ou de dislocations (Track IN Cleavage - TINCLE) (Fig. II-4 et Photos II-2 et II-3 ; Planche II-1). Les traces confinées sont observées avec un objectif x100 à sec correspondant à un grandissement total de x1000.

Les distributions des traces de surface et des traces confinées sont fortement biaisées car la probabilité d'intersection de la trace avec le plan de révélation est proportionnelle à sa longueur (Dakowski, 1978 ; Laslett *et al.*, 1982). Les traces courtes sont par conséquent les plus difficiles à observer et leur quantité est sous-estimée (Green, 1988). De plus, les traces de fission n'ont pas à l'origine des longueurs identiques : la différence de parcours des fragments de fission, l'anisotropie de la matrice cristalline et l'anisotropie de la révélation chimique créent des variations de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$  se retrouvant dans la distribution des traces nouvellement induites (Laslett *et al.*, 1982). Le raccourcissement lié au recuit géologique entraîne en outre des variations importantes dans les histogrammes de distribution des traces confinées et la technique de mesure introduit une nouvelle incertitude.

Afin de mesurer les longueurs vraies des traces et de s'affranchir de l'inclinaison des traces, seules les longueurs des traces confinées horizontales sont mesurées. Ces traces horizontales sont identifiées facilement en lumière réfléchie car elles apparaissent blanches. La mesure des traces confinées devient impossible pour des cristaux avec de faibles densités de traces en raison de la faible probabilité d'intersection avec d'autres traces ou clivages.

L'utilisation des traces confinées est plus facile que celles des traces de surface car le biais d'observation des traces confinées est bien compris et facile à corriger et la distribution des longueur des traces confinées est proche de la vraie distribution des longueurs des traces (Laslett *et al.*, 1982). Les distributions des longueurs projetées ne permettent pas de mettre en évidence les pics caractéristiques des différentes composantes de traces car ces composantes forment des distributions triangulaires qui se somment pour former la distribution finale des longueurs projetées (Gleadow *et al.*, 1986a).

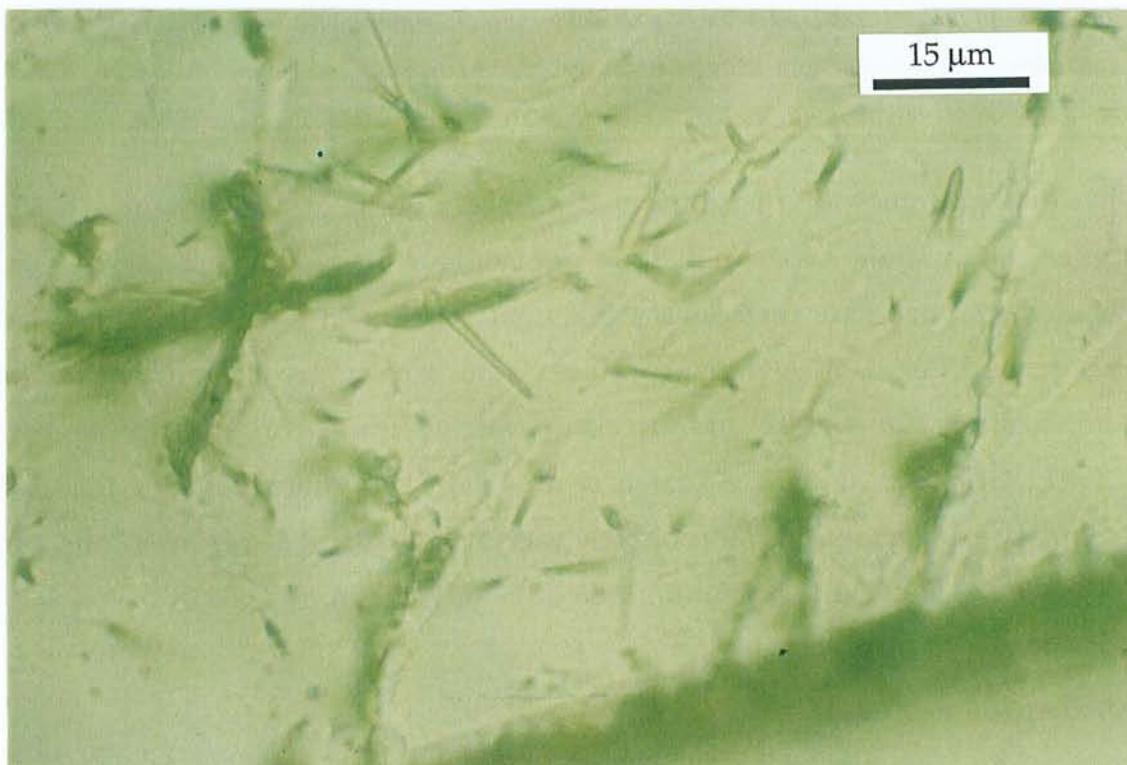
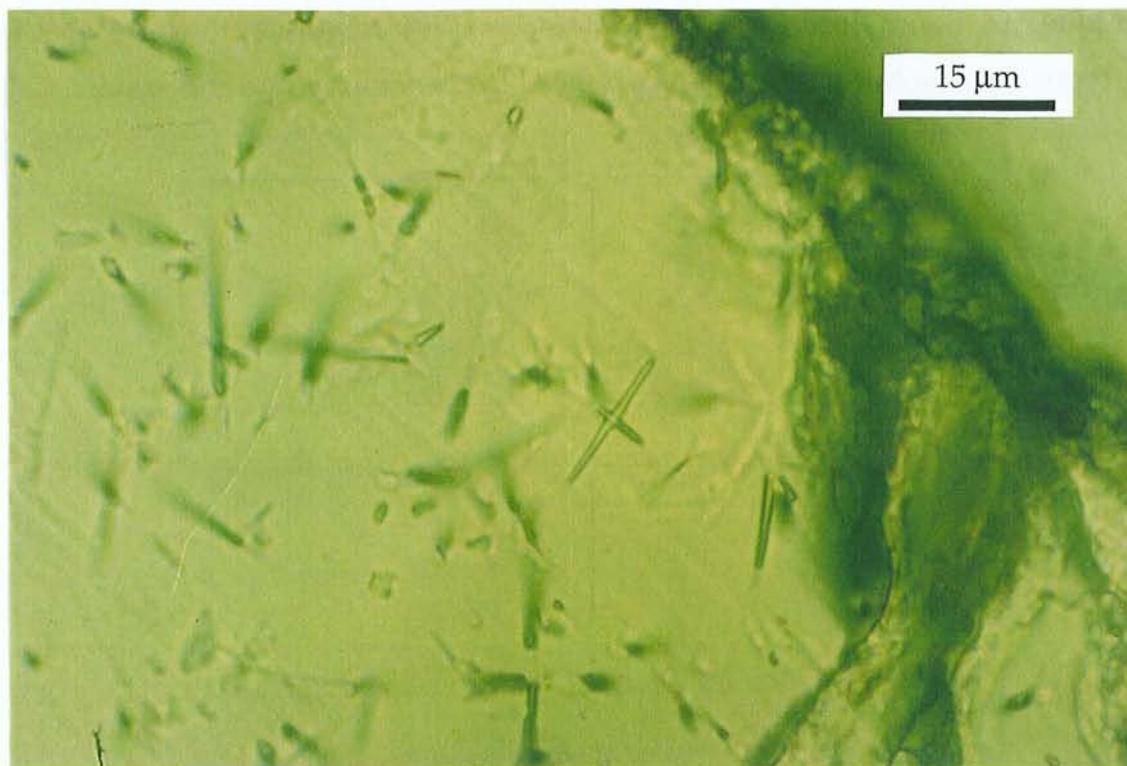
---

### Planche II-1

Photo II-2 : trace confinée révélée par l'intersection d'une autre trace dans un cristal d'apatite issu d'un grès de la bordure ardéchoise observé en lumière transmise au grossissement total de 1000. Conditions de révélation :  $\text{HNO}_3$  0,8 M à  $21\pm 1^\circ\text{C}$  pendant 45 secondes.

Photo II-3 : trace confinée révélée par l'intersection d'une fracture dans un cristal d'apatite issu d'un grès de la bordure ardéchoise observé en lumière transmise au grossissement total de 1000. Conditions de révélation :  $\text{HNO}_3$  0,8 M à  $21\pm 1^\circ\text{C}$  pendant 45 secondes.

---



A l'opposé, les longueurs des traces confinées permettent de reconnaître les différentes composantes et de fournir des détails importants sur l'histoire thermique. La figure II-5 illustre la différence d'informations fournies par les deux types de distributions pour deux types d'histoire thermique contrastés.

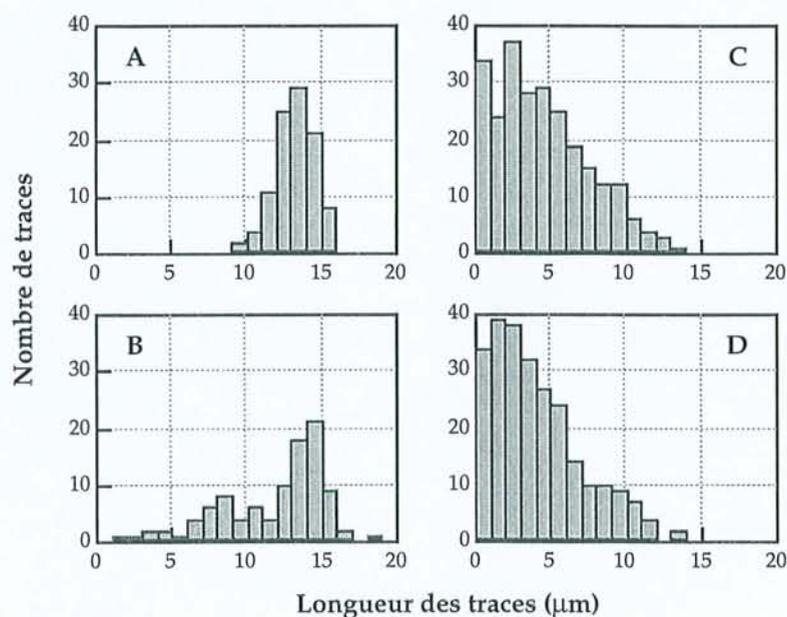


Figure II-5 : comparaison des distributions des longueurs confinées (A et B) et des longueurs projetées (C et D) des traces pour deux types de diminution de la température. La différence entre les deux histogrammes est très nette pour les longueurs confinées alors qu'elle est subtile pour les longueurs projetées. D'après Gleadow *et al.*, 1986a.

Les histogrammes de distribution des traces confinées permettent ainsi de distinguer les grands types d'histoire géologique (Gleadow *et al.*, 1986a). L'utilisation des traces de surface est également possible et même très utile pour certains échantillons où les traces confinées sont rares mais elle ne permet pas d'obtenir des renseignements aussi précis qu'avec les traces confinées (Wagner & Hejl, 1991 ; Grivet *et al.*, 1993 ; Laslett *et al.*, 1994). Les longueurs des traces de surface peuvent néanmoins être précieuses et fournir des informations sur l'histoire thermique (Van den Haute, 1986 ; Wagner, 1988).

### 3) Conditions de révélation

Il est nécessaire de distinguer les traces dites spontanées qui se situent à l'intérieur des cristaux d'apatite et les traces induites qui se situent à la surface

du détecteur et qui sont utilisées pour déterminer la teneur en U (cf. chapitre II-D).

### Les traces spontanées

L'agent chimique utilisé pour la révélation des traces dans les cristaux d'apatite est l'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ). Le tableau II-1 indique le protocole utilisé par quelques laboratoires d'analyse de traces de fission. Les conditions de révélation sont déterminées sur une base empirique. Il est nécessaire de parfaitement contrôler lors de l'attaque chimique la concentration du réactif, la température et le temps d'attaque.

La solution d' $\text{HNO}_3$  5M est la plus fréquemment utilisée bien qu'elle ne représente pas la meilleure efficacité de révélation des traces mais le modèle de Laslett *et al.* (1987) de reconstruction de l'histoire thermique est basé sur des expériences de recuit réalisées avec cette solution.

Tableau II-1 : conditions de révélation des traces spontanées dans les cristaux d'apatite pour différents laboratoires.

Conditions de révélation	Références
$\text{HNO}_3$ 0,8M - 45s - 20°C	Wagner & Reimer, 1972
$\text{HNO}_3$ 0,8M - 50s - T°C de la pièce	Hurford & Green, 1983
$\text{HNO}_3$ 5M - 20s - 20°C	Green <i>et al.</i> , 1986
	London Fission Track Research Group (1)
$\text{HNO}_3$ 5M - 25s - 23°C	Donelick <i>et al.</i> , 1990
$\text{HNO}_3$ 1,6M - 40s - 20°C	Crowley <i>et al.</i> , 1991
$\text{HNO}_3$ 0,4M - 65s - 25°C	Laboratorium voor Aardkunde (Gand, Belgique) (2)
$\text{HNO}_3$ 0,8M - 50s - 20°C	Laboratoire de Microanalyses nucléaires (Besançon, France) (2)

(1) non publié - (2) Jonckhere *et al.* (1993).

Seules les traces à la surface de faces prismatiques ont été comptées et mesurées afin de s'affranchir des problèmes d'orientation cristalline. Ces faces sont facilement identifiables en lumière réfléchie car les points d'attaque des traces sont tous parallèles entre eux selon l'orientation de l'axe [0,0,1].

Les conditions de révélation utilisées ont été 0,8M à 22°C soit pendant 45 secondes pour la détermination de l'âge soit pendant 55 secondes pour la mesure des longueurs (Meyer, 1990). Après l'attaque, les échantillons sont rincés dans deux bains successifs d'eau distillée pendant 15 et 30 secondes puis plongés dans un bain d'eau distillée pendant quelques minutes.

### Les traces induites

Les traces induites à la surface des micas sont révélées par une solution d'acide fluorhydrique (H.F.). Le tableau II-2 présente les conditions d'attaque utilisées dans quelques laboratoires d'analyse de traces de fission.

Tableau II-2 : conditions de révélation des traces induites dans les micas pour différents laboratoires.

Conditions de révélation	Références
H.F. 48% - 30 min. - T° de la pièce	Hurford & Green, 1983
H.F. 40% - 20 min. - T° de la pièce	Green, 1985
H.F. 48% - 20 min. - 20°C	Green, 1988
H.F. 48% - 22 min. - 20°C	Laboratorium voor Aardkunde (Gand, Belgique) (1)
H.F. 40% - 20 min. - 25°C	Laboratoire de Microanalyses nucléaires (Besançon, France) (1)
H.F. 48% - 45 min. - 20°C	London Fission Track Research Group (2)

(1) Jonckhere et al. (1993) - (2) non publié.

Les conditions de révélation utilisées sont H.F. 48% pendant 20 minutes à 20°C. Les micas sont attaqués dans des béchers en Téflon, rincés dans deux bains d'eau distillée successifs, plongés dans un bain d'eau distillée pendant une nuit puis séchés sur une plaque chauffante à 60°C pendant 2-3 heures.

## 4) Mesure des longueurs des traces confinées

Le système d'acquisition des longueurs est semi-automatique : il comprend un microscope métallographique Leica DMLM équipé d'une chambre à dessin et une tablette à digitaliser Wacom UltraPad A3 à haute résolution (incrément

minimum de 0,020 mm) reliée par une interface à un micro-ordinateur Macintosh (Fig. II-6). Les premières mesures ont été réalisées à l'aide d'un microscope Zeiss Ortholux et d'un digitaliseur Numonics 2200 (incrément minimum de 0,025 mm).

Une diode placée sur le curseur de la tablette à digitaliser permet d'assurer un lien lumineux entre la préparation observée sous le microscope et la tablette. Les traces sont mesurées directement en pointant l'une après l'autre les deux extrémités de la trace avec le curseur lumineux. La conversion est réalisée à l'aide d'un réticule-grille, placé dans l'un des deux oculaires, calibré à l'aide d'une lame micrométrique. Le calcul de la conversion entre préparation et tablette, l'acquisition et le stockage des données sont assurés pour le digitaliseur Numonics par le logiciel Digitrack développé par Martin Canals (Cregu).

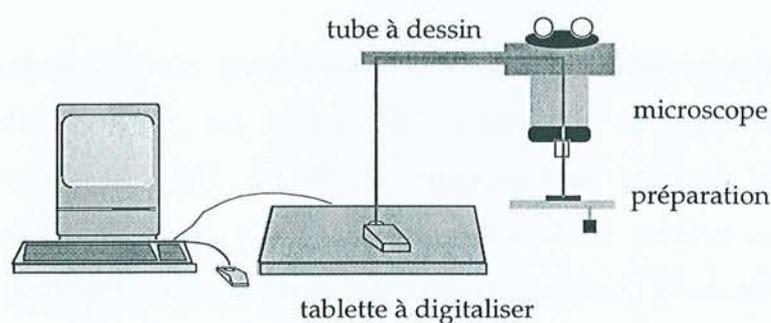


Figure II-6 : système d'acquisition des longueurs des traces confinées. Le lien entre la tablette à digitaliser reliée à l'ordinateur et le microscope est réalisée à l'aide d'un tube à dessin.

La mesure répétée d'un segment de la grille indique une dispersion des valeurs autour de la moyenne (100  $\mu\text{m}$ ) de 0,25  $\mu\text{m}$  ( $1\sigma$ ) (Fig. II-7). La précision intrinsèque de la mesure est par conséquent de l'ordre de 2,5 %.

La mesure des traces se réalise avec un objectif  $\times 100$  à sec correspondant à un grandissement total  $\times 1000$ . La longueur moyenne des traces confinées est la moyenne des longueurs des traces confinées. L'écart-type ( $\sigma$ ) donne une indication sur la distribution des longueurs des traces confinées. L'incertitude sur la longueur correspond à l'erreur standard ( $e.s. = \frac{\sigma}{\sqrt{N}}$ ).

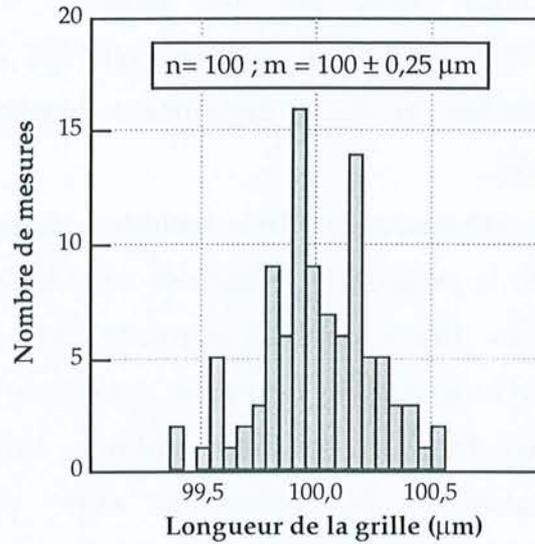


Figure II-7 : mesure répétée d'un segment du réticule grille pour l'installation constituée du microscope Leica DMLM et de la tablette à digitaliser Wacom UltraPad A3.

100 traces sont mesurées pour les échantillons où cela est possible ; pour les autres échantillons, le maximum de traces est mesuré. Pour un même échantillon, la mesure de longueur de 50 ou 100 traces confinées apparaît équivalente au niveau de la longueur moyenne et de l'écart-type (exemple de l'échantillon Pré de la Dame du granite du Mont Lozère - Fig. II-8).

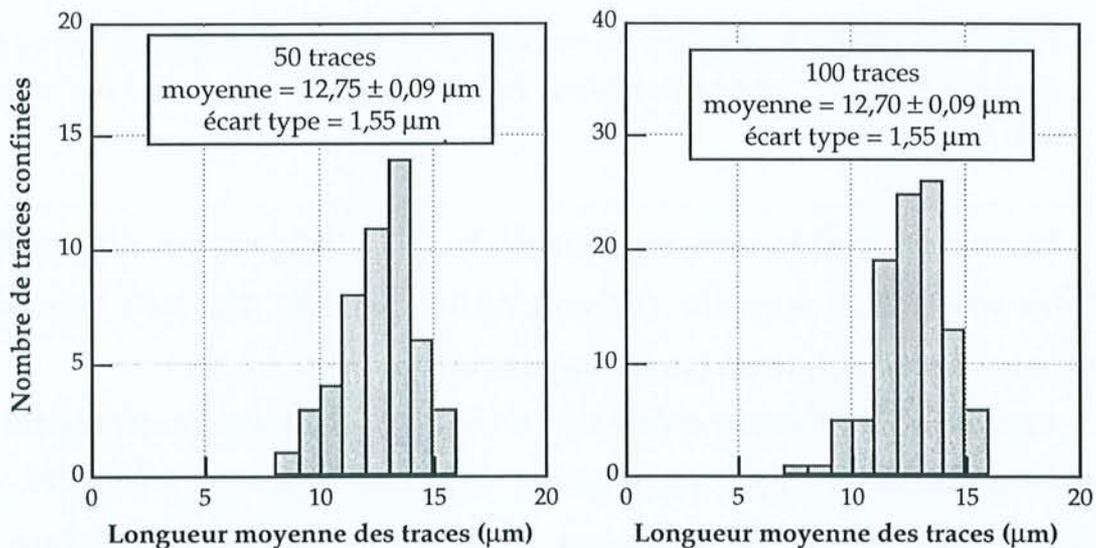


Figure II-8 : statistique de la mesure de 50 et 100 traces confinées aléatoirement choisies pour l'échantillon de Pré de la Dame. La longueur moyenne et l'écart type sont équivalents entre les deux groupes de mesure ; les histogrammes de distribution sont proches.

Le traitement des données est réalisé avec le logiciel Igor (Interactive Graphic Operation for Research) qui permet de créer les histogrammes de distribution des longueurs et d'effectuer les tests statistiques.

## **C. PREPARATION DES ECHANTILLONS**

---

Les différentes phases de préparation des échantillons pour l'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite sont résumées dans la figure II-9.

### **1) Echantillonnage - broyage - tamisage**

L'apatite est un minéral accessoire qui est présent dans la majorité des roches. Cependant, il est assez fragile et facilement détruit lors des processus d'altération ou d'érosion. Par conséquent, si des échantillons inférieurs à 500 grammes sont bien souvent largement suffisants dans le cas de granite ou de gneiss, plusieurs kilogrammes sont nécessaires pour les grès bien que la présence de cristaux d'apatite ne soit pas garantie. Les échantillons sont cassés en petits morceaux puis broyés à l'aide d'un broyeur à mâchoire uniquement, afin de ne pas pulvériser les cristaux d'apatite (dureté de l'apatite = 5). Des morceaux de roche saine ou exempte de cristaux centimétriques d'orthose sont utilisés afin de manier les quantités les plus faibles possibles au tamisage. Les échantillons sont broyés plusieurs fois de suite afin de libérer au maximum les minéraux. Les résidus du broyage sont tamisés de façon à récupérer les fractions 40-100  $\mu\text{m}$  et 100-200  $\mu\text{m}$ . Ces fractions sont ensuite lavées et décantées afin d'ôter les particules fines puis séchées à température ambiante.

### **2) Séparation densimétrique et magnétique**

Une première séparation densimétrique est réalisée avec du bromoforme (densité = 2,88) afin de séparer minéraux lourds, parmi lesquels les cristaux d'apatite (la densité de l'apatite est comprise entre 3,1 et 3,35), et minéraux plus

---

légers (quartz, feldspath). Une deuxième séparation peut être réalisée avec le diiodométhane (densité = 3,32) pour séparer les cristaux d'apatite des autres minéraux lourds (zircon, barytine, titanite...). Il faut veiller à bien nettoyer les fractions afin de récupérer au maximum les solutions qui coûtent relativement cher et d'éviter que les grains restent collés entre eux.

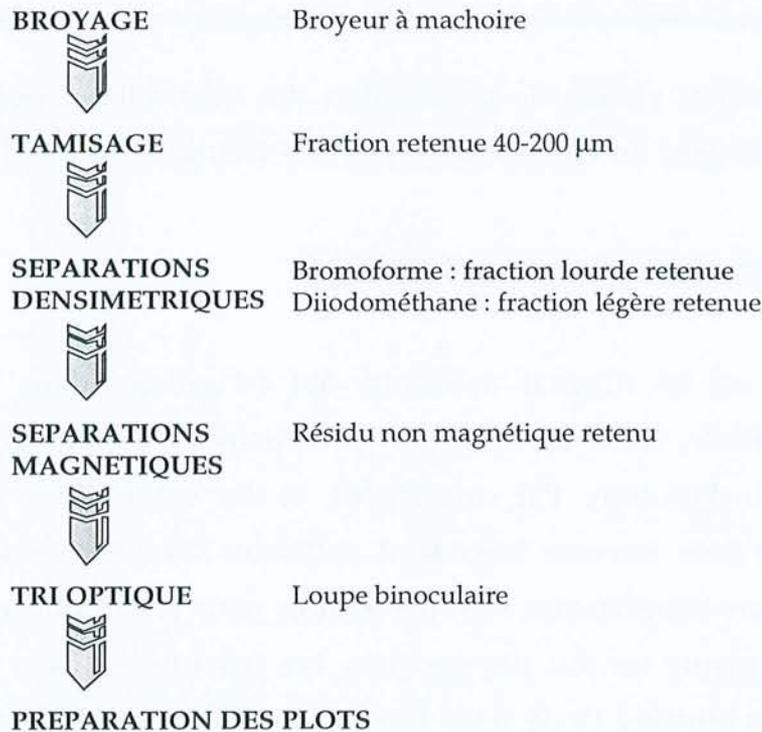


Figure II-9 : protocole analytique utilisé pour séparer les cristaux d'apatite des échantillons étudiés.

La fraction contenant les cristaux d'apatite (résidus lourds au bromoforme et légers au diiodométhane) est ensuite passée à l'aimant manuel afin d'ôter les particules très magnétiques. Le séparateur magnétique de Frantz qui combine les forces d'attraction et de pesanteur est enfin utilisé. Il permet de séparer les minéraux magnétiques ou non, attirables ou non par l'aimant pour une certaine intensité. Les cristaux d'apatite sont, quelle que soit l'intensité, non attirables. La séparation magnétique est principalement utile dans le cas de roches ignées pour isoler les cristaux de biotite magnétiques. Une intensité de 1A a été utilisée de même qu'une inclinaison de la gouttière d'écoulement des grains de 10° (inclinaisons transversale et longitudinale). La propreté de l'appareil de

séparation magnétique est bien entendu fondamentale afin de travailler sur des échantillons non pollués (fractions pures).

### **3) Préparation des plots d'analyse**

La séparation finale se réalise sous la loupe binoculaire. La reconnaissance des cristaux d'apatite est délicate dans les roches détritiques (apatite vient du grec "apato", je trompe). Les grains détritiques se présentent sous forme ovoïde ou subhexagonale, de couleur blanche, translucide avec un aspect plus ou moins granuleux en surface.

Les cristaux d'apatite sont collés sur une coupelle et enrobés dans de la résine araldite. Les échantillons sont placés 3 heures dans une étuve à 40°C pour faire sécher la colle et une nuit pour que la résine prenne en masse. Les grains sont disposés sous la loupe en lignes et colonnes afin de pouvoir les reconnaître plus facilement lors d'analyses ultérieures (datation traces de fission, microsondes électronique et ionique, spectrométrie de cathodoluminescence).

Les plots sont ensuite polis de façon à faire apparaître en surface les cristaux d'apatite. Le polissage s'effectue dans un premier temps avec des papiers abrasifs (400 et 600) puis avec un drap de polissage et de la poudre d'alumine de 0,05 m m ou de la pâte de diamant de 3 et 1  $\mu\text{m}$ . La qualité du polissage est vérifiée en lumière réfléchie.

### **4) Conteneur d'irradiation**

Les plots sont ensuite coupés et ajustés à la taille du conteneur d'irradiation puis les traces spontanées sont révélées par la solution d'attaque. Les plots sont disposés dans le conteneur les uns au dessus des autres, chaque pastille étant recouverte d'un feuillet de mica. Des verres standards sont insérés au centre et aux deux extrémités du conteneur afin de contrôler le gradient du flux lors de l'irradiation. L'assemblage du conteneur se réalise sous une hotte à flux laminaire afin de limiter au maximum l'introduction de poussière. Les pastilles ainsi que les micas sont nettoyés soigneusement avec de l'alcool.

---

## D. DATATION PAR LES TRACES DE FISSION

---

### 1) Equation d'âge

La fission spontanée des atomes de  $^{238}\text{U}$  est une réaction du premier ordre et suit comme d'autres méthodes de datation isotopique la loi de décroissance radioactive :

$$\frac{dN}{dt} = -\lambda_d N$$

$$\frac{dN}{N} = -\lambda_d dt$$

$$\ln N = -\lambda_d t + \text{cste}$$

$$N = K e^{-\lambda_d t} \quad \text{pour } t = 0 : N = N_0 = K$$

$$N = N_0 e^{-\lambda_d t}$$

$$N = N_0 - N_{\text{fils}}$$

$$N_0 = N + N_{\text{fils}}$$

$$N = (N + N_{\text{fils}}) e^{-\lambda_d t}$$

$$N_{\text{fils}} = N(e^{\lambda_d t} - 1)$$

Dans la méthode de détermination d'un âge par traces de fission, le nombre d'atomes fils ( $N_{\text{fils}}$ ) correspond au nombre de traces de fission spontanées ( $N_s$ ).

La décroissance de  $^{238}\text{U}$  ne se réalise pas uniquement par fission spontanée mais aussi et principalement par décroissance alpha. Le nombre de traces de fission est corrigé d'un facteur  $\lambda_f/\lambda_d$  pour tenir compte de ce phénomène.

$$N_{\text{sj}} = \frac{\lambda_f}{\lambda_d} N(e^{\lambda_d t} - 1)$$

La constante de décroissance totale peut être approchée par la constante de décroissance alpha :  $\lambda_d = \lambda_f + \lambda_\alpha = \lambda_\alpha$ . En effet, la constante de fission dont les valeurs proposées varient de 7,03 à  $8,46 \times 10^{-17} \text{ an}^{-1}$  (Bigazzi, 1981) est inférieure d'un facteur  $10^6$  à la constante de décroissance alpha ( $\lambda_\alpha = 1,55 \times 10^{-10} \text{ an}^{-1}$  ; Steiger

---

& Jäger, 1977). La valeur de la constante de fission repose sur la méthode de sa détermination ce qui entraîne sa variation et la difficulté du choix de la bonne valeur. L'utilisation de verres standards produit des valeurs proches de  $7,03 \times 10^{-17}$  tandis que les mesures directes par le biais de standards d'âge ou de méthodes radiochimiques sont proches de  $8,46 \times 10^{-17}$  (Bigazzi, 1981).

$$N_{sj} = \frac{\lambda_f}{\lambda_\alpha} N (e^{\lambda_\alpha t} - 1)$$

Cette équation comporte deux inconnues : le temps (t) et le nombre d'atomes de  $^{238}\text{U}$  (N). La détermination du nombre d'atomes  $^{238}\text{U}$  est réalisée indirectement.

L'échantillon est irradié dans un réacteur nucléaire dont les neutrons thermiques provoquent la fission des atomes de  $^{235}\text{U}$ . La teneur en  $^{238}\text{U}$  peut être déterminée en comptant le nombre de traces de la fission induite des atomes de  $^{235}\text{U}$  ( $N_i$ ), étant donné que le rapport d'abondance (I) entre les deux isotopes est connu ( $N_i = N I \sigma \Phi$ ). L'équation d'âge devient :

$$t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left( \frac{\lambda_\alpha}{\lambda_f} \frac{N_{sj}}{N_{ij}} I \sigma \Phi + 1 \right)$$

Formulaire

$\Phi$  : fluence de neutrons thermiques

$f(t)_{s,i}$  : facteurs du temps d'attaque

$g_{s,i}$  : facteurs de géométrie

$\eta_{s,i}$  : facteurs d'efficacité de l'attaque chimique

$I$  : rapport d'abondance entre les deux isotopes  $^{235}\text{U}$  et  $^{238}\text{U}$

$\lambda_d$  : constante de décroissance totale des atomes de  $^{238}\text{U}$

$\lambda_\alpha$  : constante de décroissance alpha des atomes de  $^{238}\text{U}$

$\lambda_f$  : constante de fission spontanée des atomes de  $^{238}\text{U}$

$n$  : nombre de grains comptés

$N$  : nombre d'atomes de  $^{238}\text{U}$

$N_{sj}$  : nombre de traces spontanées pour le grain  $j$

$N_{ij}$  : nombre de traces induites pour le grain  $j$

$N_s$  : nombre de traces spontanées pour les  $n$  grains

$N_i$  : nombre de traces induites pour les  $n$  grains

$q_{s,i}$  : facteurs d'observation

$R_{s,i}$  : longueurs moyennes mise en évidence par l'attaque chimique d'une trace

$\rho_{sj}$  : densité de traces spontanées pour le grain  $j$

$\rho_{ij}$  : densité de traces induites pour le grain  $j$

$\rho_s$  : densité de traces spontanées pour les  $n$  grains

$\rho_i$  : densité de traces induites pour les  $n$  grains

$\rho_d$  : densité de traces dans le verre dosimètre

$\sigma$  : section de capture neutronique

$t$  : temps (âge d'un grain)

$\bar{t}$  : temps moyen (moyenne des âges des grains)

$\zeta$  : facteur zêta

## 2) Paramètres de l'irradiation

L'irradiation doit être réalisée dans un réacteur parfaitement bien calibré. En effet, le flux total de neutrons est formé par trois composantes : les neutrons rapides (0,5 - 10 MeV) produits dans le réacteur par la fission d'atomes de  $^{235}\text{U}$ , les neutrons épithermiques (0,1 eV - 0,5 MeV) et les neutrons thermiques (0 - 0,25 eV), ces deux dernières catégories étant ralenties par le modérateur du réacteur. Les neutrons rapides provoquent la fission de  $^{232}\text{Th}$  et les neutrons rapides et épithermiques celle de  $^{238}\text{U}$  ce qui produit des traces qui ne peuvent pas être distinguées des traces liées à la fission de  $^{235}\text{U}$ .

L'approche absolue de datation par les traces de fission consiste à mesurer précisément la fraction de  $^{235}\text{U}$  qui a effectivement fissionné durant l'irradiation (Van den Haute *et al.*, 1988). La fluence de neutrons thermiques ( $\Phi_{\text{th}}$ ) est déterminée à l'aide de métaux moniteurs (Au, Co) dont l'activité spécifique est mesurée par  $\gamma$ -spectrométrie après irradiation. Cette détermination est délicate et imprécise notamment par la nature des métaux utilisés.

Afin de limiter à moins de 1% la part des traces induites liées à la fission des atomes de  $^{238}\text{U}$ , le rapport du flux de neutrons thermiques sur le flux de neutrons rapides doit être supérieur à 7,5 (Wagner & Van den Haute, 1992). De même, le rapport au cadmium doit être au minimum de 3 pour Au et de 24 pour Co (Green & Hurford, 1984). Le rapport au Cd est le rapport entre l'activité mesurée dans un échantillon seul et l'activité lorsque le même échantillon est entouré d'une feuille de cadmium d'au moins 7 mm d'épaisseur. Cd est utilisé comme barrière ou filtre lors de la détermination du flux de neutrons épithermiques et rapides car la section efficace du Cd est très grande pour l'absorption des neutrons thermiques.

Une mauvaise calibration du réacteur entraînera une sous-estimation de l'âge.

Les irradiations ont été réalisées dans le canal P1 du réacteur Orphée du laboratoire Pierre Süe (C.E. de Saclay). Les caractéristiques de ce canal et de ce réacteur ont été définies par Meyer (1990). Le flux intégré de neutrons thermiques est de  $10,76 \times 10^{12}$  n/cm<sup>2</sup>/s. Le canal est caractérisé par un rapport du flux de

neutrons thermiques sur le flux de neutrons rapides de 1547. Le rapport au Cd est de 12097 pour le cobalt et de 3280 pour l'or (Carpéna & Mailhé, 1987). Meyer (1990) estime la contribution des traces de fission qui ne sont pas dues à la fission induite des atomes de  $^{235}\text{U}$  par des neutrons thermiques à 0,41%. La température enregistrée au niveau du canal lors des irradiations est de 35°C (Meyer, 1990).

Tableau II-3 : variation de la densité des traces induites dans les détecteurs en fonction de la position des verres standards dans le conteneur.

Irradiations	Position	Densité de traces ( $\times 10^5/\text{cm}^2$ )	Nombre de traces comptées
13/07/94 (SMS 7146)	haut	8,81	3289
	milieu	8,74	6531
	bas	9,00	3362
10/09/94 (SMS 7146)	haut	5,91	6659
	milieu	5,87	4387
	bas	6,28	4692
7/07/95 (SMS 7146)	haut	6,30	14116
	milieu	6,15	13785
	bas	6,38	14291
31/01/96 (CN5)	haut	5,62	8402
	milieu	5,57	8323
	bas	5,62	8395
3/09/96 (CN5)	haut	4,47	8936
	milieu	4,28	8562
	bas	4,26	8524
28/10/97 (CN5)	haut	4,82	9646
	milieu	4,95	9894
	bas	4,90	9794

Les traces induites ont été comptées dans les détecteurs (micas) placés au dessus des verres standards SMS 7146 (préparés par P. Van den Haute) pour les trois premières irradiations et Corning CN5 pour les trois dernières. Les tableaux de comptage des plages sur les différents dosimètres sont présentés dans l'annexe "Détermination du facteur  $\zeta$ ".

Le gradient latéral du flux est de 8,5 % et le gradient vertical est de 3,5 %/cm (Meyer, 1990). Cependant, les différentes irradiations récemment réalisées ne confirment pas cette valeur de 3,5%/cm pour le gradient vertical (Tableau II-3). Il apparaît que le flux est variable selon la position dans le conteneur mais sans évolution franche. Cependant, la variation entre les différents verres dosimètres

est au maximum de 2,4%, valeur inférieure à celle obtenue par Meyer (1990) mais du même ordre qu'un rapport du C.E.A. cité par Meyer.

La densité moyenne des traces dans le dosimètre, utilisée pour le calcul du facteur  $\zeta$  et pour la détermination des âges, est la moyenne des valeurs des trois dosimètres situés dans le conteneur quelle que soit la position du standard ou de l'échantillon dans le conteneur. En effet :

1) les variations verticales sont inférieures aux variations latérales. La figure II-10 présente les résultats des comptages pour un parcours du haut vers le bas du dosimètre c3 du conteneur de l'irradiation réalisée le 28/10/97 ; un gradient supérieur à l'écart existant entre les valeurs moyennes dans les trois dosimètres, apparaît entre le haut et le bas.

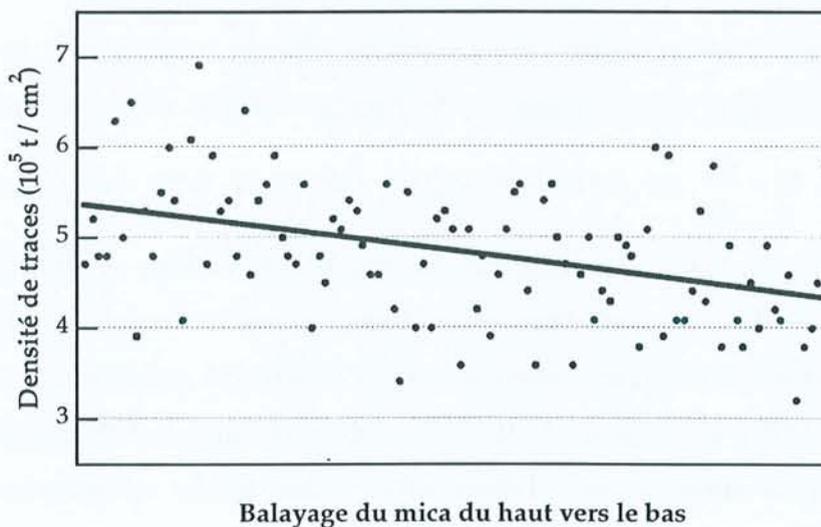


Figure II-10 : densité des traces induites dans le mica situé au dessus du dosimètre CN5 c3 placé en haut du conteneur dans l'irradiation du 28/10/97. La droite représente l'ajustement linéaire du nuage de points. Un écart supérieur à 0,5 peut être mis en évidence entre le haut et le bas du mica alors que l'écart maximum entre deux détecteurs est de 0,13.

2) les variations verticales du flux ne présentent pas d'évolution régulière du bas vers le haut du conteneur et il est possible que des modifications intermédiaires, entre deux détecteurs, se produisent.

3) les modifications générées par cette moyenne sur la valeur du zêta ou sur l'âge sont minimales.

Le canal P1 du réacteur Orphée est par conséquent un réacteur très bien thermalisé permettant des études précises par la méthode des traces de fission.

### 3) Equation pratique

$N_s$  et  $N_i$  correspondent au nombre de traces dans un volume donné. Or, les traces sont comptées sous le microscope sur une surface. Il est donc nécessaire de considérer les densités de traces spontanées ( $\rho_s$ ) et de traces induites ( $\rho_i$ ). Le recours à l'attaque chimique entraîne l'introduction de plusieurs paramètres dans le calcul de la densité :  $\rho_s = g_s N_s R_s \eta_s f(t)_s q_s$  et  $\rho_i = g_i N_i R_i \eta_i f(t)_i q_i$ .

Le facteur d'observation est propre à chaque utilisateur et dépend des conditions d'attaque (concentration de l'acide, temps, température). Le facteur géométrique  $G = \frac{g_i}{g_s}$  est considéré égal à 0,5 mais cette valeur est purement théorique et correspond au rapport  $2\pi/4\pi$ , l'observation se réalisant sur une surface pour le détecteur et dans un volume pour le cristal (Hurford & Green, 1983). La mesure de ce facteur montre que sa valeur est supérieure à 0,5 (Gleadow & Lovering, 1977). La valeur de 0,5 n'est obtenue que si l'efficacité de l'attaque chimique est la même pour l'observation des traces spontanées et induites (Gleadow, 1981).

L'équation pratique de détermination d'un âge apparent par la méthode des traces de fission est avec  $Q = \frac{R_i \eta_i f(t)_i q_i}{R_s \eta_s f(t)_s q_s}$  :

$$t = \frac{1}{\lambda_\alpha} \ln \left( \frac{\lambda_\alpha}{\lambda_f} \frac{\rho_s}{\rho_i} G Q I \sigma \Phi + 1 \right)$$

Deux méthodes peuvent être utilisées pour la datation, la méthode des populations et celle dite grain par grain ou du détecteur externe.

Dans la méthode des populations, les densités des traces spontanées et induites sont déterminées dans deux lots différents. Cette méthode nécessite que la distribution en U des grains soit très homogène et que la révélation des traces soit isotrope.

Ces deux conditions n'étant pas remplies pour les échantillons étudiés, notamment les grès, la méthode grain par grain et plus particulièrement la méthode du détecteur externe a été utilisée. Dans cette méthode, les traces spontanées et induites sont mesurées pour les mêmes grains. Lors de l'irradiation, les lots de cristaux d'apatite sont recouverts d'un feuillet de mica, pauvre en uranium, étroitement mis en contact. Lors de l'irradiation, les traces induites issues d'atomes de  $^{235}\text{U}$  situés à une profondeur inférieure à la longueur maximum d'une trace sont enregistrées à la surface du détecteur et peuvent être comptées. Ainsi, les traces spontanées et induites sont comptées sur la même zone du grain. Les traces sont comptées sous le microscope à l'aide d'un objectif muni d'un réticule-grille, ce qui permet de mesurer l'aire de comptage. La surface de comptage des traces spontanées et induites est la même. Le comptage se réalise alternativement entre le grain d'apatite et le détecteur pour que les deux zones comptées soient le plus superposables possible afin de garantir la validité des résultats.

#### 4) La calibration zêta ( $\zeta$ )

Pour remédier aux problèmes de détermination des paramètres de l'irradiation, une approche dite des âges standards ou calibration zêta ( $\zeta$ ) a été développée (Hurford & Green, 1982 ; 1983). Elle repose sur l'introduction du facteur zêta qui représente les paramètres difficiles à déterminer (constante de fission, paramètres de l'irradiation, facteur d'observation). La fluence  $\Phi$  est déterminée à l'aide de la densité de traces dans un verre dosimètre ( $\rho_d$ ),  $\Phi = B\rho_d$ , B exprimant le rapport entre les neutrons et les traces. Le facteur  $\zeta$  est déterminé à l'aide d'échantillons d'apatite standard dont l'âge est parfaitement connu.

---

$$\zeta = \frac{e^{\lambda_{\alpha}t} - 1}{\lambda_{\alpha} \frac{\rho_s}{\rho_i} G \rho_d} = \frac{QI\sigma B}{\lambda_f}$$

Il existe plusieurs types de verres dosimètres (S.R.M., Corning...) possédant des teneurs en uranium variables. Le verre Corning CN5 a été préféré aux verres S.R.M. 612-613 du National Institute and Technology qui possèdent une teneur en U équivalente ( $12,41 \pm 0,03$  ppm ; Bellemans *et al.*, 1995). Son faible rapport Th/U garantit dans la pratique une population de traces de fission induites liée uniquement à l'uranium. La concentration en éléments (B, Cd, Sm, Eu, Gd, Dy, Ir et Hg) fortement absorbants pour les neutrons est faible et garantit une protection aux neutrons négligeables et une manipulation sûre même après plusieurs irradiations (Bellemans *et al.*, 1995). Sa teneur en uranium est de  $12,17 \pm 0,62$  ppm (Bellemans *et al.*, 1995).

Deux cristaux d'apatite, Durango ( $31,4 \pm 0,5$  Ma ; Mc Dowell & Keizer, 1977) et Fish Canyon ( $27,9 \pm 0,7$  Ma ; Steven *et al.*, 1967), ont été sélectionnés comme standards d'âge par la sous-commission de géochronologie de l'I.U.G.S. (Hurford, 1990) auxquels s'ajoute l'apatite de Mont Dromedary ( $98,7 \pm 0,6$  Ma ; Green, 1985).

Ainsi l'équation pour la détermination de l'âge devient :

$$t = \frac{1}{\lambda_{\alpha}} \ln \left( \lambda_{\alpha} \frac{\rho_s}{\rho_i} \rho_d G \zeta + 1 \right)$$

Le facteur  $\zeta$  est spécifique du verre dosimètre utilisé, de l'utilisateur et des conditions expérimentales [réacteur (B) - préparation des échantillons - attaque chimique - microscope (Q)] (Hurford, 1990).

Le facteur  $\zeta$  utilisé dans la suite de ce travail a été déterminé avec les trois standards précédemment définis pour 6 irradiations réalisées dans le réacteur Orphée, Canal P1. Les différentes valeurs individuelles du facteur  $\zeta$  sont présentées dans le tableau II-4. Les grilles d'analyse sont regroupées dans l'annexe "Détermination du facteur  $\zeta$ ".

Tableau II-4 : différentes déterminations du facteur  $\zeta$  avec pour dosimètre le verre Corning CN5 et un mica pour détecteur.

Irradiation	$\rho_d$	Standard	N	Valeur du $\zeta$
13/07/94	7,349 ± 0,081 (8233)	Durango	15	349,2 ± 18,6
		Fish Canyon	23	311,6 ± 16,8
10/09/94	4,763 ± 0,046 (10758)	Durango	28	388,7 ± 16,6
		Fish Canyon	28	359,1 ± 16,9
7/07/95	5,010 ± 0,055 (8233)	Fish Canyon	24	342,7 ± 16,3
		Mt Dromedary	25	411,0 ± 14,3
31/01/96	5,605 ± 0,035 (25120)	Durango	27	362,1 ± 16,2
		Fish Canyon	24	343,4 ± 18,6
3/09/96	4,337 ± 0,027 (26022)	Durango	24	366,0 ± 21,1
		Fish Canyon	22	323,1 ± 20,6
		Mt Dromedary	21	390,1 ± 19,4
28/10/97	4,889 ± 0,028 (29334)	Durango	25	325,8 ± 18,0
		Fish Canyon	22	317,9 ± 18,7
		Mt Dromedary	20	402,0 ± 17,5
23/08/94	12,58	Durango	20	332,9 ± 19,5

La densité de traces induites ( $\rho_d$ ) est exprimée en  $10^5$  traces par  $cm^2$ . Le nombre de traces comptées est donné entre parenthèses. N correspond au nombre de grains utilisés pour le calcul du facteur  $\zeta$ .

La sous-commission de géochronologie de l'I.U.G.S. (Hurford, 1990) recommande au minimum cinq analyses représentant trois irradiations et plus d'un standard pour obtenir un facteur  $\zeta$  moyen significatif. La valeur du facteur  $\zeta$  moyen correspond à la moyenne pondérée des différentes valeurs individuelles (zêta moyen pondéré standard, ZMPS ; Green, 1985), le facteur de pondération étant l'inverse de l'erreur sur chacune des valeurs ( $\pm 1\sigma$ ).

$$ZMPS = \frac{\sum_{j=1}^j \frac{\zeta_j}{\sigma_j^2}}{\sum_{j=1}^j \frac{1}{\sigma_j^2}}$$

Mon zêta moyen vaut à partir des données des 6 irradiations  $359 \pm 9$  (Fig. II-11). L'erreur prend en compte l'erreur sur les traces spontanées et induites, les traces comptées dans les dosimètres et l'incertitude sur l'âge des trois standards.

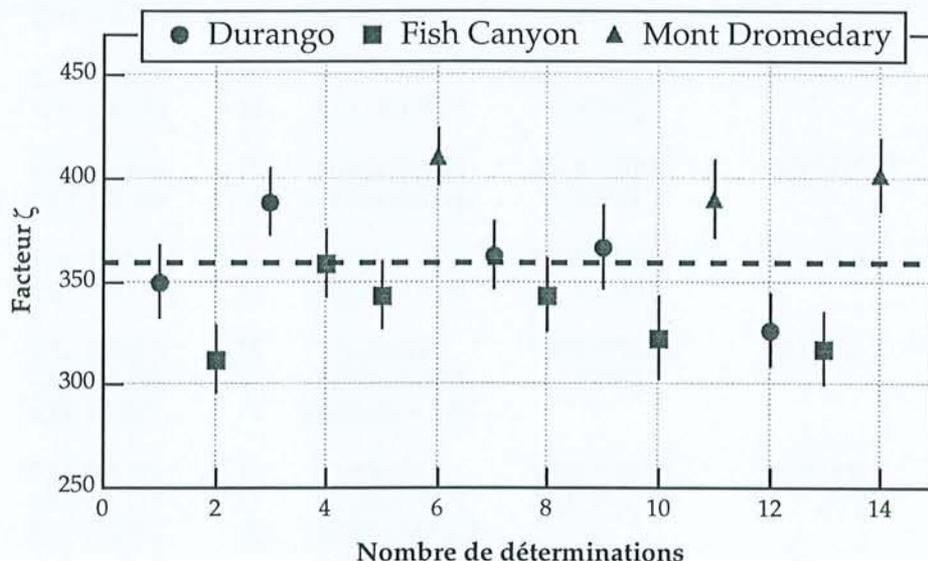


Figure II-11 : représentation des différentes valeurs individuelles du facteur  $\zeta$ . Les barres d'erreur sont à  $\pm 1\sigma$ . Le trait en pointillé représente la valeur du facteur  $\zeta$  moyen pondéré standard ( $359 \pm 9$ ).

Ce facteur  $\zeta$  est caractéristique des conditions de révélation des traces spontanées et induites et d'observation. Une septième détermination du facteur  $\zeta$  (23/08/94) réalisée avec des traces spontanées attaquées avec une solution d' $\text{HNO}_3$  5M n'a ainsi pas été retenue pour le calcul et n'est présentée que pour comparaison.

Le facteur  $\zeta$  moyen se situe dans la gamme de valeurs obtenues pour le détecteur CN5 (Green, 1985).

## 5) Signification de la moyenne des âges apparents : âge groupé et âge moyen

La distribution des traces de fission dans les cristaux d'apatite suit une loi de Poisson qui gouverne le rapport des traces spontanées sur les traces induites

$(N_s/N_i)$  (Green, 1981a). Les rapports  $\rho_s/\rho_i$  devraient être égaux entre les grains ou varier selon l'incertitude prédite par la loi de Poisson. Cependant, des paramètres susceptibles de modifier ces rapports entre les grains existent (Green, 1981a) : 1) une erreur de comptage ; 2) la confusion entre des traces et des défauts cristallins ; 3) un mauvais contact entre le mica et le grain ; 4) la révélation incomplète des traces ; 5) une erreur dans l'identification du grain sur le mica ; 6) le décalage entre les zones de comptage pour le grain et pour le mica ; 7) l'existence de plusieurs populations d'âge (ceci est particulièrement possible dans les grès) ; 8) la variation dans la dose de neutrons reçue lors de l'irradiation ; 9) la distribution hétérogène de l'uranium dans le grain d'apatite.

La majorité de ces facteurs peut être facilement contrôlée en réalisant un comptage sérieux et en irradiant les échantillons dans un réacteur dont la fluence de neutrons thermiques est bien maîtrisée. Cependant, l'analyse traces de fission peut entraîner l'existence d'âges variés et il est nécessaire de reconnaître ces situations.

Le test du Chi2 ( $\chi^2$ ) permet de détecter ces situations (Galbraith, 1981 ; Green, 1981a) et de mettre au point une autre alternative de datation. La valeur du  $\chi^2$  est donnée pour une population de grains (j grains) par :

$$\chi^2 = \sum_{j=1}^n \frac{(N_{sj} - \hat{N}_{sj})^2}{\hat{N}_{sj}} + \sum_{j=1}^n \frac{(N_{ij} - \hat{N}_{ij})^2}{\hat{N}_{ij}}$$

$$\text{avec } \hat{N}_{sj} = \frac{N_s}{N_s + N_i} (N_{sj} + N_{ij}) \text{ et } \hat{N}_{ij} = \frac{N_i}{N_s + N_i} (N_{sj} + N_{ij})$$

La valeur du  $\chi^2$  est testée avec (n-1) degrés de liberté au niveau de 5%. Si la valeur est acceptable (c'est à dire si elle est inférieure à la valeur donnée dans la table du  $\chi^2$ ), alors la moyenne des âges apparents (âge de l'échantillon) est un âge groupé :

$$\bar{t} = \frac{1}{\lambda_{\alpha}} \ln \left( \lambda_{\alpha} \frac{\rho_s}{\rho_i} \rho_d G \zeta + 1 \right) \quad \text{où} \quad \frac{\rho_s}{\rho_i} = \frac{\sum_{n=1}^j \rho_{sj}}{\sum_{n=1}^j \rho_{ij}}$$

L'erreur sur la moyenne des âges  $[\sigma(\bar{t})]$  est déterminée selon l'erreur définie par la loi de Poisson [erreur sur  $x = \sqrt{x}$ ]:

$$\sigma(\bar{t}) = \sqrt{\left[ \left( \frac{\sqrt{\rho_d}}{\rho_d} \right)^2 + \left( \frac{\sqrt{\zeta}}{\zeta} \right)^2 + \left( \frac{\sqrt{\rho_s}}{\rho_s} \right)^2 + \left( \frac{\sqrt{\rho_i}}{\rho_i} \right)^2 \right] \bar{t}}$$

Si la valeur n'est pas acceptable, alors la moyenne des âges apparents est un âge moyen :

$$\bar{t} = \frac{1}{\lambda_{\alpha}} \ln \left( \lambda_{\alpha} \frac{\rho_s}{\rho_i} \rho_d G \zeta + 1 \right) \quad \text{où} \quad \frac{\rho_s}{\rho_i} = \frac{\sum_{n=1}^j \rho_{sj}}{n}$$

et l'erreur sur le rapport des densités est :

$$\sigma \left( \frac{\rho_s}{\rho_i} \right) = \frac{\left\{ \sum_{j=1}^n \left( \frac{\rho_s}{\rho_i} \right)_j^2 - \left[ \sum_{j=1}^n \left( \frac{\rho_s}{\rho_i} \right)_j \right]^2 \right\}^{1/2}}{n(n-1)}$$

L'erreur sur l'âge est égale à l'écart-type de la distribution individuelle de l'âge des grains (Arne, 1992) :

$$\sigma(\bar{t}) = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (t_j - \bar{t})^2}{n}}$$

Une méthode graphique, dite représentation radiale ou graphique radial, a été proposée par Galbraith (1988, 1990) pour mettre en évidence les variations d'âge apparent dans une population de grains. Les âges apparents des  $n$  grains d'une même irradiation sont exprimés dans un diagramme dont les coordonnées sont :

$$x_j = \frac{1}{\sigma_j} \quad \text{et} \quad y_j = \frac{(z_j - z_0)}{\sigma_j}$$

$$\text{avec } z_j = \ln\left(\frac{N_{sj}}{N_{ij}} \rho_d \zeta\right), \sigma_j = \sqrt{\left(\frac{1}{N_{sj}} + \frac{1}{N_{ij}}\right)} \text{ et } z_0 = \ln\left(\frac{\sum_{j=1}^n \frac{\zeta_j}{\sigma_j^2}}{\sum_{j=1}^n \frac{1}{\sigma_j^2}}\right).$$

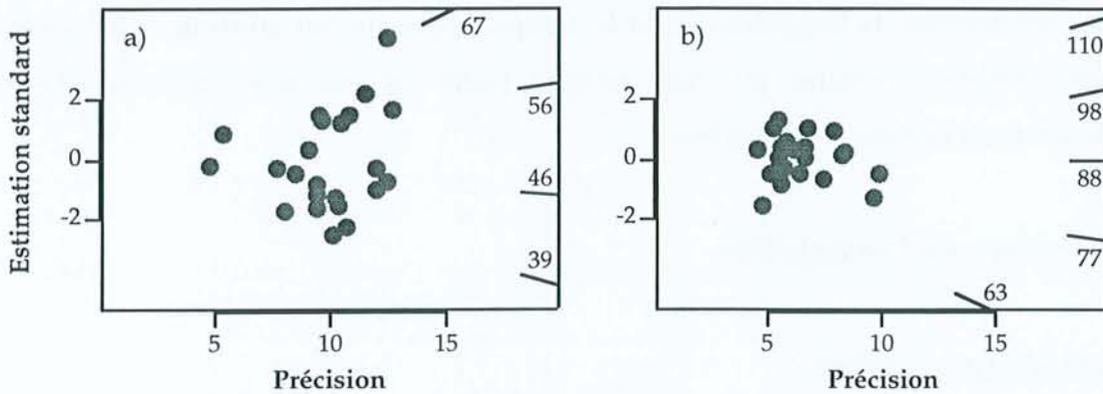


Figure II-12 : représentation des données de l'analyse traces de fission dans le graphique radial pour deux échantillons de la bordure sud-est du Massif Central. a) : MM1 229-229,25 ; b) Perriers. L'échantillon Perriers est caractérisé par une population unique de grains alors que l'échantillon MM1 présente plusieurs populations.

Le calcul d'un âge central est également proposé pour reconnaître la variation des âges et l'existence de plusieurs populations de grains (Galbraith & Laslett, 1993). La dispersion des âges autour de la moyenne est donnée par le facteur D. Une valeur de  $D < 15$  garantit que les différents cristaux appartiennent à une même population d'âge.

## E. STABILITE DES TRACES DE FISSION

Dès les premiers travaux de datation par les traces de fission (Fleischer & Price, 1964), les âges traces de fission sont apparus, dans de nombreuses situations, inférieurs aux âges déterminés par d'autres méthodes (Rb/Sr ou K/Ar par exemple). Le principe de la restauration de la structure cristalline a ainsi été évoqué. Les traces sont énergétiquement métastables et la structure désordonnée correspondant au passage du fragment de fission se cicatrise avec le temps. Ce

phénomène se traduit par la diminution de la longueur des traces et par la réduction de la densité surfacique de traces. Ceci pouvait apparaître comme une limitation sérieuse pour l'analyse des traces de fission car le principe du système clos propre à l'utilisation des systèmes radiogéniques n'était pas respecté. Mais la compréhension des mécanismes responsables de la cicatrisation des traces, principalement la température et le temps, a permis au contraire de développer cette méthode comme un outil unique pour reconstituer l'histoire thermique basses températures des roches.

## 1) Causes de l'instabilité

### Température et temps

Fleischer *et al.* (1965) se sont intéressés à différents paramètres pouvant à priori jouer un rôle dans la stabilité des traces de fission pour différents minéraux. Le temps, la température, les pressions hydrostatique ou d'onde de choc, les solutions intergranulaires et les radiations ionisantes ont ainsi été étudiés. Il apparaît que seuls la température et le temps jouent un rôle important et provoquent le recuit thermique des traces de fission. En effet, dans les cristaux d'apatite, des pressions hydrostatiques de 2 kb ne modifient pas les propriétés du recuit (Naeser & Faul, 1969) ; des pressions de choc de 173 et 45 kb ne modifient pas les traces de fission (Ahrens *et al.*, 1970) bien que les traces disparaissent pour des pressions plus fortes (Fleischer *et al.*, 1974). Fleischer *et al.* (1975) concluent que les effets mécaniques peuvent être considérés comme négligeables pour les matériaux terrestres. Ils peuvent malgré tout avoir indirectement une influence sur les conditions d'observation : des dislocations peuvent être confondues avec des traces. L'altération ne semble pas jouer un rôle dans la stabilité des traces car les âges TF du coeur sain jusqu'aux bordures altérées d'un batholite restent inchangés quel que soit le degré d'altération.

De nombreuses expériences ont été réalisées afin de caractériser les paramètres température et temps responsables de la cicatrisation des traces et de réaliser des modèles de recuit ( en particulier, Naeser & Faul, 1969 ; Wagner & Reimer, 1972 ; Green *et al.*, 1986 ; Crowley *et al.*, 1991 ; Donelick, 1991) (Fig. II-13).

---

Les premières expériences mesuraient la réduction de la densité de traces ( $\rho/\rho_0$ ,  $\rho$  et  $\rho_0$  étant respectivement la densité et la densité initiale) ou celle de l'âge. Green (1981b) a mis en évidence l'importance de la mesure du recuit par le biais des longueurs des traces confinées (rapport  $L/L_0$ ). L'utilisation des longueurs des traces confinées horizontales est aujourd'hui le standard pour l'interprétation de l'histoire thermique.

Les résultats de telles expériences sont présentés dans un diagramme d'Arrhénius où le temps est fonction de l'inverse de la température en degré Kelvin. Les points représentatifs des mêmes degrés de recuit forment des droites qui peuvent être extrapolées aux temps géologiques.

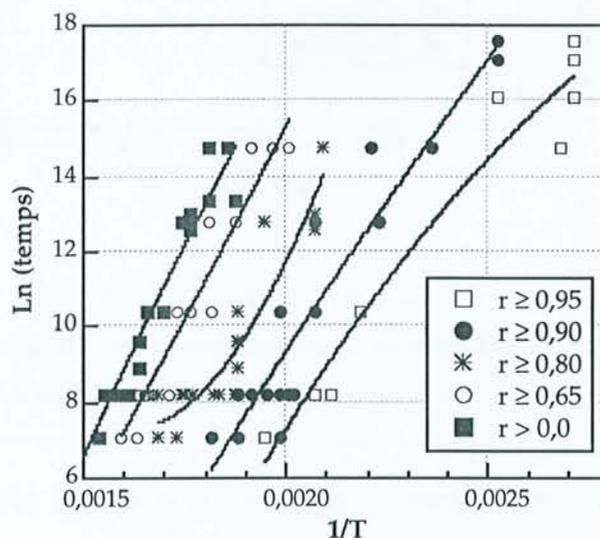


Figure II-13 : données des expériences de recuit de Green et al. (1986) dans un diagramme d'Arrhénius. Le temps est donné en secondes, la température ( $T$ ) est exprimée en degré Kelvin et  $r$  correspond au rapport des longueurs des traces confinées après et avant le recuit.

De la même façon que pour le processus de formation ou pour la structure de la trace, le processus de recuit thermique est assez mal défini. Le recuit des traces de fission est représenté par deux étapes :  $L/L_0$  diminue lentement jusqu'à un rapport de 0,65 où la diminution est très rapide (Green et al., 1986) (Fig. II-14). Ils interprètent la première étape comme la cicatrisation des traces à partir des

extrémités et la seconde comme l'apparition de zones non révélables par l'attaque au cours du recuit.

Carlson (1990) considère ainsi à partir de ces travaux une cinétique de recuit en deux étapes : un raccourcissement axial de la trace depuis les extrémités suivi d'une segmentation liée à l'hétérogénéité de distribution des défauts.

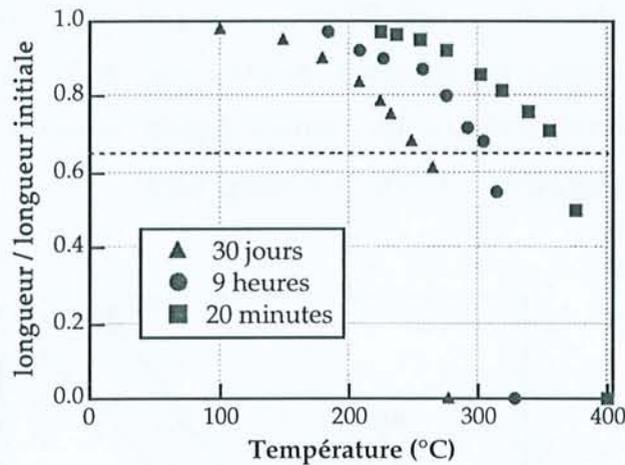


Figure II-14 : données du recuit isochrone pour trois temps différents pour les expériences de Green *et al.*, 1986. La réduction de la longueur des traces confinées se produit en deux étapes : une réduction lente avant  $L/L_0 > 0,65$  et une diminution brutale pour  $L/L_0 < 0,65$ .

Deux facteurs interviennent également dans la cicatrisation des traces, l'orientation cristalline et la composition chimique.

### Orientation cristalline

Green & Durrani (1977) ont observé que la longueur des traces d'une population varie avec l'orientation cristallographique : pour le même degré de cicatrisation, les traces parallèles à l'axe c ont des longueurs plus grandes que les traces perpendiculaires à l'axe c. Cette anisotropie traduirait la variation de l'énergie d'activation selon les différentes directions cristallographiques. Cette dépendance vis à vis de l'orientation devient plus marquée avec l'augmentation du recuit (Green *et al.*, 1986 ; Donelick, 1991 ; Crowley *et al.*, 1991). La relation entre la longueur des traces perpendiculaires à l'axe c et celle des traces parallèles à l'axe c est une ellipse, sauf pour les forts degrés de recuit (Donelick, 1991).

Cette dépendance vis à vis de l'orientation cristalline exclut l'observation des faces basales où toutes les traces sont perpendiculaires à l'axe c. Pour les faces prismatiques, l'angle varie entre 0 et 90°.

### Composition chimique

L'influence de la composition chimique sur le recuit des traces de fission dans l'apatite a été envisagée par Gleadow & Duddy (1981) qui constatent dans les forages du bassin d'Otway que les âges traces de fission des échantillons ayant perdu la moitié de leurs traces couvrent une gamme très large. Ils attribuent cette distribution au fait que la quantité de recuit pour chaque grain n'est pas identique et envisagent que de telles différences sont contrôlées vraisemblablement par la composition chimique des cristaux d'apatite. Green *et al.* (1986) développent cette idée et montrent que les âges apparents sont corrélés à la teneur en Cl déterminée par microsonde électronique (Fig. II-15). Les cristaux riches en Cl sont plus résistants au recuit que les cristaux riches en F. La composition chimique, particulièrement le rapport Cl/F, intervient bien dans le processus de recuit.

Cette influence du rapport Cl/F a été mise en évidence dans de nombreuses études traces de fission (par exemple, O'Sullivan & Parrish, 1995). Des expériences de recuit réalisées sur des cristaux d'apatite de composition chimique variée montrent que le recuit diffère selon la nature de la substitution anionique (Green, 1988). Crowley *et al.* (1990) établissent une échelle de résistance au recuit en fonction de la composition chimique : les Cl-apatites sont plus résistantes que les Sr-apatites, elles-mêmes plus résistantes que les F-apatites, elles-mêmes plus résistantes que les OH-apatites. Il existe une différence de 30°C dans la cicatrization des traces entre les chlorapatites et les autres pôles. Carlson & Donelick (1993) montrent que la vitesse de recuit d'échantillons d'apatite possédant des teneurs en Cl différentes dépend de cette teneur, bien qu'un échantillon ne se place dans cette évolution.

Cependant, des exemples où des cristaux d'apatite non chlorés possèdent les mêmes propriétés de recuit que les chlorapatites existent. Ainsi, des cristaux d'apatite contenant du Mn (Ravenhurst *et al.*, 1993) ou des terres rares et du Sr

---

(données non publiées de Donelick & Carlson citées dans Burtner *et al.*, 1994) montrent des taux de recuit similaires à ceux d'une chlorapatite. Naeser *et al.* (1990) citent des données non publiées de Crowley qui montrent que des différences entre les modèles de recuit et les échantillons étudiés ne peuvent pas être liées à la composition chimique des cristaux d'apatite car ils ne possèdent pas de chlore.

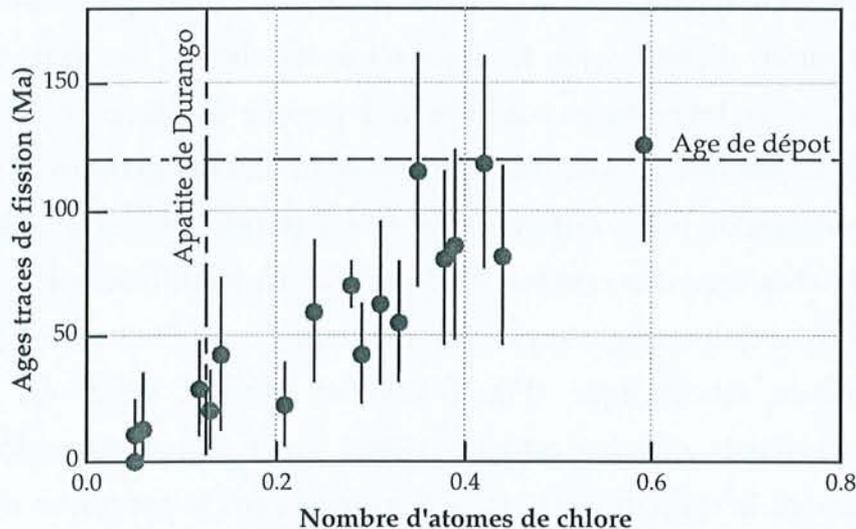


Figure II-15 : relation entre âge apparent et teneur en chlore pour des grains d'apatite provenant d'un échantillon de grès du bassin d'Otway (forage Flaxmans-1, 2585 mètres, 92°C). D'après Green *et al.*, 1986. Les cristaux étudiés sont tous des apatites volcaniques formées au Crétacé inférieur. La teneur en Cl de l'apatite de Durango est donnée pour indication.

Ben Ghouma (1995) met en évidence le contrôle des ions carbonates en substitution dans les cristaux d'apatite dans le recuit des traces de fission. L'importance des cations présents en substitution au  $\text{Ca}^{2+}$  a également été proposée (Carpéna, 1998) : les cristaux d'apatite les plus fortement substitués possèdent les traces présentant le plus fort degré de recuit et il existe une corrélation positive entre le degré de substitution et la réduction de la densité des traces.

## 2) Domaine de stabilité des traces de fission dans les cristaux d'apatite

### Zone effective de stabilité des traces

La définition du domaine de stabilité des traces de fission dans les cristaux d'apatite a été établie à partir de la confrontation des données des expériences de recuit extrapolées aux durées géologiques et des exemples de recuits naturels, en particulier des forages. La zone partielle de rétention des traces correspond au domaine de températures pour lequel les traces de fission n'ont pas leur longueur originelle. Le recuit thermique est un phénomène progressif avec une température pour laquelle les traces commencent à s'accumuler dans les cristaux, une température pour laquelle elles sont stables (ou très peu cicatrisées) et une zone intermédiaire dans laquelle les traces sont partiellement réduites.

La limite de rétention totale des traces correspond à la disparition des traces de fission et par conséquent à un âge nul. Ainsi, les forages d'Eielson et de Los Alamos (Naeser, 1979), de Coso et Tejon (Naeser, 1981), d'Urach-III (Hammerschmidt *et al.*, 1984), du bassin d'Otway (Green *et al.*, 1989a) et du Sud Texas (Corrigan, 1993) fournissent des âges traces de fission nuls pour des températures respectivement de 105, 135, 145, 117, 142, 123 et 130°C. La dispersion des températures s'explique d'une part par la durée de l'événement thermique responsable du recuit et d'autre part par la composition chimique des cristaux d'apatite. Le forage KTB fournit un âge non nul (6 Ma) à 116°C mais l'extrapolation d'un âge nul fournit la température de 120°C (Wagner *et al.*, 1997). Le bassin d'Otway a été particulièrement étudié car il est traversé par de nombreux forages recouvrant la gamme des températures couvertes par le domaine de stabilité des traces (Gleadow & Duddy, 1981 ; Green *et al.*, 1989a). Il est caractérisé par la présence d'une unité importante (> 3km), d'âge Crétacé inférieur, constituée par l'alternance de grès et d'argiles dérivés d'un volcanisme contemporain à la sédimentation (Green *et al.*, 1989a). L'unité contient des cristaux d'apatite volcanique déposés après l'éruption dont toutes les traces ont été formées après le dépôt. L'histoire géologique se caractérise par un enfouissement progressif jusqu'à la situation actuelle ; les échantillons connaissent par conséquent actuellement leur température maximale.

Le recuit se caractérise par une réduction progressive de l'âge traces de fission et de la longueur des traces confinées (Fig. II-16). Cette réduction est limitée jusqu'à 60-70°C et augmente rapidement jusqu'à 123°C. La longueur des traces chute brutalement depuis 8  $\mu\text{m}$  jusqu'à une valeur nulle en raison du biais d'observation et de révélation des traces courtes. La base de la zone partielle de cicatrisation des traces peut être située par conséquent entre 120-140°C (Wagner & Van den Haute, 1992).

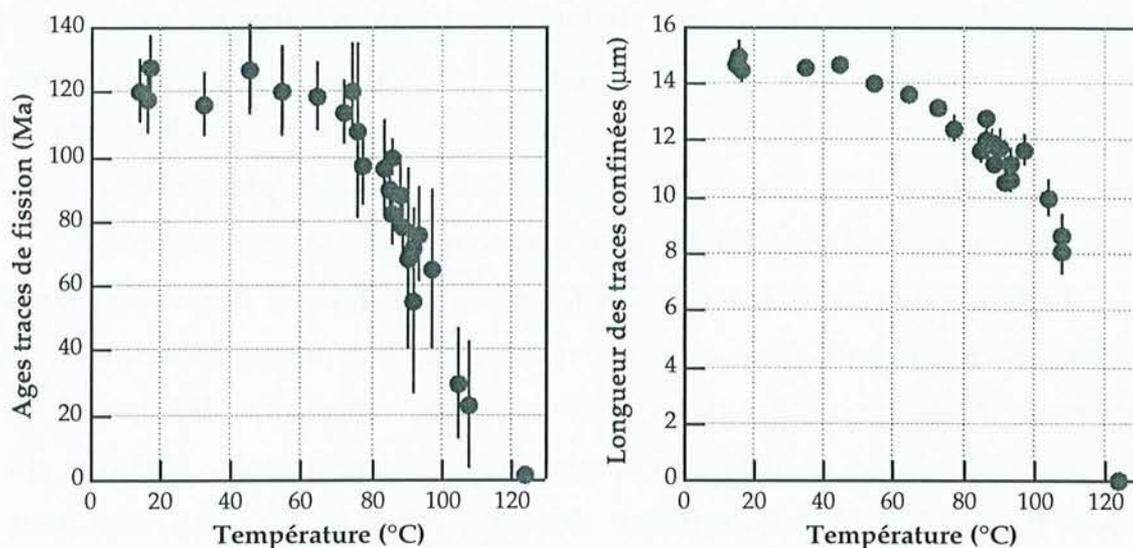


Figure II-16 : âges traces de fission et longueur des traces confinées pour les échantillons des forages du bassin d'Otway par rapport à la température actuelle corrigée. Les barres d'erreur sont à  $\pm 2\sigma$  (Green *et al.*, 1989a).

La limite de rétention partielle des traces, c'est à dire la température à partir de laquelle les âges traces de fission diminuent peut être établie à partir des données de forages entre 40 et 70°C (Wagner & Van den Haute, 1992). Cependant, il apparaît que, pour les échantillons ayant connu des températures faibles après leur formation (apatite de type volcanique), la longueur des traces confinées est plus grande pour les traces induites que pour les traces fossiles (Gleadow *et al.*, 1986a). Pour l'apatite de Durango, la réduction est de l'ordre de 8-9% pour les traces spontanées par rapport aux traces induites en considérant les traces projetées et les traces confinées (Jonckheere *et al.*, 1993). Cette réduction peut s'expliquer par le recuit thermique à des températures de surface (20-30°C) pendant des millions d'années (Green, 1988). Donelick *et al.* (1990) montrent que

des traces fraîchement induites subissent une réduction notable à 23°C, de l'ordre de 0,5 µm pendant les premières semaines.

L'étude de la distribution des longueurs des traces de fission permet de caractériser le passage des échantillons à travers cette zone partielle de stabilité des traces. Gleadow *et al.* (1986a et 1986b) ont déterminé pour les grands types d'histoire thermique les distributions des longueurs des traces confinées. Ainsi, des traces de "type volcanique" non affectées thermiquement, c'est à dire n'ayant jamais connu des températures supérieures à 50°C ou ayant subi un refroidissement rapide, possèdent des traces de longueur moyenne supérieure à 14 µm et un écart-type de l'ordre de 1 µm. Le type "socle cristallin" traduit une érosion lente et se caractérise par une longueur moyenne comprise, selon l'histoire géologique, entre 11,5 et 14 µm avec un écart-type compris entre 1 et 3 µm. La préservation de traces formées avant le soulèvement entraîne l'existence d'histogrammes mixtes ou bimodaux selon leur degré de recuit. La diminution de la longueur des traces confinées s'accompagne de l'augmentation de l'écart-type.

#### Modèles de cicatrisation et comparaison avec des exemples naturels

Trois modèles principaux de cicatrisation des traces de fission dans les cristaux d'apatite ont été proposés. Le modèle de Laslett *et al.* (1987) est réalisé à partir des expériences de Green *et al.* (1986) avec l'apatite de Durango (0,40 % poids Cl) (Fig. II-17). Les coordonnées de ce modèle correspondent à  $x = 1/T$  (T, température en K),  $y = \ln(t)$  (t temps en secondes) et  $z = L/L_0$ . La projection des contours de cette surface sur le plan x-y correspond à des droites ayant un point d'origine commun disposé en éventail. Ce modèle est ainsi défini par modèle d'Arrhénius linéaire en éventail. Il considère des énergies d'activation croissantes avec le degré de recuit.

Le modèle de Carlson (1990) utilise les données de Green *et al.* (1986) et celles de Donelick (1991) sur l'apatite de Tioga (0,54 % poids Cl). Il considère une énergie d'activation unique et un processus de recuit constitué de deux stades, axial et radial. Le modèle de Crowley *et al.* (1991) est basé sur des expériences réalisées sur

une fluorapatite et une Sr-apatite (4,44 % poids de SrO). Il correspond également à un modèle linéaire en éventail.

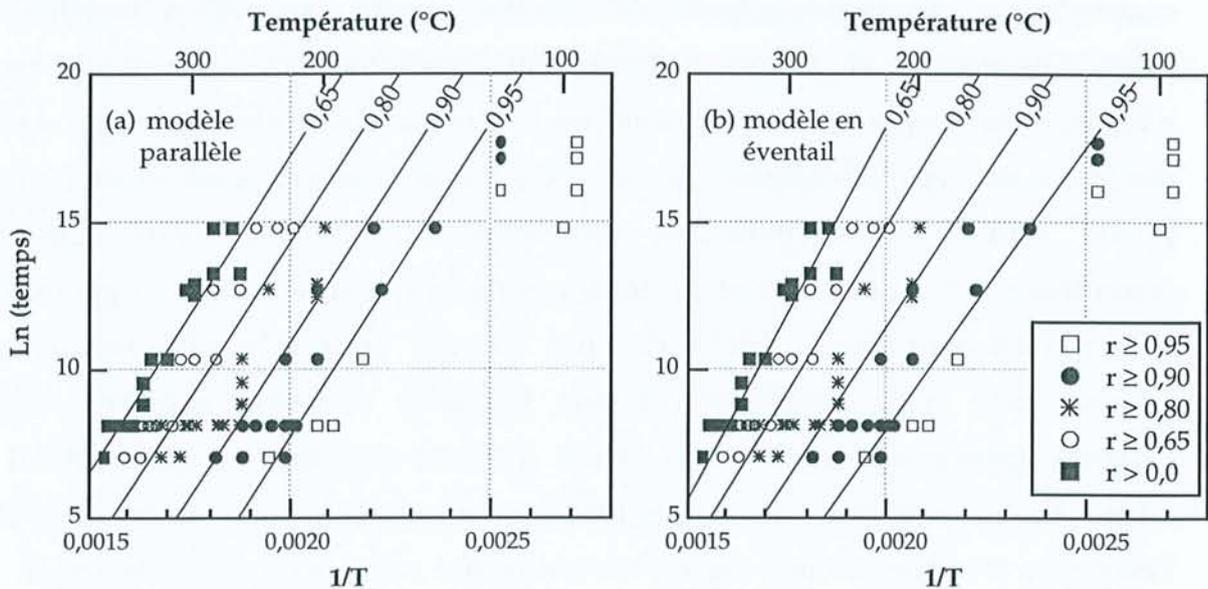


Figure II-17 : données des expériences de recuit de Green et al. (1986) et ligne d'isoreduction prédite par le modèle de Laslett et al. (1987) dans un diagramme d'Arrhénius. La formulation mathématique de la corrélation avec les données est double : modèle parallèle (a) et modèle en éventail (b). Le modèle en éventail fournit une meilleure corrélation avec les données mais le modèle parallèle donne une bonne approximation du modèle en éventail ; les différences entre les deux modèles apparaissent pour des réductions de longueur inférieures ou égales à 0,65. Mais la petite différence entre les deux modèles est amplifiée par l'extrapolation.

La comparaison des résultats obtenus par les modèles de cicatrisation et ceux obtenus pour des situations géologiques pour lesquelles l'histoire thermique est connue avec précision permet de tester ces modèles.

Green et al. (1989b) comparent les résultats du modèle de Laslett et al. (1987) avec les données du bassin d'Otway. Il apparaît que les paramètres de l'analyse traces de fission sont minorés par le modèle, légèrement jusqu'à 70°C pour les longueurs et jusqu'à 80°C pour les âges, fortement au-delà. Ainsi, le modèle envisage un âge nul pour la température de 110°C alors que les mesures indiquent un âge nul pour la température de 125°C. Ils expliquent ces écarts par la différence de composition chimique entre l'apatite de Durango ( $Cl/(Cl+F)$  de l'ordre de 0,1) et les cristaux d'apatite du bassin d'Otway ( $Cl/(Cl+F)$  compris entre

0 et 0,8) (Fig. II-18). Vrolijk *et al.* (1992) étudient des échantillons ayant connu uniquement des températures faibles (<50°C). Les longueurs des traces de cristaux de fluorapatite mesurées sont en bon accord uniquement avec les prévisions du modèle de Crowley *et al.* (1991). Les auteurs expliquent ce résultat par le plus grand nombre d'expériences de recuit réalisées à basses températures pour ce modèle. Corrigan (1993) teste les trois modèles de recuit sur différents forages du Sud Texas en étudiant la longueur des traces confinées. Les cristaux d'apatite sont des fluorapatites possédant une teneur moyenne en F de  $0,34 \pm 0,25$  % poids. Pour le modèle de Carlson (1990), les prévisions sont systématiquement supérieures aux mesures de  $0,7 \mu\text{m}$ , bien que la différence entre modèle et mesures reste homogène pour toute la gamme de température. Le modèle de Laslett *et al.* (1987) est celui qui donne le plus grand écart entre modèle et mesures. Les longueurs prédites sont inférieures aux longueurs mesurées et plus le recuit est important, plus l'écart augmente. Le modèle de Crowley *et al.* (1991) est celui qui fournit les meilleurs résultats bien qu'au-delà de 90°C, la longueur prédite est systématiquement supérieure à la longueur mesurée.

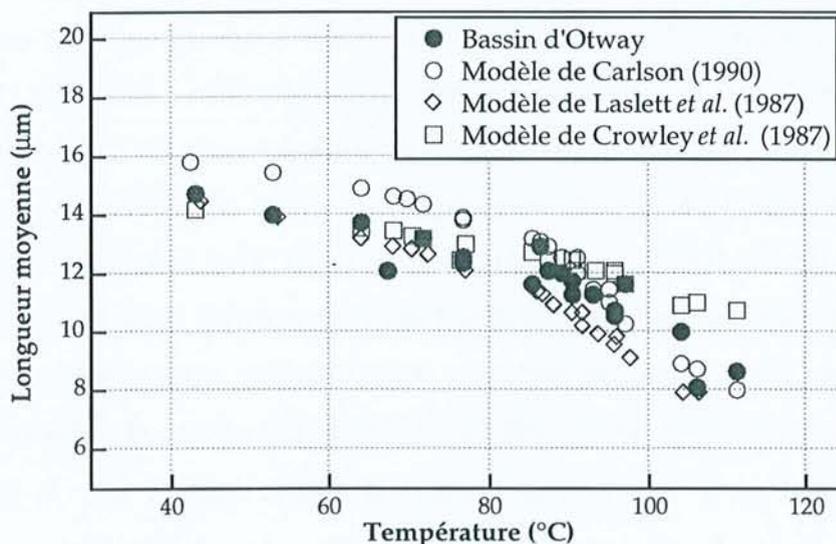


Figure II-18 : comparaison des longueurs moyennes des traces mesurées dans le bassin d'Otway et calculées par les différents modèles de cicatrisation. Aucun modèle ne fournit une corrélation parfaite avec les données bien que le modèle de Laslett *et al.* (1987) est le plus proche. D'après Green (1992).

La conclusion de telles études est que les modèles de cicatrisation des traces sont dépendants des expériences de recuit réalisées en ce qui concerne le choix de l'apatite et le nombre de couples temps - température ainsi que la gamme de températures couverte. De plus, la difficulté de ces comparaisons demeure également dans la définition de l'histoire thermique des régions étudiées.

### 3) Modélisation de l'histoire thermique à l'aide du logiciel Monte Trax

Plusieurs modèles d'inversion ont été développés à l'aide des modèles de cicatrisation existant pour reconstituer l'histoire thermique à partir des données de l'analyse traces de fission (Lutz & Omar, 1991 ; Corrigan, 1991 ; Gallagher, 1995 et Willet, 1997). La modélisation des histoires thermiques a été réalisée à l'aide du programme Monte Trax© conçu et développé pour l'environnement Macintosh par K. Gallagher. La modélisation des données peut être réalisée selon les modèles de cicatrisation des traces établis (Laslett *et al.*, 1987 ; Carlson, 1990 et Crowley *et al.*, 1991).

Monte Trax permet de modéliser l'histoire thermique à partir des données obtenues de l'analyse des traces de fission mais aussi de calculer ces paramètres pour une histoire thermique donnée (modélisation inverse). Les données obtenues de l'analyse des traces de fission utilisées lors de la modélisation sont l'âge et son erreur, la longueur moyenne des traces confinées et l'écart type de la distribution de ces traces. Les longueurs peuvent être introduites sous la forme d'un histogramme de distribution des traces ou entrées à partir d'un fichier texte sous la forme d'une série de mesures individuelles sans classement. Deux tests statistiques sont utilisés pour comparer les distributions des traces observées et prédites. Le test du  $\chi^2$  (Press *et al.*, 1986) est utilisé dans le cas où les traces sont introduites sous la forme d'histogrammes de distribution ; le test de Kolmogorov-Smirnov (Press *et al.*, 1986) est plus robuste pour une série de mesures individuelles de longueurs de traces.

L'histoire thermique est caractérisée par un nombre de points temps-température. Les paramètres de l'analyse traces de fission sont calculés pour cette histoire et comparés avec les données observées. Les histoires thermiques pour lesquelles la correspondance est bonne entre modèle et données sont compatibles

avec les données. Deux approches peuvent être considérées pour étudier les différences entre modèle et données : 1) minimiser l'erreur entre les deux 2) maximiser la probabilité de produire les données observées.

### Philosophie du programme Monte Trax

Le recuit des traces de fission dans les cristaux d'apatite suit un modèle non linéaire et les méthodes classiques d'approximation (telles que la méthode des moindres carrés par exemple) ne peuvent pas être utilisées. Une approche probabiliste a été développée utilisant la statistique de Monte Carlo et la méthode des algorithmes génétiques (Gallagher & Sambridge, 1994) afin d'établir une relation forte non linéaire entre les données et l'histoire thermique.

La statistique de Monte Carlo choisit au hasard les points temps-température. Il n'y a par conséquent pas de lien entre les différents chemins trouvés et un très grand nombre de modélisations est nécessaire pour obtenir une histoire correspondant aux données.

Le concept des algorithmes génétiques peut être imagé par l'évolution. La reproduction crée des modifications génétiques (croisements) qui peuvent être bénéfiques ou non, de même que les mutations qui interviennent au hasard. L'évolution ne conserve par définition que les modifications profitables. La méthode des algorithmes génétiques est proche au départ de celle de Monte Carlo car les points temps-température sont choisis au hasard. Mais les modèles qui sont le plus cohérents avec les données sont conservés lors de la prochaine génération tandis que les modèles non satisfaisants sont éliminés. Cette nouvelle génération est de la même façon examinée et ce processus itératif permet d'obtenir in fine les histoires thermiques les plus compatibles avec les données. La répétition des simulations permet d'identifier les meilleurs chemins temps-température.

La concordance entre modèle et données est établie à l'aide de plusieurs méthodes telle la matrice de covariance ou le test du rapport de probabilité. Ces techniques ne permettent pas de définir une solution unique pour la meilleure histoire thermique et il est donc nécessaire de considérer plusieurs histoires thermiques fortement compatibles avec les données. Ainsi, les points situés

---

avant le maximum de température dans l'histoire simple d'un enfouissement suivi d'une érosion est très mal résolu tandis que les points situés après ce maximum de température sont bien corrélés pour les différentes méthodes de calcul.

### Utilisation de Monte Trax

Les modélisations ont été réalisées pour cette étude à l'aide des modèles de Laslett *et al.* (1987) et Crowley *et al.* (1991). La stratégie habituelle consiste à utiliser au départ le minimum de points, c'est à dire 3 (point de départ, point intermédiaire et point actuel) puis à augmenter le nombre de points. Il est toujours possible d'ajouter des points mais cela doit être associé à une amélioration de la cohérence entre modèle et données. Dans le cas contraire, l'ajout de points supplémentaires permet d'obtenir une précision qui est bien supérieure à celle du modèle de cicatrisation et de la modélisation. L'utilisation de Monte Trax pour calculer les paramètres traces de fission pour une histoire thermique donnée peut être déterminante pour éliminer certaines hypothèses en réalisant des modèles par l'absurde (Fig. VI-17).

Les points sont introduits avec une incertitude relative sur le temps ( $\sigma_t$ ) et la température ( $\sigma_T$ ) ce qui revient à considérer des boîtes à l'intérieur desquelles les points sont choisis lors des simulations. Les points se trouvent au centre de la case de longueur  $2\sigma_t$  et de hauteur  $2\sigma_T$ . Il est préférable d'utiliser des boîtes de grande taille afin de contraindre au départ au minimum la modélisation.

Les informations géologiques doivent être considérées lors de la mise en place de la modélisation. L'âge de formation des échantillons doit être pris en compte. De plus, dans le cas des roches sédimentaires ou détritiques, il faut tenir compte d'une température faible lors de leur formation. Les données acquises par d'autres méthodes (inclusions fluides,  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ , cristallinité des argiles, évolution de la matière organique, ...) permettent de placer des points de passage obligés qui précisent la modélisation.

Les paramètres du programme, outre ceux de l'analyse traces de fission, sont le nombre de traces utilisées, le nombre de simulations pour chaque

modélisation ou génération, ainsi que les paramètres des algorithmes génétiques. Le nombre de traces utilisées est le nombre de traces qui se forment à chaque intervalle de temps au cours de l'histoire. Il doit être suffisamment important afin de représenter convenablement les caractéristiques de l'histoire thermique. Il a été choisi en général égal à 50. Le nombre de simulations conditionne la qualité de la modélisation ; afin d'obtenir une modélisation robuste, entre 250 et 500 simulations ont été réalisées pour chaque modélisation par la méthode de Monte Carlo ou pour chaque génération des algorithmes génétiques. Il est bien sûr possible d'augmenter ces paramètres mais au détriment des temps de calcul ; il faut par conséquent trouver un compromis entre la définition des modélisations et le temps de calcul. Les valeurs des paramètres des algorithmes génétiques sont celles définies par défaut soit 0,80 pour la probabilité de sélection ( $P_s$ ), 0,85 pour la probabilité de croisement ( $P_c$ ) et 0,02 pour la probabilité de mutation ( $P_m$ ). La valeur de la réflectance de la vitrinite calculée selon les modèles de Burnham & Sweeney (1989) est indiquée pour l'histoire thermique prédite.

Chaque histoire thermique calculée est figurée selon sa compatibilité avec les données : elle peut apparaître cohérente avec l'âge et la longueur des traces confinées, avec l'âge, avec la longueur ou avec aucun paramètre (c'est à dire qu'elle n'est pas cohérente avec les données). Les meilleures simulations sont sélectionnées en fonction de leur rang et il est possible de réaliser une histoire moyenne optimisée sur les meilleures simulations.

Les résultats de telles modélisations font apparaître qu'il n'est pas possible d'obtenir une solution unique en raison de l'incertitude des modèles (de recuit et de simulation) et de la relative insensibilité du recuit des traces pour les faibles températures. En effet, il est nécessaire de considérer que les modèles de cicatrization des traces ont été établis pour une composition particulière de cristaux d'apatite qui n'est pas exactement celle des échantillons étudiés ; l'extrapolation des expériences de recuit pour des modèles cinétiques dont le formalisme est contradictoire selon les auteurs produit des incertitudes ; enfin, le choix de la meilleure solution obtenue par la modélisation inverse est difficile à définir. De plus, les modèles de cinétique de recuit ont été réalisés en révélant les traces avec une solution d' $\text{HNO}_3$  à 5M alors que nos données sont obtenues par

---

une révélation à 0,8M. Il est nécessaire également de considérer qu'au-delà de la limite de rétention des traces, les paramètres ne sont plus contraints et qu'il est impossible d'obtenir des informations fiables.

Par conséquent, les meilleures simulations permettent d'obtenir un faisceau d'histoires thermiques compatibles avec les données à l'intérieur duquel se situe la véritable histoire thermique. La multiplicité des solutions concerne principalement les points situés avant le point caractéristique du maximum de température.

## F. MISE EN EVIDENCE ET QUANTIFICATION DES MOUVEMENTS TECTONIQUES ET DE L'EROSION

---

L'application de l'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite au soulèvement des chaînes de montagne est liée à la constatation que les âges déterminés par la méthode des traces de fission augmentaient avec l'altitude (Wagner & Reimer, 1972). Ceci est la conséquence de la remontée de la colonne lithosphérique à travers l'isotherme correspondant au début d'accumulation des traces de fission dans l'apatite. Cet isotherme est encore appelé température de fermeture (closure temperature) définie comme la température à laquelle la moitié des traces deviennent stables ; cette température de fermeture varie avec le taux de refroidissement (Dodson, 1973). Une température de  $100 \pm 20^\circ\text{C}$  est proposée pour des temps de l'ordre de  $10^6$ - $10^7$  Ma (Naeser & Faul, 1969). Ce principe de la température de fermeture a été utilisé pour de nombreuses études sur les taux de soulèvement et d'érosion dans les Alpes européennes (revue dans Fitzgerald & Gleadow, 1988). Les taux apparents étaient calculés grâce à la relation entre l'altitude et l'âge par traces fission pour une période donnée par ces âges ou encore estimés en extrapolant la profondeur où l'âge est nul en utilisant le gradient géothermique (Wagner *et al.*, 1977).

Une meilleure compréhension et un meilleur contrôle de la cicatrisation des traces de fission dans l'apatite ont permis de préciser la méthode de

---

reconstitution des taux de soulèvement et d'érosion et d'obtenir des informations d'une grande précision et d'une grande fiabilité. Le concept d'une température seuil représente une simplification du processus réel où le recuit des traces de fission se produit pour une gamme de températures et ne peut fournir des informations utiles que dans les régions où les taux de soulèvement sont élevés (Gleadow & Fitzgerald, 1987).

Gleadow & Fitzgerald (1987) ont mis en évidence dans certains profils altitudes - âges traces de fission de la chaîne transantarctique une disposition particulière, disposition déjà envisagée par Naeser (1979). Les profils sont caractérisés par un point de rupture (break in slope) (Fig. II-19). Au-dessus de ce point, les âges traces de fission sont plus élevés et la longueur des traces confinées est plus courte. En dessous de ce point, les âges traces de fission sont plus petits et les longueurs plus grandes. Cette opposition entre des âges jeunes à longues traces et des âges vieux à courtes traces caractérisent un paléodomaine de stabilité partielle des traces de fission aujourd'hui soulevé. La base de cette zone, le paléo-isotherme de début d'accumulation des traces, correspond à ce point de rupture. Les points situés au dessous de ce point de rupture se trouvaient dans le domaine d'instabilité des traces et possèdent des traces qui se sont accumulées uniquement pendant et après le soulèvement. Si le soulèvement est rapide, les traces sont peu réduites lors de la traversée de la zone partielle de rétention des traces et possèdent des longueurs moyennes supérieures à 14  $\mu\text{m}$ , caractéristiques du type non perturbé thermiquement (Gleadow *et al.*, 1986a). Les points situés au dessus du point de rupture se trouvaient dans la paléozone partielle de rétention des traces et possèdent par conséquent une population mixte de traces, celles accumulées lors du soulèvement (de grande taille) et celles présentes avant le soulèvement (plus ou moins réduites dans la paléozone de stabilité). Les âges de ces points sont plus élevés car ils possèdent les deux catégories de traces tandis que les points situés sous le point de rupture ne possèdent qu'une catégorie de traces et sont par conséquent plus jeunes.

L'âge traces de fission du point de rupture représente une estimation de l'initiation du soulèvement (Foster & Gleadow, 1992). Il s'agit en fait d'une sous-estimation en raison du recuit qu'a connu ce point lors de la traversée de la zone partielle de rétention de traces (Fitzgerald, 1996). L'ampleur de la sous-estimation

---

dépend de la vitesse du soulèvement ; un taux de soulèvement supérieur à 30m/Ma à travers la zone partielle de rétention des traces permet de limiter le recuit des traces de fission entre le moment où elles commencent à s'accumuler et celui où elles sont stables (Foster & Gleadow, 1992) et donc de limiter cette sous-estimation.

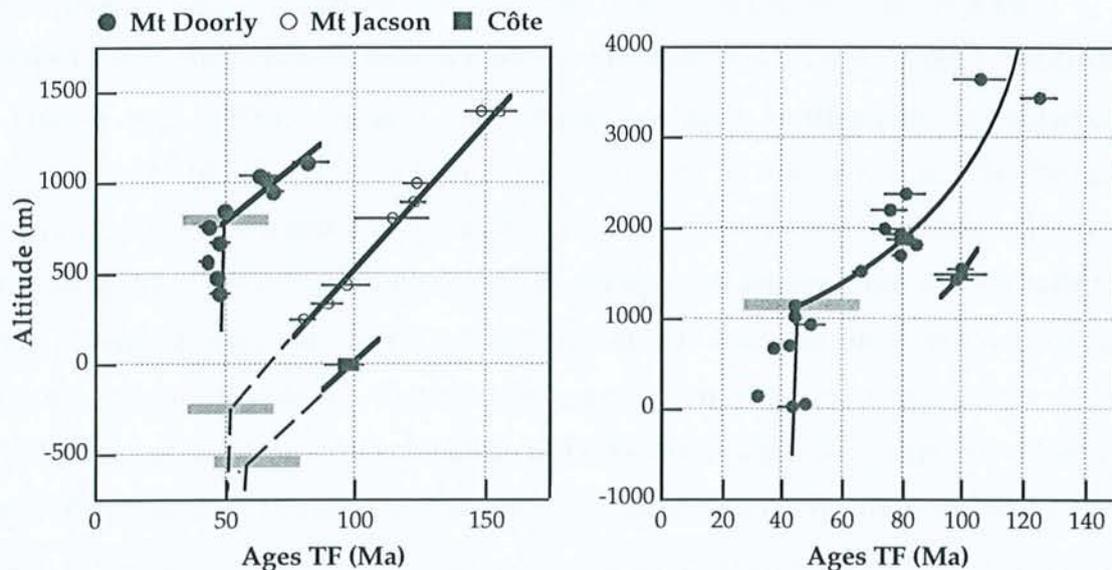


Figure II-19 : représentation des âges traces de fission en fonction de l'altitude pour les provinces de South Victoria (Gleadow et Fitzgerald, 1987 ; leur figure 8) et de North Victoria (Fitzgerald & Gleadow, 1988 ; leur figure 3). La barre grisée représente, pour chaque profil, la base présumée de la zone partielle fossile de rétention des traces.

La reconnaissance d'une telle situation nécessite 1) l'échantillonnage sur des profils en altitude relativement important, 2) la conservation de la paléozone partielle de rétention des traces (non disparue par arrachement tectonique ou par érosion), 3) que les échantillons demeurent après le soulèvement à des températures inférieures à 60°C afin qu'aucun recuit ultérieur ne vienne effacer ce schéma et 4) l'existence avant le soulèvement d'une période tectonique calme permettant aux isothermes d'être parallèles à la surface.

Le soulèvement de la surface est le paramètre qu'il est nécessaire de déterminer pour obtenir des informations sur les mécanismes qui ont donné naissance aux chaînes de montagne (England & Molnar, 1990).

$\Delta E$  : érosion

$G$  : paélo-gradient géothermique

$H_i$  : altitude moyenne initiale

$H_0$  : altitude moyenne actuelle

$\Delta h_{sl}$  : variation du niveau de la mer (niveau actuel - niveau avant le soulèvement)

$I$  : composante isostatique du soulèvement (rebond)

$\rho_c$  : densité de la croûte (2400 kg/m<sup>3</sup> pour les sédiments, 2700kg/m<sup>3</sup> pour la croûte supérieure et 2800-2900kg/m<sup>3</sup> pour la croûte inférieure)

$\rho_m$  : densité du manteau (3300kg/m<sup>3</sup>)

soulèvement de la surface :  $U_s$  (surface uplift)

soulèvement des roches :  $U_r$  (rock uplift)

$T_s$  : température de surface

$T_{110}$  : température de la base du paléodomaine de stabilité des traces (110±10°C)

$U_T$  : composante tectonique du soulèvement

Le soulèvement correspond à un déplacement opposé à la gravité qui est défini lorsque l'objet et le réseau de référence sont spécifiés (England & Molnar, 1990). Le soulèvement de la surface ( $U_s$ ) correspond à un déplacement d'une surface par rapport au géoïde, une surface étant définie à l'échelle régionale (10<sup>3</sup> à 10<sup>4</sup> km<sup>2</sup>). Le géoïde peut être assimilé au niveau moyen de la mer si les variations de ce niveau sont prises en compte. Le soulèvement des roches ( $U_r$ ) correspond au déplacement des roches par rapport au géoïde et équivaut à la somme du soulèvement de la surface et de l'exhumation (England & Molnar, 1990 ; Kamp & Tippett, 1993). Le soulèvement de la surface et celui des roches sont par conséquent reliés par :  $U_r = U_s + \Delta E$  (Fig. II-20).

L'exhumation peut être assimilée dans une première approximation à l'érosion ( $\Delta E$ ) car les phénomènes d'amincissement ou d'épaississement tectoniques sont limités aux chaînes de montagne en formation où l'activité tectonique est intense. Ceci apparaît particulièrement vrai pour le Massif Central.

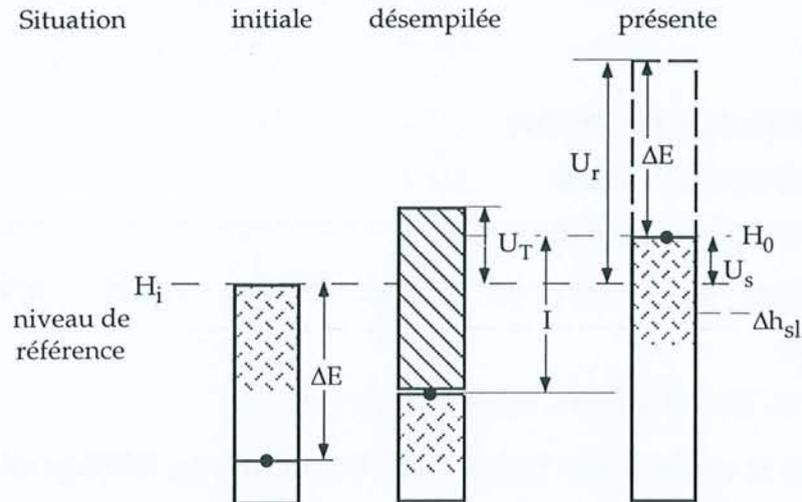


Figure 20 : bloc diagramme présentant les relations entre les différentes composantes du mouvement lors du soulèvement selon le concept de désempilement proposé par Brown (1991). La situation initiale représente la situation avant le soulèvement. Modifié de Brown, 1991.

Mais la préservation des indices, par exemple une séquence marine, permettant de caractériser le soulèvement de la surface est rare car il est nécessaire que l'érosion soit nulle ( $U_r = U_s$ ). Des méthodes indirectes - données paléogéographiques et âges de refroidissement fournis par les traces de fission - permettent cependant de reconstituer le soulèvement de la surface.

Le soulèvement de la surface correspond à la différence entre l'altitude moyenne de la surface actuelle et celui de la surface initiale en considérant la variation du niveau marin (Kamp & Tippett, 1993) :  $U_s = H_0 - H_i - \Delta h_{sl}$

La détermination de l'altitude moyenne initiale doit être réalisée par des paramètres indépendants tels que la préservation de séquences marines ou sur des critères environnementaux, stratigraphiques ou climatiques (Gleadow & Fitzgerald, 1987). Cette détermination est cependant délicate dans les régions où l'érosion kilométrique qui a pu avoir lieu a supprimé les traces d'arguments stratigraphiques ou climatiques.

Le soulèvement des roches possède deux composantes, le soulèvement tectonique et le rebond isostatique associé à l'érosion :  $U_r = U_T + I$ .

Le rebond isostatique peut être calculé en utilisant le principe de compensation isostatique local d'Airy :  $I = \Delta E \frac{\rho_c}{\rho_m}$ . L'isostasie est un phénomène régional alors que l'érosion peut être locale.

Il est ainsi possible de calculer la composante tectonique du soulèvement (Brown, 1991 ; Kamp & Tippett, 1993 et Fitzgerald *et al.* 1995) :

$$U_T = \Delta E - I + H_0 - H_i - \Delta h_{sl}$$

Dans les régions où une phase d'érosion kilométrique s'est produite, la détermination de l'altitude de la paléosurface est délicate. Lewis *et al.* (1992) proposent une formule simplifiée donnant une première approximation de la quantité de soulèvement tectonique :  $U_T = \Delta E \left( \frac{\rho_m - \rho_c}{\rho_m} \right) - \Delta h_{sl}$ .

Brown (1991) propose de déterminer l'amplitude de l'érosion et de reconstituer le soulèvement tectonique en utilisant la profondeur du paléo-isotherme de rétention des traces à  $110 \pm 10^\circ\text{C}$  (Fig. II-21) :

$$\Delta E = [(T_{110} - T_s) / G] + d$$

$d$  est la différence d'altitude entre la surface actuelle et la base de la zone partielle fossile de rétention des traces (Brown, 1991) ou encore la différence entre l'altitude actuelle de l'échantillon et l'altitude de la surface moyenne (Kamp & Tippett, 1993).

Le gradient géothermique peut être estimé à partir des valeurs actuelles ou déduit par reconstitution stratigraphique (Gleadow & Fitzgerald, 1987).

Foster & Gleadow (1992) établissent la quantité d'érosion en utilisant le sommet et la base d'un profil en altitude où le sommet correspond à un paléo-isotherme de rétention des traces et la base au sommet du paléo-domaine de stabilité des traces qui a suivi l'activité tectonique générant le soulèvement. Ainsi ils établissent l'érosion associée à l'événement tectonique qui l'a généré et s'affranchissent des paramètres de l'altitude initiale et de la paléosurface.

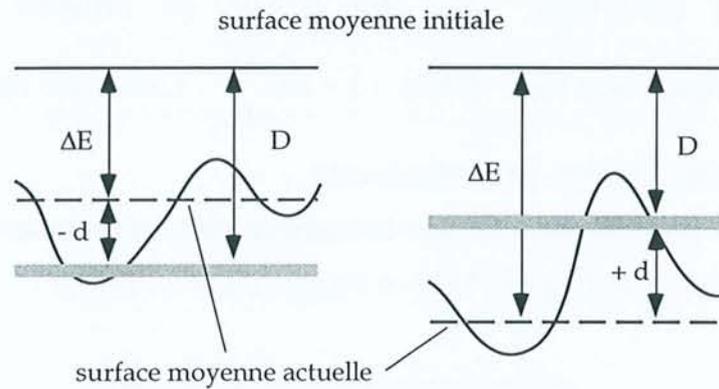


Figure II-21 : représentation schématique du concept proposé par Brown (1991) pour reconstituer l'érosion. La zone grisée représente la base de la zone partielle fossile de cicatrisation des traces.

Kamp & Tippett (1993) posent le problème de savoir si l'érosion est synchrone avec le soulèvement des roches et si par ailleurs le soulèvement de la surface est synchrone avec le début de l'érosion. Ils proposent dans le cas de l'île du Sud de la Nouvelle Zélande que l'érosion a commencé en même temps que le soulèvement des roches en raison de la lithologie des dépôts précédents le soulèvement qui apparaissent facilement érodables.

La reconnaissance d'un paléo-domaine de stabilité partielle des traces n'est bien évidemment pas systématique. Malgré l'absence du point de rupture représentant un repère thermique, il est malgré tout possible de calculer les taux d'érosion. A partir des modèles de recuit, il est possible de modéliser l'histoire thermique associée aux résultats de l'analyse par traces de fission. Clift *et al.* (1996), par exemple, utilisent le modèle Monte Trax pour estimer l'érosion. L'analyse par traces de fission montre que les échantillons ont été enfouis à des profondeurs correspondant au domaine de rétention partielle des traces puis soulevés pour connaître des températures supérieures à 50°C. La modélisation des résultats permet de déterminer la température maximale connue par ces échantillons et ainsi de calculer l'érosion nécessaire pour le passage de cette température à la température actuelle.

Les taux d'érosion et de soulèvement obtenus par les différentes méthodes présentées reposent sur l'utilisation d'une profondeur correspondant à la

température à laquelle les traces commencent à s'accumuler dans les cristaux d'apatite. Cela nécessite que l'isotherme critique soit à une profondeur constante, non perturbée par la topographie ou alors que les échantillons soient collectés selon une verticale parfaite. Stüwe *et al.* (1994) ont analysé les perturbations de l'horizontalité des isothermes en conséquence à un soulèvement. Il apparaît que pour des taux d'érosion inférieurs à 400-500m/Ma, la perturbation des isothermes est minime. Le soulèvement apparent, estimé à partir des profils reliant l'altitude aux âges traces de fission, peut être considéré comme le soulèvement réel.

---



---

*SPECTROMETRIE DE  
CATHODOLUMINESCENCE  
DES CRISTAUX D'APATITE :  
PRINCIPE ET MISE AU POINT DES  
CONDITIONS EXPERIMENTALES*

---



## A. PRINCIPE DE LA CATHODOLUMINESCENCE

---

La cathodoluminescence (CL) est une méthode largement utilisée pour des études minéralogiques et pétrographiques, qui a des applications industrielles importantes dans le domaine des phosphores (écrans de télévision ou d'ordinateur) mais dont le processus physique demeure mal maîtrisé. Townsend & Rowlands (1999) estiment à 40% la compréhension de ce processus.

La luminescence correspond à l'émission d'une radiation non thermique par la surface d'un matériel sous une radiation énergétique et peut être décrite par trois stades : l'absorption d'énergie avec le passage à un état excité, la transformation et le transfert de l'énergie d'excitation et enfin l'émission de lumière avec le retour à un état d'énergie plus faible. Les deux premiers stades dépendent du moyen d'excitation tandis que le troisième est conditionné dans les minéraux par la nature - type et structure - des centres luminescents présents. Fluorescence et phosphorescence caractérisent la luminescence en fonction de la durée du processus d'absorption-émission. Cette définition est arbitraire : la fluorescence cesse dès que la radiation énergétique s'arrête alors que la phosphorescence se prolonge pendant un certain temps. Les différents types de mécanisme de luminescence se distinguent par le moyen d'excitation et la cinétique du processus d'émission.

La cathodoluminescence correspond à l'excitation du système par des électrons de haute énergie. Le processus d'émission correspond à la transition d'un électron d'un état excité à un état d'énergie plus faible dans le centre luminescent. La radiation émise est observée le plus fréquemment dans le spectre visible mais peut l'être également dans l'ultraviolet (UV) et dans l'infrarouge (IR). Lors de la désexcitation, le transfert d'énergie peut se réaliser sous forme de radiation ou non, avec émission de lumière ou création de chaleur principalement. Les spectres d'émission consistent en une série de bandes correspondant à des transitions entre les niveaux électroniques. L'émission peut être liée à l'ensemble du matériel, à des impuretés isolées, à des défauts ... La nature des ions, leur place, les interactions énergétiques et les modes de transfert d'énergie permettent de caractériser les centres luminescents. Les électrons superficiels ou de valence sont responsables de

---

la cathodoluminescence ; les électrons des couches plus profondes peuvent être aussi excités mais l'énergie nécessaire correspond à une radiation dans le domaine des rayons X. La cathodoluminescence ne constitue qu'un des phénomènes engendrés par le faisceau électronique. Il produit des électrons secondaires, rétrodiffusés, des rayons X ... alors que la majeure partie de l'énergie entraîne l'échauffement de l'échantillon. Chaque mécanisme se produit pour une énergie donnée c'est à dire jusqu'à une profondeur donnée : la cathodoluminescence, nécessitant le moins d'énergie, apparaîtra jusque dans les couches les plus profondes atteintes par le faisceau électronique. Cette profondeur est de l'ordre de 2-8  $\mu\text{m}$  pour les minéraux non métalliques (Marshall, 1988).

Il est possible de distinguer deux mécanismes de luminescence, la luminescence intrinsèque et la luminescence extrinsèque. La luminescence intrinsèque ou fondamentale correspond à la recombinaison directe des électrons et trous pour une énergie égale à la largeur de la bande interdite et représente une propriété du minéral (Rémond et al., 1992). Elle correspond à l'association d'un électron appartenant à la bande de conduction à un trou de la bande de valence, ce qui produit un photon d'énergie égale à la valeur de la bande interdite (Fig. III-1).

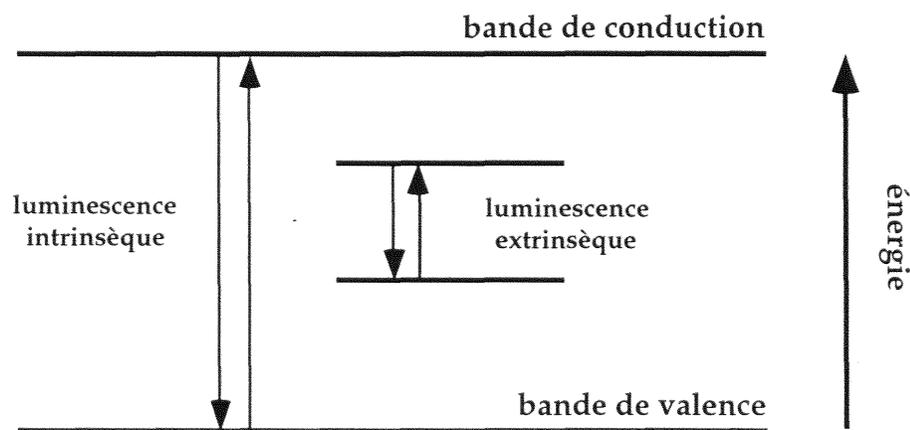


Figure III-1 : diagramme schématique des transitions pouvant être à l'origine des signaux de cathodoluminescence. Les interactions interbandes ou intrabandes définissent respectivement la luminescence intrinsèque et la luminescence extrinsèque. La différence d'énergie entre la bande de valence et la bande de conduction est égale à la valeur de la bande interdite.

Le couple électron-trou est appelé exciton. Un exciton est formé chaque fois qu'un photon d'énergie supérieure à la largeur de la bande interdite est absorbé par le cristal. Le processus d'excitation se situe près d'un centre isolé et se produit sans l'ionisation d'aucune espèce dans le cristal. L'excitation et l'émission se déroulent lors de transferts d'énergie liés à des transitions électroniques près de centres. Cette luminescence existe dans le cas des semi-conducteurs et est transposée pour les minéraux de façon arbitraire. La luminescence d'origine intrinsèque est utilisée par conséquent pour les minéraux pour désigner l'émission associée aux défauts du réseau (Rémond et al., 1992). Les modifications des paramètres du réseau cristallin, la création de lacunes induites par la présence d'impuretés et de défauts du réseau sont à l'origine de la luminescence intrinsèque. La luminescence extrinsèque est produite par les impuretés. L'excitation est plus petite ou plus grande que la valeur de la bande interdite. L'émission est produite par la recombinaison d'électrons et de trous au niveau de centres ionisés.

Les éléments luminescents ou activateurs peuvent être des métaux de transition tels que  $Mn^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  ou  $Cr^{3+}$ , des terres rares, des actinides ou des métaux du type du mercure ( $Hg^+$ ,  $Tl^+$ ,  $Pb^+$ ). Des concentrations de quelques fractions de ppm sont suffisantes pour produire la luminescence (Habermann *et al.*, 1996).

Certains activateurs voient leur luminescence augmenter ou apparaître lorsqu'ils sont en présence d'autres éléments, dit co-activateurs. Un co-activateur est une impureté qui absorbe de l'énergie et la transfère à un autre activateur. Pratiquement toutes les terres rares sont coactivées par la présence d'autres éléments en particulier les ions  $Tl^+$ ,  $Sn^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$ , les autres terres rares ou les complexes  $UO_2^{2+}$ ,  $WO_4$  ou  $MoO_4$  (Tarashchan & Waychunas, 1995). Le phénomène de co-activation est réglé par deux mécanismes : le transfert par résonance entre les ions ou le phénomène de réabsorption-émission (Machel *et al.*, 1991).

Certains activateurs voient leur luminescence diminuer ou disparaître lorsque sont présents des éléments inhibiteurs. Les inhibiteurs sont des impuretés qui piègent une partie ou la totalité de la radiation émise et la dissipent par le biais de phonons ou de rayonnement IR. Les principaux inhibiteurs sont  $Fe^{3+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Co^{2+}$  et  $Ni^{2+}$  (Machel *et al.*, 1991).

---

Les phénomènes de co-activation et d'inhibition sont sensibles à la concentration des différents ions présents et dépendent de la teneur de l'élément co-activé ou inhibé et de celle du co-activateur ou de l'inhibiteur.

## ***B. ETUDE DE CRISTAUX D'APATITE NATURELS***

---

### **1) Structure des cristaux d'apatite et substitution dans les différents sites cristallographiques**

L'apatite est un minéral ubiquiste et une phase porteuse de terres rares importante dans les roches ignées, métamorphiques et sédimentaires. Elle a été par conséquent étudiée pour caractériser les différents environnements et les mécanismes crustaux ou mantelliques (Henderson, 1984 ; Lipin & Mc Kay, 1989).

De plus, les apatites ont des applications technologiques importantes tels que les lasers ou les matériaux luminescents lorsqu'elles sont dopées en terres rares. Des recherches sont en cours sur les matrices apatitiques pour le stockage des actinides à longue durée de vie des déchets nucléaires (Carpéna & Lacout, 1997).

#### Structure des cristaux d'apatite

Les cristaux d'apatite ont pour composition  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{A}$  (A=F, OH, Cl). Les pôles purs sont rares dans la nature tandis que les compositions binaires ou ternaires sont fréquentes dans de nombreux environnements géologiques.

La structure de l'apatite a été définie par Naray-Szabo (1930) et Mehmel (1930) et précisée pour la chlorapatite par Mackie *et al.*, (1972), pour l'hydroxyapatite par Elliott *et al.*, (1973) et pour la fluorapatite par Sudarsanan *et al.*, (1972). L'apatite est caractérisée par un système cristallin hexagonal et un groupe d'espace  $\text{P6}_3/\text{m}$ . La structure peut être considérée comme constituée de polyèdres de coordination de Ca(1) et Ca(2) disposés de façon hexagonale autour d'une colonne centrale composée par les anions (Hughes *et al.*, 1989) (Fig. III-2).

---

Le polyèdre Ca(1) a une coordination de IX avec 6 liaisons courtes [Ca-O(2 et 3)] qui définissent un prisme trigonal et trois liaisons plus longues [Ca-O(1)]. Les polyèdres partagent les faces pinacoïdes pour former des chaînes parallèles à l'axe  $c$ .

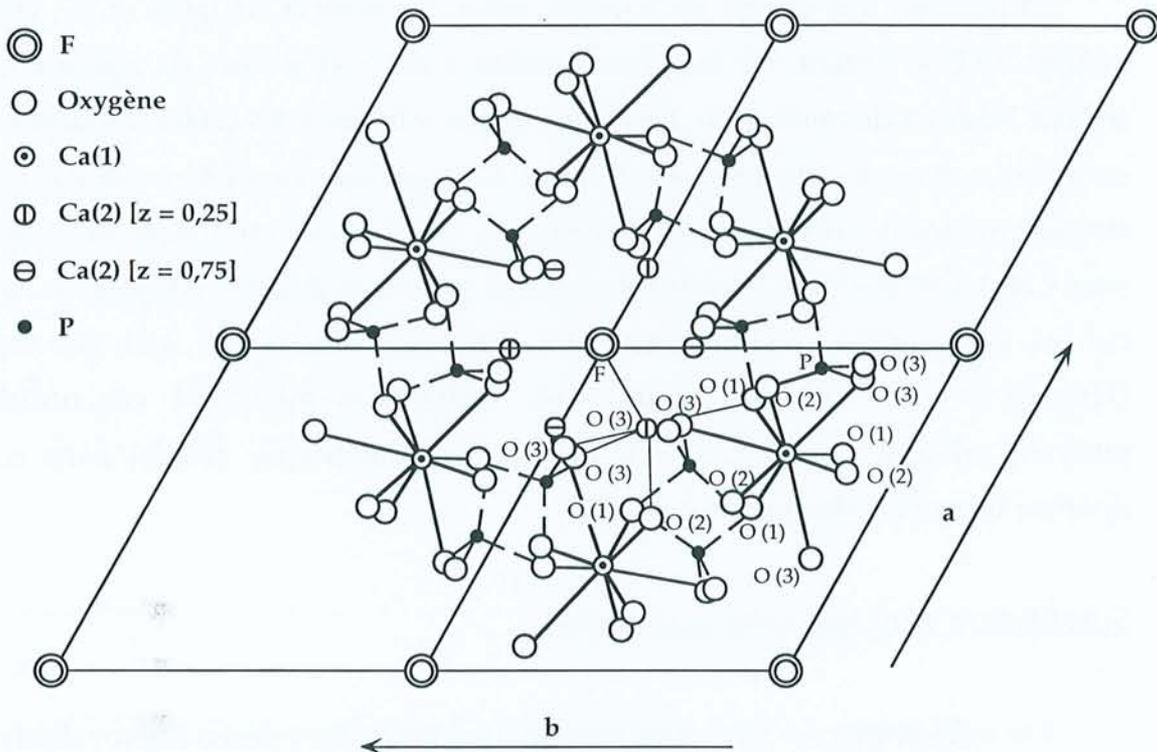


Figure III-2 : représentation schématique de la structure d'un cristal d'apatite projetée sur le plan (0 0 1). Les lignes pleines, fines et en tiret représentent les liaisons avec les différents polyèdres. Les colonnes Ca(1)-O sont reliées entre elles par des ions P qui forment des tétraèdres PO<sub>4</sub> avec 3 O d'une colonne et 1 O de la colonne suivante. D'après Hugues et al., 1989.

Le polyèdre Ca(2) est relié à 5 oxygènes et à 1 anion. Une septième liaison plus faible avec O(1) existe, créant une coordination VII. Dans le cas de la chlorapatite, une autre liaison, également faible, existe avec Cl (Hughes et al., 1990). Les atomes de Ca(2) se localisent au niveau de plan miroir à  $z=1/4$  et  $z=3/4$  et forment des triangles centrés autour de la colonne anionique (Hughes et al., 1990).

Les polyèdres Ca(1) et Ca(2) sont liés par des oxygènes qu'ils partagent avec les tétraèdres PO<sub>4</sub>.

La variation de nature des éléments de la colonne anionique a peu d'effet sur les polyèdres  $\text{Ca}(1)\text{O}_9$ , et les tétraèdres  $\text{PO}_4$  mais des répercussions importantes sur le polyèdre  $\text{Ca}(2)\text{O}_5\text{AO}$  ; les longueurs des liaisons  $\text{Ca}(2)\text{-X}$  sont significativement différentes (Hughes *et al.*, 1989).

La position des anions est variable selon les espèces (Hughes *et al.*, 1989) : les atomes de F se situent sur les plans miroirs à  $z=1/4$  et  $z=3/4$  ; les atomes de Cl se situent 1,2 Å en dessous et au dessus des plans miroirs et les OH se localisent 0,35 Å en dessous et au dessus des plans miroirs. Les positions désordonnées des Cl et OH entraînent des perturbations de la structure qui sont accommodées au niveau des sites Ca(2). Ces positions sont incompatibles pour des apatites binaires ou ternaires car les configurations structurales des différents anions ne sont pas miscibles (Hughes *et al.*, 1989). Des ajustements structuraux modifient ces positions et peuvent entraîner l'apparition de symétrie monoclinique ( $P2_1/b$ ) dans certaines apatites ternaires (Hughes *et al.*, 1990).

#### Substitution dans les cristaux d'apatite

Les substitutions à  $\text{Ca}^{2+}$  sont nombreuses pour des cations monovalents (Na et K), divalents (Mn, Ni, Cu, Co, Zn, Sr, Ba, Pb et Cd), trivalents (terres rares et Y) ou tétravalents (U, Th) (Rakovan & Reeder, 1994). La substitution de P existe principalement pour Si,  $\text{CO}_3$ , As et V (Mc Connell, 1973). La substitution par les ions  $\text{CO}_3$  peut être importante et jouer un rôle déterminant dans les modifications de la structure des cristaux d'apatite (Ben Ghouma, 1995). Les substitutions les plus fréquentes en ions bivalents sont celles de  $\text{Mn}^{2+}$  et de  $\text{Sr}^{2+}$  (Hughes *et al.*, 1991a).

L'incorporation des impuretés dans les deux sites de calcium est controversée (revue dans Hughes *et al.*, 1991a).  $\text{Mn}^{2+}$  s'incorpore préférentiellement dans le site Ca(1) bien qu'il soit présent en faible quantité dans le site Ca(2) (Hughes *et al.*, 1991a). La différence de rayon ionique entre  $\text{Mn}^{2+}$  et  $\text{Ca}^{2+}$  (0,90 et 1,06 en coordination VII [les rayons pour la coordination IX ne sont pas disponibles] ; Shannon, 1976) entraîne que  $\text{Mn}^{2+}$  est sous-lié dans les deux sites, bien qu'il le soit moins dans le site Ca(1). Les calculs des valences de liaison montrent que l'apatite agit comme une passoire géologique qui piège  $\text{Mn}^{2+}$  et ignore  $\text{Fe}^{2+}$  bien que ces deux éléments soient souvent présents ensemble dans les systèmes géochimiques

(Hughes *et al.*, 1991a).  $\text{Sr}^{2+}$  est incorporé quasiment exclusivement dans le site Ca(2) (Hughes *et al.*, 1991a). La substitution de  $\text{Sr}^{2+}$  dans le site Ca(2) est en accord avec les résultats de diffusion obtenus par Watson *et al.*, (1985) : la diffusion est plus importante perpendiculairement que parallèlement à l'axe *c*. En effet, la diffusion de  $\text{Sr}^{2+}$  se réalise par les polyèdres de Ca(2) adjacents ou par la migration de lacunes (Hughes *et al.*, 1991a).

Le remplacement de  $\text{Ca}^{2+}$  par des espèces trivalentes telles que les terres rares ( $\text{TR}^{3+}$ ) doit être associé à une autre substitution pour maintenir l'équilibre des charges. L'incorporation simultanée de Si et de Na à la place respectivement de P et de Ca a été mise en évidence par Rønso (1989) :  $\text{TR}^{3+} + \text{Si}^{4+} = \text{Ca}^{2+} + \text{P}^{5+}$  et  $\text{TR}^{3+} + \text{Na}^+ = 2\text{Ca}^{2+}$ . L'importance de ces deux mécanismes est démontrée par des études réalisées sur des apatites naturelles : ainsi, il apparaît que le nombre d'ions de  $\text{Na}^+$  et de  $\text{Si}^{4+}$  est équivalent au nombre d'ions  $\text{TR}^{3+}$  (Rønso, 1989 ; Hughes *et al.*, 1991b , Fleet & Pan, 1995a). Selon les échantillons, l'un des deux mécanismes peut être plus ou moins important.

Deux autres mécanismes sont proposés pour compenser l'introduction de terres rares trivalentes (Fleet & Pan, 1995a) :  $\text{TR}^{3+} + \text{O}^{2-} = \text{Ca}^{2+} + \text{A}^-$  et  $2\text{TR}^{3+} + \text{lacune} = 3\text{Ca}^{2+}$  (A représente un anion). Ces deux derniers mécanismes apparaissent beaucoup moins fréquents pour maintenir la balance des charges. Hughes *et al.* (1991b) montrent pour des cristaux d'apatite naturels qu'il n'y a pas création de lacune car la relation entre  $\text{Na}+\text{Si}$ , en substitution respectivement de Ca et P, et la somme des terres rares est linéaire tandis que Burt (1989) envisage la présence mineure de lacunes dans les apatites.

De nombreuses approches ont été réalisées pour étudier la partition des terres rares entre les deux sites de calcium. Successivement, les mécanismes de substitution (Mackie & Young, 1973), les différences d'électronégativité (Urasov & Khudolozhkin, 1975), et plus récemment les différences de valences de liaison (Hughes *et al.*, 1990 ; Fleet & Pan, 1995a) ont été proposées pour expliquer le partage des différentes terres entre les deux sites.

Les cristaux d'apatite favorisent de part leur polyèdre de coordination intermédiaire l'introduction des terres rares intermédiaires (Henderson, 1984).

---

Fleet & Pan (1995b) ont réalisés des expériences de partage des terres rares entre un fluide fluoré et les cristaux d'apatite (Fig. III-3). Il apparaît qu'il existe un fractionnement des terres rares entre l'apatite et le fluide original. Les terres rares légères sont plus facilement introduites dans les cristaux d'apatite que les terres rares lourdes, bien que La et Ce soient également appauvris (les terres rares légères n'apparaissent pas par conséquent comme un groupe homogène) (Fleet & Pan, 1995b).

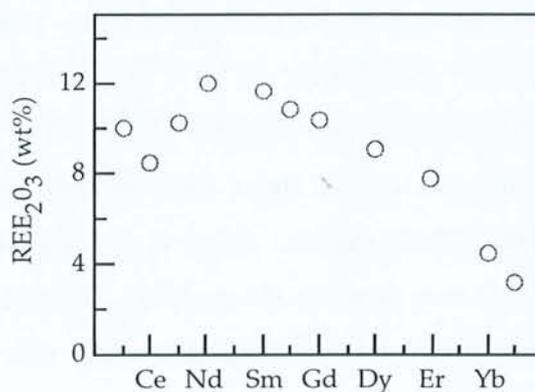


Figure III-3 : incorporation des terres rares dans les cristaux d'apatite à partir d'un fluide fluoré (Fleet & Pan, 1995b). Les cristaux ont été synthétisés à 700°C et à 0,11 GPa par réaction hydrothermale dans des capsules en or scellées.

Le fractionnement observé dans cette étude et celui mis en évidence pour les cristaux d'apatite naturels sont légèrement différents au détriment des terres rares légères.

De plus, il apparaît que le partage des terres rares entre les deux sites de calcium dépend de la terre rare considérée. Le rapport entre les deux sites (Ca(2)/Ca(1)) évolue selon les terres rares : il croît entre La et Sm (3,11 → 3,63) puis décroît entre Sm et Lu (3,63 → 0,38). Ainsi, les terres rares légères sont substituées sur le site Ca(2) tandis que les terres rares lourdes le sont sur le site Ca(1). Les travaux de Hughes et al. (1991b), réalisés sur des apatites naturelles, précisent ces résultats : du La au Nd, les TR se situent préférentiellement dans le site Ca(2), du Pm au Sm préférentiellement dans le site Ca(1) et du Gd au Lu dans les deux sites.

Il apparaît sur ces apatites synthétiques et naturelles que deux paramètres contrôlent le partage des terres rares entre les deux sites : le rayon ionique et les effets de liaison.

En coordination VII [site Ca(2)], le rayon de  $\text{Ca}^{2+}$  est 1,18 Å tandis que celui des terres rares varie de 1,22 pour La à 1,03 Å pour Lu en raison de la contraction lanthanique et en coordination IX [site Ca(1)], de 1,10 à 0,92 alors que le rayon de  $\text{Ca}^{2+}$  est 1,07 Å (Shannon, 1976). Par conséquent, le rayon le plus compatible est celui de Nd qui représente dans de nombreux cas le maximum de la distribution concave des terres rares dans l'apatite (Fleischer & Altschuler, 1986).

Le choix du site d'incorporation dépend également de la valence de liaison calculée. Le calcul des valences de liaison repose sur la corrélation entre la distance de liaison et la contrainte de liaison et comprend par conséquent la variation de taille des positions structurales (Fleet & Pan, 1995a). Les terres rares de La à Nd se situent préférentiellement dans le site Ca(2) car elles sont trop sur-liées dans l'autre site ; les terres rares de Pm à Sm se situent préférentiellement dans le site Ca(1) car elles y sont plus liées que dans l'autre site ; les terres rares de Gd à Lu se trouvent dans les deux sites où elles sont sous-liées quelque soit le site ce qui explique également leur fractionnement avec le milieu (Hughes *et al.*, 1991b).

La comparaison des résultats obtenus sur les apatites synthétiques d'une part et naturelles d'autre part présente cependant des différences qu'il est possible d'expliquer par l'existence d'autres mécanismes responsables du partage des terres rares entre les deux sites.

La substitution de  $\text{Ca}^{2+}$  entraîne des modifications importantes dans la structure des cristaux d'apatite. L'incorporation de  $\text{Mn}^{2+}$  qui se substitue dans le site Ca(1) se traduit par une diminution de la longueur moyenne de la liaison Ca(1)-O tandis que la présence de  $\text{Sr}^{2+}$  se répercute exclusivement sur le polyèdre Ca(2) (Hughes *et al.*, 1991a). La substitution des terres rares à Ca, même en faible quantité, a un effet significatif sur la structure des cristaux d'apatite (Hughes *et al.*, 1991b ; Fleet et Pan, 1995a) : l'introduction de terres rares légères trivalentes entraîne l'augmentation des liaisons Ca(1)-O car elles possèdent un rayon supérieur à celui du  $\text{Ca}^{2+}$ . Il n'y a pas d'évolution notable au niveau du Ca(2). Les liaisons P-O

---

augmentent en raison de la substitution Si=P qui se déroule en même temps que l'échange TR=Ca.

## 2) Les activateurs de la cathodoluminescence dans les cristaux d'apatite

La cathodoluminescence des cristaux d'apatite trouve son origine dans trois mécanismes : les activateurs et les centres colorés (luminescence extrinsèque) et la luminescence intrinsèque.

Les principaux activateurs ont été mis en évidence à partir de travaux réalisés sur des cristaux d'apatite naturels et synthétiques (Portnov & Gorobets, 1969 ; Mariano & Ring, 1975 ; Roeder *et al.*, 1987 ; Mariano, 1988 et Blanc *et al.*, 1995 ; Tableau III-1).

Le manganèse ( $Mn^{2+}$ ) est le principal activateur ; il est à l'origine de la couleur jaune des cristaux d'apatite. Il est représenté par une large bande centrée entre 2,15 et 2,21 eV selon les auteurs (Tableau III-1).  $Mn^{2+}$ , comme les autres ions des métaux de transition, a une configuration électronique 3d et peut interagir fortement avec le champ cristallin, créant des modifications dans les niveaux d'énergie par rapport à l'ion libre. Les niveaux énergétiques sont fortement influencés par les espèces atomiques présentes autour de l'ion  $Mn^{2+}$  et par leur configuration. Le spectre du  $Mn^{2+}$  correspond par conséquent à une large bande dont la position dépend de la matrice minérale. Les variations dans la position du  $Mn^{2+}$  dans les cristaux d'apatite pour les auteurs (Tableau III-1) peuvent être liées à l'action du champ cristallin mais aussi au fait que le maximum de la bande située entre 2,07 et 2,48 eV ne correspond pas forcément au maximum de la bande du  $Mn^{2+}$ . Il est à noter que ces positions sont obtenues sans la correction des spectres ce qui peut expliquer une partie des variations. Il est nécessaire de tenir compte de l'influence des bandes du  $Dy^{3+}$  et du  $Sm^{3+}$  par exemple en décomposant les spectres de CL.

Les terres rares, principalement les ions trivalents ( $TR^{3+}$ ), présents en grande quantité dans les cristaux d'apatite constituent le deuxième groupe d'activateurs. Les ions  $TR^{3+}$  (à l'exception de  $La^{3+}$ ) ont une configuration électronique de type  $4f^k[5s^25p^6]$ , à l'origine de deux propriétés fondamentales des bandes de CL des terres rares : elles sont, pour la plupart des activateurs, étroites et de faible intensité et

possèdent les mêmes longueurs d'onde quel que soit le minéral dans lequel elles sont substituées.

Tableau III-1 : positions en électronvolts des principales bandes des activateurs reconnues pour les cristaux d'apatite.

	Blanc <i>et al.</i> , 1995	Mariano, 1988	Roeder <i>et al.</i> , 1987	Autres
Y <sup>3+</sup>	3,614 - 3,453 - 2,431			
(La <sup>3+</sup> )	4,725 - 3,712 - 2,440			
Ce <sup>3+</sup>	3,542 - 3,262 - 2,707			3,397 (1)
Pr <sup>3+</sup>	4,499 - 4,459 - 2,540			
Nd <sup>3+</sup>	1,540 - 1,417			
Sm <sup>3+</sup>	2,194 - 2,066 - 1,916 - 1,746	2,214 - 2,066 1,922 - 1,746	2,084	2,214 - 2,066 - 1,913 (1)
Eu <sup>2+</sup>	2,749	2,952 - 2,695	2,755	3,02-2,95 (2) 2,75 (1)
Eu <sup>3+</sup>	2,090 - 2,003 - 1,781	2,101 - 2,016 - 1,784	2,119 - 2,022 - 1,796	2,10 - 2,01 - 1,77 (2)
Gd <sup>3+</sup>	3,961			
Tb <sup>3+</sup>	3,254 - 2,980 - 2,830 - 2,270	2,274	2,296	
Dy <sup>3+</sup>	2,572 - 2,156	2,583 - 2,156	2,583 - 2,183	2,583 - 2,138 (1)
Ho <sup>3+</sup>	3,502 - 2,274 - 1,901			
Er <sup>3+</sup>	3,084 - 2,632			
Tm <sup>3+</sup>	3,415 - 2,730			
(Yb <sup>3+</sup> )	4,541 - 4,428			
(Lu <sup>3+</sup> )	3,886 - 3,635 - 2,435			
U <sup>6+</sup>	4,132 - 3,690			
Mn <sup>2+</sup>	2,194	2,190	2,214	2,152 (1) - 2,194 (3)

Les positions ont été déterminées par tous les auteurs à l'exception de Blanc *et al.* (1995) par comparaison entre des spectres de cristaux d'apatite naturels et de synthèse. Les travaux de Blanc *et al.* sur des cristaux synthétiques ont permis d'acquérir des données sur toutes les terres rares et sur le domaine du proche UV qui n'avait pas été étudié jusqu'à présent. Toutes les données correspondent cependant à des spectres non corrigés. La différence entre cristaux naturels et de synthèse repose en particulier sur la concentration en activateur qui est beaucoup plus forte dans les cristaux de synthèse. (1) : Portnov & Gorobets, 1969 ; (2) Mariano & Ring, 1975 ; (3) Filippelli & Delaney, 1993.

Les électrons responsables de la luminescence sont les électrons de la sous-couche 4f qui se remplit du Ce<sup>3+</sup> au Lu<sup>3+</sup> et les transitions sont de deux types : f=>f et f=>d. Les transitions f=>f sont caractérisées par des bandes étroites et de faible intensité (Marfunin, 1979). En effet, les électrons de valence 6s<sup>2</sup>4f<sup>k</sup> des TR<sup>3+</sup> sont protégés par les électrons des niveaux entièrement remplis 5s<sup>2</sup> et 5p<sup>6</sup> dont les fonctions d'onde ont une dimension plus large que celles des électrons de valence.

Les interactions entre électron-noyau et électron-électron sont faibles et la configuration électronique est par conséquent proche de celle de l'ion libre. Les effets du champ cristallin sont de l'ordre de  $30000\text{ cm}^{-1}$  pour les éléments de transition à configuration électronique d et de  $100\text{ cm}^{-1}$  pour les éléments à orbitales 4f (Thompson, 1979). Les positions des bandes de terres rares dans les différents minéraux sont ainsi proches (Rémond *et al.*, 1992). Les transitions  $f \rightarrow d$  produisent des bandes larges et intenses car l'interaction est plus forte (Marfunin, 1979).

Les  $\text{TR}^{3+}$  et les terres rares divalentes ( $\text{TR}^{2+}$ ) présentent ces deux types de transition mais pour les  $\text{TR}^{3+}$  (à l'exception du  $\text{Ce}^{3+}$  ; Barbin & Schvoerer, 1997), les transitions  $f \rightarrow d$  ont lieu dans l'UV et ne se superposent pas aux transitions  $f \rightarrow f$  tandis que pour les  $\text{TR}^{2+}$ , les deux transitions se produisent dans la même région et se superposent. Les  $\text{TR}^{3+}$  (la majorité des activateurs) ont des bandes fines et de faible intensité tandis que les  $\text{TR}^{2+}$  ( $\text{Eu}^{2+}$ ) ont des bandes intenses et larges.

Les  $\text{TR}^{3+}$  sont caractérisées par l'existence de nombreuses bandes car les niveaux énergétiques sont éclatés et les transitions sont possibles pour la plupart des niveaux. Les transitions peuvent de plus se produire pour plusieurs niveaux excités. L'intensité de toutes les bandes n'est pas identique : il y a répartition de la radiation sur une ou deux bandes principalement. La structure fine des bandes est dépendante des caractéristiques du cristal, de la concentration de l'activateur, de la présence de coactivateur, de la compensation ou non des charges et de l'existence de centre F.

Les centres colorés ou centres électrons-trous sont au nombre de trois dans l'apatite (Marfunin, 1979). La substitution des groupements  $\text{PO}_4^{3-}$  par les groupements  $\text{SiO}_4^{4-}$ ,  $\text{CO}_3^{3-}$  ou  $\text{CO}_3^-$ , les centres F lié à une lacune de F ou de Cl compensée par un électron et les centres O où un électron d'un oxygène ne participe plus à la liaison et vient compenser un déficit de charge négative lié à la lacune de F ou de Cl. La substitution des sites calcium par le manganèse ou les terres rares n'engendre pas à priori de centres colorés.

La luminescence intrinsèque est le troisième responsable de luminescence des cristaux d'apatite bien que le terme intrinsèque soit impropre et corresponde plus exactement à l'émission liée à des défauts existant dans le cristal ou générés par le

---

bombardement électronique (Bresse *et al.*, 1995). Ainsi, l'émission bleue des cristaux d'apatite a une origine controversée. L'Eu<sup>2+</sup> ou le Ce<sup>3+</sup> ont été ou sont proposés comme responsables de cette couleur bleue. Cette question est ouverte car les études portant sur la partie U.V. des spectres de CL des cristaux d'apatite sont rares. Mariano (1988) considère que la couleur intense bleue observée fréquemment dans les cristaux d'apatite des carbonatites est principalement liée à la présence de défauts structuraux produits par les terres rares substituées au Ca<sup>2+</sup>. A l'inverse, Blanc *et al.* (1995) considèrent le Ce<sup>3+</sup> comme responsable de larges bandes situées entre 3,10 et 4,13 eV dans des cristaux d'apatite naturels.

Cette étude permettra d'apporter des données supplémentaires et de trancher sur l'origine de la luminescence dans le bleu et l'ultraviolet.

Dans notre étude, l'attribution des bandes a été réalisée à l'aide des travaux de Blanc *et al.* (1995). En effet, les spectres ont été obtenus pour une installation comparable à celle utilisée pour notre étude ; de plus, leur étude est la plus complète et réalisée uniquement à partir d'échantillons synthétiques ; enfin, leurs résultats sont en accord avec les données existant dans la littérature.

### 3) Hypothèses sur l'attribution de certaines bandes

Malgré les études précédentes, l'origine de la luminescence de certaines bandes reste discutable. C'est le cas notamment pour les larges bandes mises en évidence en partie par décomposition des spectres entre 2,5 et 3,8 eV. Trois bandes, situées respectivement en moyenne à 3,6, 3,3 et 2,9 eV (344, 376 et 428 nm), constituent une large bande présente dans la grande majorité des cristaux étudiés.

Les bandes à 3,6 et 3,3 eV forment ce que j'ai appelé par la suite la bande UV. L'origine de cette luminescence peut être attribuée à l'activation par le Ce<sup>3+</sup> ou à la luminescence intrinsèque. Le Ce<sup>3+</sup> possède trois bandes à 3,54, 3,26 et 2,71 eV (350, 380 et 458 nm) (Blanc *et al.*, 1995) qui présentent des largeurs à mi-hauteur importantes de part la structure électronique du Ce<sup>3+</sup> différente des autres terres rares. L'intervention de la luminescence intrinsèque est considérée par analogie avec les silicates ou les carbonates. En effet, la luminescence est exprimée dans les silicates par une large bande localisée dans le proche UV et le violet-bleu (Iacconi &

---

Caruba, 1980). Barbin & Schvoerer (1997) estiment pour la calcite que la luminescence bleue et proche UV est due au moins en partie à des défauts ponctuels du réseau car aucun activateur n'a pu être mise en évidence.

La bande à 2,9 eV pourrait être attribuée à l'activation par  $\text{Eu}^{2+}$ .  $\text{Eu}^{2+}$  possède une structure électronique qui induit une forte interaction avec le réseau responsable du déplacement de la bande pour des réseaux différents et de la largeur importante de la bande.  $\text{Eu}^{2+}$  se situe à 2,75 eV dans la chlorapatite (Blanc *et al.*, 1995) mais pour la fluorapatite, la bande peut se situer à 2,9 eV (Blanc, communication écrite, 1995). Cette dépendance vis à vis de la structure expliquerait les variations de position obtenues pour des apatites naturelles citées dans la littérature (par exemple, Marshall, 1988).

## ***C. CALIBRATION ET CORRECTION DU SYTEME D'ACQUISITION DES SPECTRES DE CL***

---

L'étude des cristaux d'apatite a été réalisée par le biais d'images de cathodoluminescence et de spectres. L'association des images et des spectres permet une bonne caractérisation de la structure et de la composition des cristaux.

### **1) Présentation et description des appareils utilisés**

#### Le MonoCL2

Les spectres et les images noir et blanc de cathodoluminescence ont été réalisés avec le système MonoCL2, développé par Oxford Instrument, installé sur un microscope électronique à balayage (M.E.B.) Philips XL30 du service commun de microanalyse de la faculté des sciences Nancy I (Photo III-1). La configuration du système optique est décrite par Kearsley & Wright (1988).

L'appareil de cathodoluminescence comprend un système qui collecte la lumière, un monochromateur, un amplificateur et deux détecteurs.

---

La concentration de la lumière se réalise à l'aide d'un miroir parabolique amovible. Il collecte jusqu'à 80% de la lumière émise par l'échantillon. Ce miroir est percé d'un trou qui permet le passage du faisceau électronique du M.E.B. et est centré autour de l'axe optique des électrons. Le miroir amovible permet de réaliser en parallèle des images en électrons secondaires et rétrodiffusés. L'introduction du miroir limite l'observation pour les faibles grossissements ( $<80$ ) en raison de son ouverture.

La séparation entre le vide de la chambre du M.E.B. et le monochromateur est réalisé par une fenêtre de silice qui ne perturbe pas le signal, notamment en ce qui concerne les émissions ultraviolettes.



*Photo III-1 : présentation du système MonoCL2 (Oxford) installé sur le M.E.B. du service commun de microanalyse de l'Université Nancy I. L'installation permet la réalisation d'images panchromatiques ou monochromatiques noir et blanc et de spectres de cathodoluminescence.*

Le monochromateur a une longueur focale de 30 centimètres et utilise un réseau plan constitué de 1200 lignes pour la dispersion de la lumière. L'efficacité du monochromateur est supérieure à 50% entre 400 et 800 nm. Des fentes

d'ouverture variable, comprise entre 10  $\mu\text{m}$  et 5 mm, disposées à l'entrée et à la sortie du monochromateur contrôlent l'intensité du signal à l'intérieur du monochromateur.

Les monochromateurs à réseau sont caractérisés par une résolution élevée accompagnée par une importante baisse de l'intensité (Rémond *et al.*, 1992). La dispersion spectrale (bande passante -  $\eta_\lambda$ ) de l'acquisition est de 1,8 nm par mm d'ouverture des fentes. La dispersion est de l'ordre de 1,35-2,7 nm pour des fentes de 0,5-1 mm, ouvertures classiquement utilisées pour l'étude des cristaux d'apatite qui sont des matériaux luminescents. La réduction de l'ouverture des fentes permet d'augmenter la résolution spectrale mais parallèlement entraîne la réduction de l'intensité du signal. Le pas minimum d'analyse est de 0,5 nm. La précision sur la valeur de la longueur d'onde est de  $\pm 0,2$  nm.

Deux détecteurs différents peuvent être utilisés, un photomultiplicateur (PMT) et une caméra CCD (charged coupled device). Le photomultiplicateur permet d'enregistrer des spectres entre 200 et 840 nm. L'efficacité maximale se situe entre 220 et 450 nm (Fig. III-4). Elle est divisée par 10 à 700 nm.

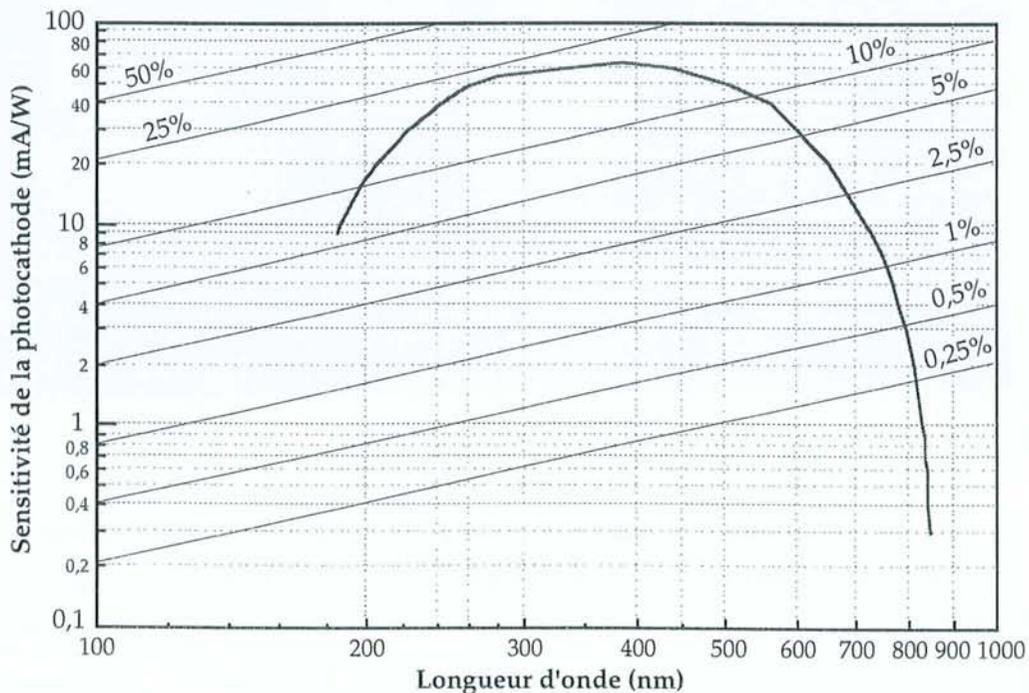


Figure III-4 : courbe d'efficacité du photomultiplicateur utilisé pour l'appareil MonoCL2 du service commun de microanalyse de l'Université Nancy I. Les pourcentages expriment l'efficacité de l'enregistrement ; le maximum de sensibilité se situe à 25% d'efficacité.

La caméra CCD n'a pas été utilisée dans cette étude malgré l'avantage qu'elle présente de réaliser des spectres sur la gamme 300-800 nm en quelques secondes car 1) la précision de l'acquisition n'est pas suffisante pour isoler les bandes de terres rares et 2) la caméra possède une efficacité médiocre dans le violet et l'UV, gamme spectrale particulièrement intéressante à étudier pour les cristaux d'apatite.

L'amplificateur gère l'électronique de l'acquisition, amplification du signal, contrôle du moteur, réglage de la tension du photomultiplicateur... Une interface gérée par un micro-ordinateur permet de diriger l'ensemble du dispositif. Les spectres peuvent être visualisés instantanément grâce à un logiciel adéquat développé par Oxford Instrument.

L'installation permet de réaliser des images de cathodoluminescence pour toutes les longueurs d'onde (polychromatique) ou pour une longueur d'onde particulière (monochromatique).

Deux modes de mesure de l'intensité du signal de CL sont disponibles pour l'enregistrement des spectres : un mode linéaire qui consiste à mesurer la moyenne du courant total et un mode où les photons sont comptés par le préamplificateur (photon counting). Deux types d'enregistrements peuvent être réalisés : celui de l'intensité en fonction de la gamme de longueur d'onde et d'énergie, celui de l'intensité en fonction du temps pour une longueur d'onde particulière. Les images panchromatiques ou monochromatiques sont observées directement sur l'écran du M.E.B. Le pas minimum d'enregistrement est de 0,5 nm.

La gamme d'enregistrement peut être exprimée en fonction de la longueur d'onde ( $\lambda$ ) ou de l'énergie (E). La relation unissant ces deux échelles est :

$$E(\text{eV}) = \frac{hc}{\lambda(\text{nm})} = \frac{1239,85}{\lambda(\text{nm})}$$

avec h : constante de Planck ( $6,626176 \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$ ) ; c : vitesse de la lumière ( $2,99792458 \cdot 10^8 \text{ ms}^{-1}$ ) et eV : électronvolt.

Le spectre visible (400-700 nm) correspond par conséquent à la gamme 1,77-3,1 eV (Fig. III-5). L'intensité est exprimée en photons dans une unité arbitraire.

L'expression des spectres en fonction de l'énergie nécessite la conversion de l'intensité par le facteur  $\lambda^2/hc$  (Townsend & Rowlands, 1999).

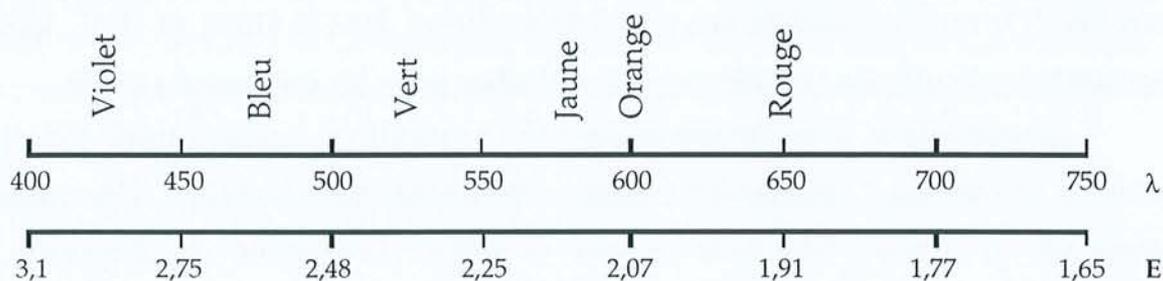


Figure III-5: spectre visible et correspondance entre longueur d'onde ( $\lambda$ ) en nanomètre (nm) et énergie (E) en électrons-volts (eV).

### Spectroscopie de cathodoluminescence

Les images couleur de cathodoluminescence ont été réalisées sur un appareillage de CL à cathode froide de type Technosyn Mark II (Cambridge, Angleterre) monté sur un microscope optique du laboratoire de géologie sédimentaire (Orsay, Paris XI). Le système comprend un générateur de haute tension, un canon à électrons oblique et une chambre à vide (Marshall, 1988). La chambre à vide est installée à la place de la platine du microscope. Le canon à électrons est centré sur l'axe optique du microscope (Fig. III-6). Le vide est réalisé à l'aide d'une pompe à vide mécanique. Le vide est de l'ordre de  $10^{-2}$  Torr ; la métallisation des échantillons n'est pas nécessaire.

Les échantillons sont introduits sous la forme de plots où les cristaux apparaissent en surface par polissage (similaire à la préparation pour l'analyse par les traces de fission).

Les conditions analytiques sont une tension d'accélération des électrons de 15-20 kV et une intensité de 200-400 mA. Les photomicrographies ont été prises avec des pellicules couleur de 1600 ISO avec des temps de pose compris entre 20 à 400 secondes.

Les images noir et blanc de cathodoluminescence ont été réalisées avec le MonoCL2 installé à l'Université de Nancy I. Les images sont obtenues en

contrôlant l'intensité de la haute tension, la brillance et le contraste à l'aide du préamplificateur. Les temps de pose varient entre 2 et 4 minutes.

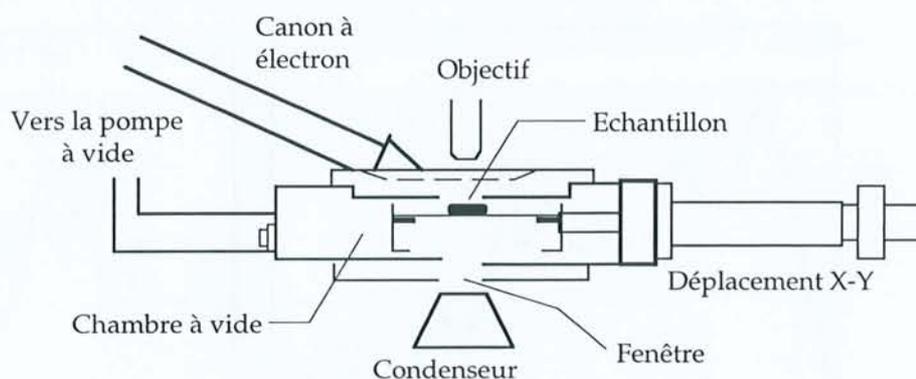


Figure III-6 : représentation schématique sur une coupe transversale des composants de la platine Technosyn modèle 8200. Cette platine est installée sur la platine classique de déplacement X-Y du microscope. L'épaisseur des échantillons a nécessité de modifier le support à échantillon

## 2) Corrections en longueur d'onde et calibration en intensité

La nécessité de la correction de la réponse instrumentale apparaît évidente à l'examen de spectres de cathodoluminescence d'un même échantillon obtenus pour différents appareils de cathodoluminescence. L'apatite de Durango a ainsi été étudiée par de nombreux auteurs et les spectres publiés sont assez différents (Fig. III-7).

L'explication de telles variations repose sur les différences intrinsèques existant entre les appareils de cathodoluminescence. Les réseaux et les photomultiplicateurs varient considérablement en efficacité en fonction de la longueur d'onde. L'efficacité des réseaux est contrôlée par le "blaze" ou "apodisation" appliquée au cours de leur fabrication. Lors de la fabrication, la gamme de longueur d'onde des monochromateurs est réalisée en fonction de l'usage du futur utilisateur. De plus, ces performances sont sensibles à la polarisation et peuvent engendrer des variations lors de l'étude de cristaux isolés (Townsend & Rowlands, 1999).

Les photomultiplicateurs sont dépendants de la longueur d'onde : par exemple, le détecteur au germanium dispose d'une gamme de réponse efficace

entre 800 et 1700 nm. Les détecteurs sont généralement peu performants dans la partie de couleur rouge profonde du spectre (Townsend & Rowlands, 1999).

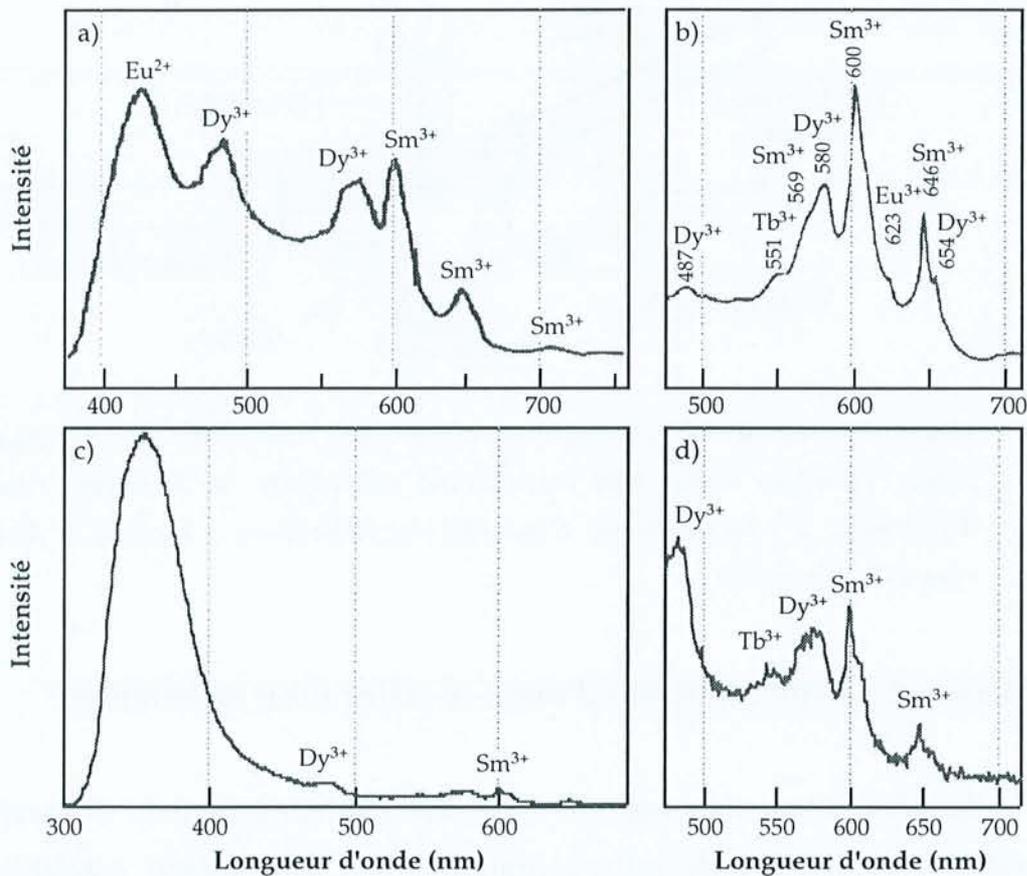


Figure III-7 : spectres de cathodoluminescence de l'apatite de Durango pour différents auteurs : a) Roeder et al., 1987 ; b) Murray & Oreskes, 1997 et c)-d) cette étude. Les spectres sont présentés en fonction de l'intensité normalisée sans unité, car les échantillons possèdent des intensités différentes. Conditions d'analyse : a) monochromateur NM-3 Gamma Scientific (photomultiplicateur D-43 (250-930 nm) ; scanning control SC-1) ; en général, 5-15 kV, intensité jusqu'à 800 nA. b) spectromètre SPISUARC (Acton Research Corporation), caméra CCD Princeton Instruments et microscope Olympus ; 10 kV, 0,5 mA, 45 secondes d'exposition. c) et d) 25 kV, spot 6, grossissement de 1000, fentes de 1, 85% H.T. PMT, temps d'acquisition 500ms.

L'importance de la bande relative à  $\text{Eu}^{2+}$  dans la figure III-7a peut être expliquée par une sensibilité très mauvaise de l'appareil utilisé en dessous de 380 nm : l'intensité relative est liée à l'existence d'une large bande centrée à 350 nm (Fig. III-7c). La bande de  $\text{Eu}^{2+}$  se trouve superposée à cette bande qui n'est pas

reconnue dans le spectre de la figure III-7a. L'intensité de la bande liée à  $\text{Eu}^{2+}$  ne correspond pas par conséquent à l'intensité du spectre à 420 nm.

Il est nécessaire par conséquent de corriger les spectres obtenus de la réponse instrumentale de l'appareil afin de pouvoir comparer des spectres réalisés avec divers appareils de cathodoluminescence. Le problème est sensiblement le même pour la spectroscopie de cathodoluminescence où les couleurs obtenues sur les tirages photographiques dépendent entre autre du temps d'exposition, de la nature de la pellicule, des conditions de développement (Marshall & Kopp, 1996).

### Correction en longueur d'onde

La calibration de la longueur d'onde est réalisée à l'aide de lampes à vapeur de mercure basse pression. Le spectre est constitué par de nombreuses raies fines dont la position est connue et pour lesquelles il est possible de faire correspondre les bandes obtenues et les positions connues (Fig. III-8). Cet enregistrement d'un spectre de la lumière peut être réalisé facilement et régulièrement afin de contrôler qu'il n'y a pas de dérive du monochromateur.

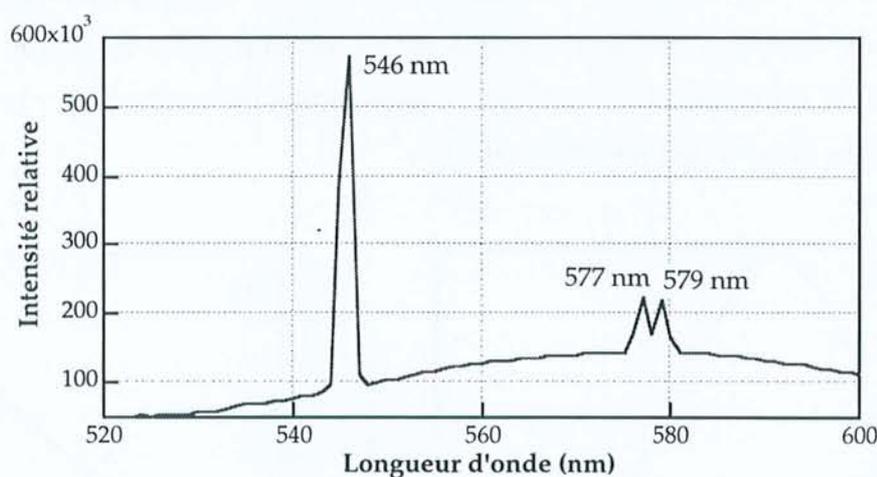


Figure III-8 : spectre de lampes à vapeur de mercure basse pression caractérisées par des raies fines à 546,073, 576,960 et 579,066 nm (Mazères, 1997). Les conditions analytiques sont une tension appliquée au photomultiplicateur de 83% et des fenêtres de 0,5 nm.

### Calibration en intensité

Il serait nécessaire de tenir compte de la réponse spectrale du monochromateur, du détecteur et de la fenêtre en silice et la réponse de l'appareil serait la somme des réponses des différents composants. Cette approche est difficile à réaliser.

La détermination de la réponse instrumentale a par conséquent été réalisée à l'aide de lampes étalon dont les spectres sont parfaitement définis. Il a été nécessaire d'utiliser deux lampes : une lampe deutérium pour la partie UV du spectre (200-380 nm) et une lampe quartz-iode pour la partie visible (420-750 nm). Les spectres de ces deux lampes sont constitués par une large bande sans raie. Le recours à de telles lampes est facilité par le fait que le M.E.B. utilisé possède une chambre à vide pouvant s'ouvrir largement et permettant l'introduction d'une lampe.

#### Lampe Deutérium

Il s'agit d'une lampe HANAU D200 (200W). La tension est contrôlée par un amplificateur afin d'obtenir un signal très stable. La lampe est refroidie par un système de circulation d'eau. Le spectre de référence de la lampe fourni par le constructeur correspond à une large bande entre 160 et 380 nm ; le maximum de l'intensité se situe à 220 nm (Fig. III-9).

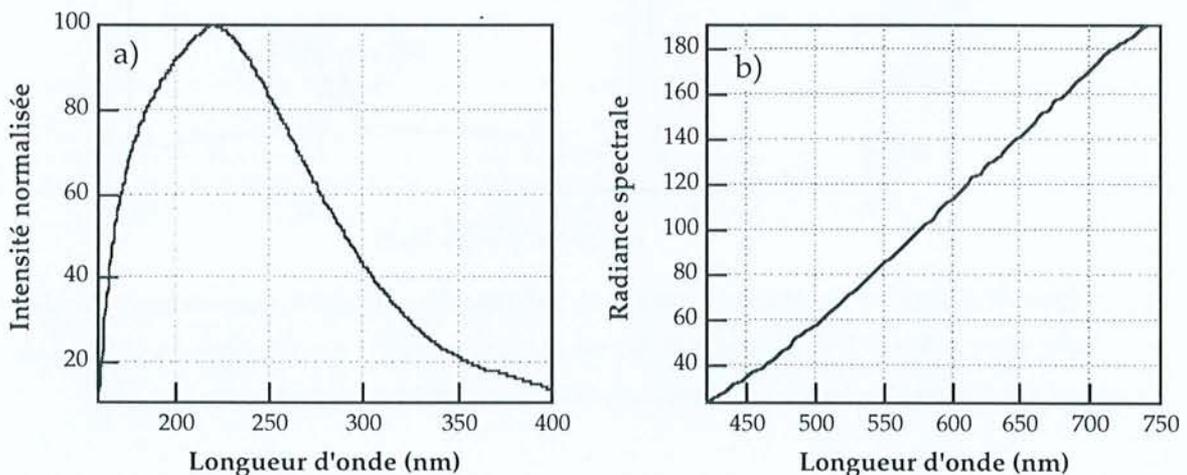


Figure III-9 : spectres de référence des lampes deutérium (a) et quartz-iode (b) (Baranger et al., 1991).

La lampe a été introduite dans la chambre du M.E.B. de façon à éclairer le miroir. La position de la lampe est critique car la forme de son spectre dépend de l'intensité. En effet, si la lampe est dirigée directement sur le miroir, l'intensité est très forte jusqu'à 700000 photons comptés, et le spectre présente un maximum à 280 nm. Si la lampe est dirigée indirectement sur le miroir, l'intensité est plus faible, le maximum de la bande se déplace à 310 nm. La variation de l'intensité entraîne également une modification de la forme du pic : le maximum est plus vite atteint pour les fortes intensités et la bande est beaucoup plus large ce qui pourrait correspondre à la saturation du photomultiplicateur (Fig. III-10).

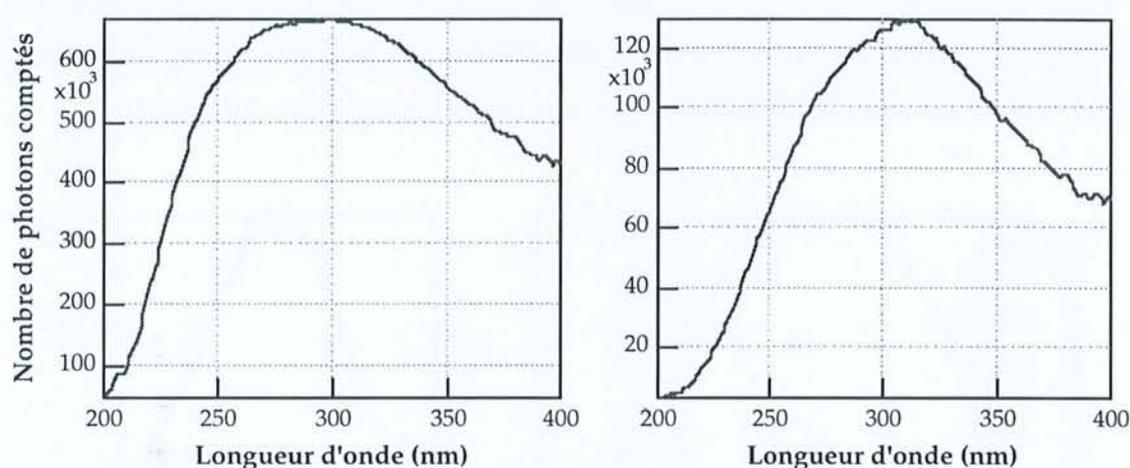


Figure III-10 : spectres de la lampe Deutérium pour une forte intensité (intensité maximale = 669000 photons comptés) et pour une faible intensité (intensité maximale = 130000 photons comptés). Les conditions d'analyse sont une tension appliquée au PMT de 83%, des fentes de 1 mm et un temps d'acquisition de 500 ms.

Les conditions les plus proches de celles obtenues lors de l'étude d'échantillons naturels ont été retenues. L'intensité des spectres de cristaux d'apatite varie mais est rarement supérieure à 200000 photons comptés. Le spectre de lampe Deutérium dirigée indirectement sur le miroir a donc été choisi.

Des spectres ont été réalisés avec des fentes de 0,5 et 1 mm. La différence entre les deux largeurs de fentes se traduit par une saturation du photomultiplicateur pour les fentes de 0,5 mm ce qui entraîne un important bruit de fond entre 350 et 400 nm.

### Lampe Quartz-Iode

Cette lampe correspond à une lampe quartz-iode type Halostar 64430 (35W-6V) mise au point par Baranger *et al.* (1991) et désignée sous le nom de la source standard Elf (Baranger *et al.*, 1991). Elle a été étalonnée au Laboratoire National d'Essais. La radiance spectrale ou l'émission spectrale est exprimée en  $10^{-5}$  W/m<sup>2</sup>/m/sr (Fig. III-9). L'alimentation électrique est stabilisée afin de disposer d'un signal constant. Le spectre est défini entre 420 et 750 nm avec un pas de 5 nm.

De la même façon que pour la lampe Deutérium, le spectre de la lampe Quartz-Iode dépend de l'intensité de la lampe (Fig. III-11). Le maximum de la bande varie entre 534 et 539 nm pour des intensités respectives de 360000 et 40000 photons comptés. La variation de la largeur à mi-hauteur est plus importante : 251 nm pour l'intensité la plus forte, 124 nm pour l'intensité la plus faible.

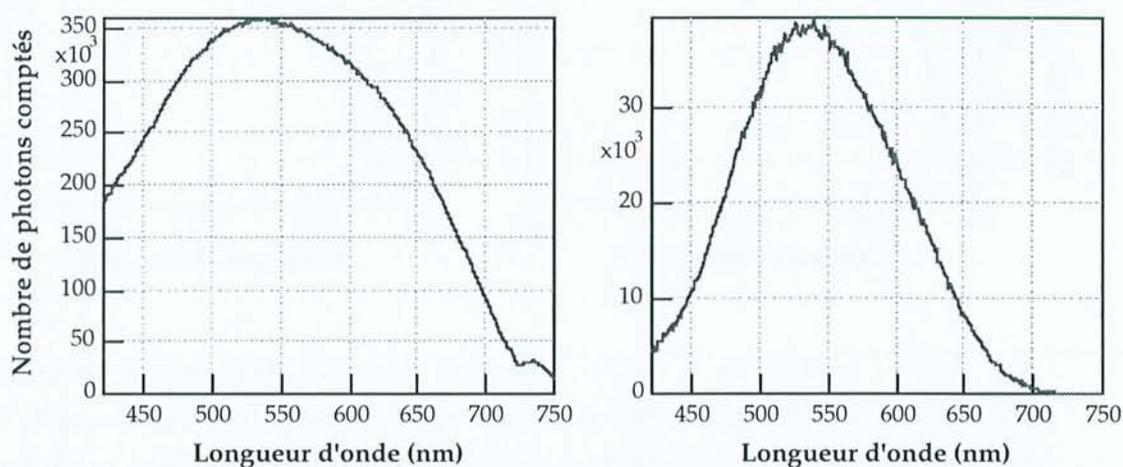


Figure III-11 : spectres de la lampe quartz-iode pour une forte intensité (360000 photons comptés) et une plus faible intensité (39500 photons comptés). Les conditions d'analyse sont une tension appliquée au PMT de 64%, des fentes de 1 mm et un temps d'acquisition de 200 ms.

### Fonction de l'appareil

La fonction de l'appareil correspond au rapport de l'intensité du spectre de référence et de l'intensité du spectre mesuré.

Cette fonction a été déterminée pour chacune des deux lampes. Il a été nécessaire de procéder à une interpolation polynomiale pour faire en sorte que tous les spectres soient définis pour le même intervalle - respectivement pour les

deux lampes 200-380 et 420-750 nm - et avec le même pas - en l'occurrence 1 nm - afin de pouvoir réaliser la division des intensités. La fonction de l'appareil a été définie en associant les fonctions des deux lampes. La jonction entre 380 et 420 nm, intervalle défini pour aucune des deux lampes a été réalisé par interpolation linéaire (Fig. III-12).

La fonction de l'appareil comprend trois zones : un domaine compris entre 250 et 650 nm où la correction est faible et deux zones en deçà de 250 et au delà de 650 nm où la correction est très importante et augmente très rapidement. Cette fonction permet de définir le domaine 250-650 nm où la détection est très bonne.

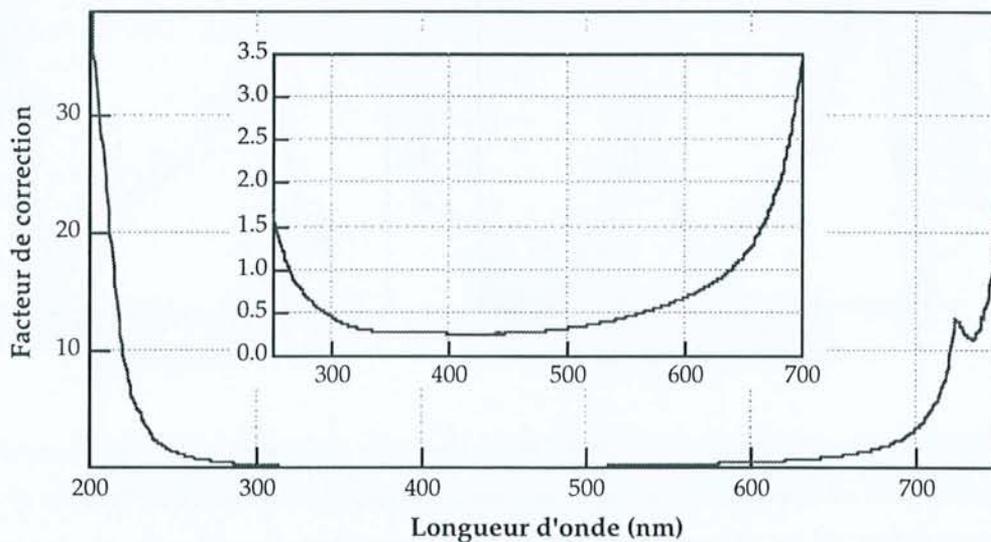


Figure III-12 : fonction de correction du MonoCL2 du service commun de microanalyse de l'Université de Nancy I, déterminée à l'aide des lampes étalon. Cette fonction est définie pour une ouverture des fentes de 1 mm et les lampes Deutérium (intensité de 130000 photons comptés) et quartz-iode (intensité de 360000 photons comptés).

La correction d'un spectre revient à multiplier son intensité par la fonction de l'appareil ainsi définie.

$$\text{spectre corrigé} = \text{spectre brut} \times \text{fonction de l'appareil}$$

La réalisation des corrections et des conversions modifie les spectres de CL et permet d'obtenir des spectres qui peuvent être comparés avec d'autres spectres réalisés sur des installations différentes (Fig. III-13).

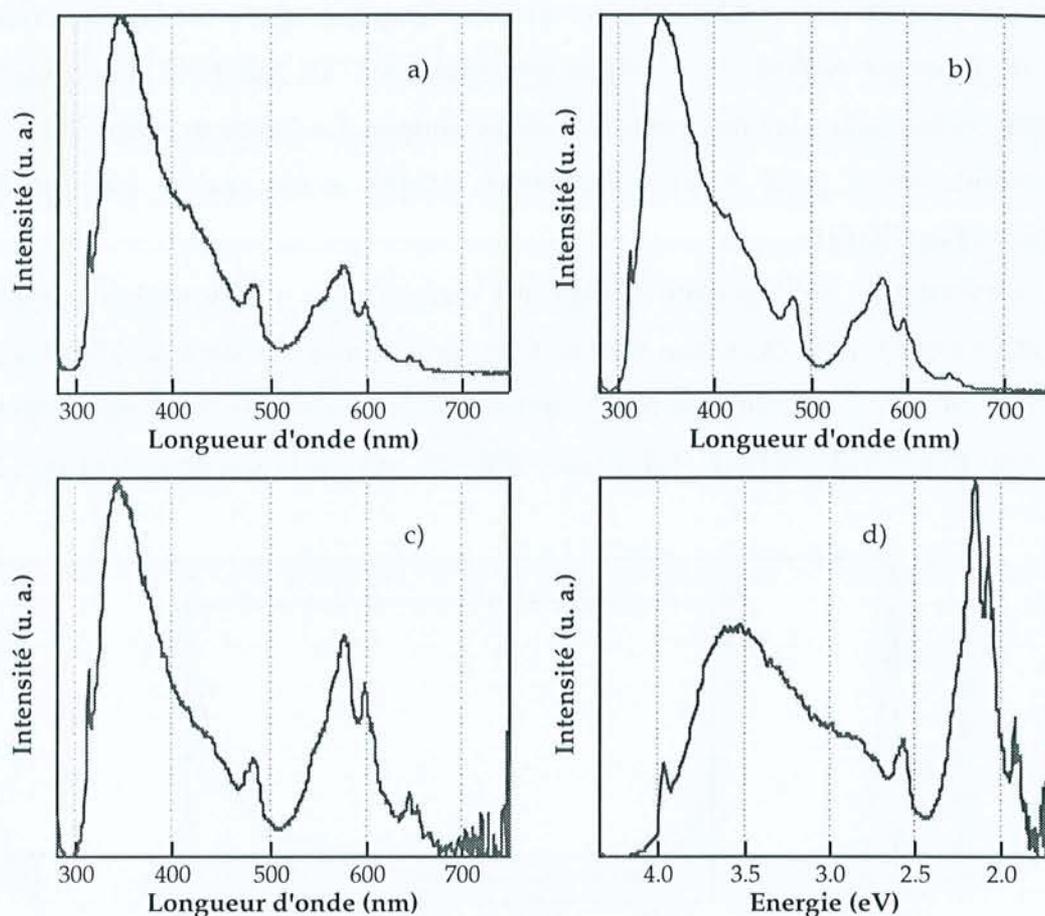


Figure III-13 : présentation des différentes étapes du traitement d'un spectre de CL : a) spectre brut ; b) soustraction du bruit de fond et correction de la dérive de la ligne de base ; c) correction de la réponse instrumentale du MonoCL2 et d) conversion de la longueur d'onde en énergie et de l'intensité par le facteur  $\lambda^2/hc$ . L'intensité est présentée dans une unité arbitraire (u.a.).

### 3) Décomposition des spectres de cathodoluminescence

#### Principe

Les spectres de CL sont constitués par des bandes de position et de largeur différentes qui se recouvrent partiellement. Certaines bandes sont faciles à caractériser car elles sont fines et intenses, d'autres le sont beaucoup plus difficilement tandis que d'autres sont difficiles simplement à reconnaître. La décomposition des spectres de CL permet de mettre en évidence un maximum de bandes et de les caractériser avec précision (aire et largeur à mi-hauteur). Les bandes larges caractéristiques de  $Mn^{2+}$ ,  $Eu^{2+}$  ou  $Ce^{3+}$  et les bandes fines propres aux  $TR^{3+}$

forment le spectre de CL. La décomposition permet d'attribuer à chacune des bandes ses caractéristiques. En effet, le maximum d'une bande peut correspondre à l'association de deux bandes et ne pas avoir de signification physique (Fig. III-14).

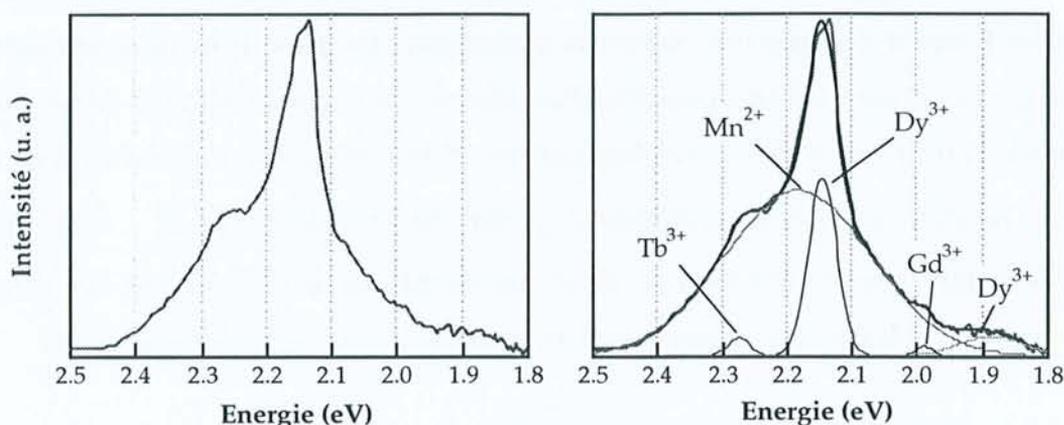


Figure III-14 : exemple de décomposition d'un spectre de cathodoluminescence entre 1,8 et 2,5 eV. Le sommet de la bande ne correspond ni à l'intensité du Mn<sup>2+</sup> ni à celle du Dy<sup>3+</sup>. Echantillon Arendal. Conditions d'analyse : 25 kV, 1,75 nA, fenêtres de 1 mm, 83% de tension du PMT, grossissement x3000, temps d'acquisition 1000 ms.

La décomposition nécessite au préalable la correction des spectres de la réponse instrumentale et l'expression des spectres en fonction de l'énergie (eV) (Townsend & Rowlands, 1999). Les bandes de CL sont décomposées en gaussiennes (Habermann *et al.*, 1996 ; Townsend & Rowlands, 1999). En effet, El Ali (1989) a démontré pour les carbonates que les bandes de CL étaient des gaussiennes.

La décomposition des spectres est réalisée à l'aide d'une macro développée pour le logiciel Igor (Wavemetrics Inc). Un algorithme de régression par les moindres carrés minimise la différence entre le spectre et la courbe résultante de la somme des bandes.

Les paramètres supposés des bandes (position, intensité et largeur) sont introduits dans le modèle. Il est possible de fixer la position des bandes à décomposer. Cette solution a été peu utilisée, uniquement pour les bandes de faible intensité relatives à des éléments bien individualisés par d'autres bandes de CL (Dy<sup>3+</sup>, Tb<sup>3+</sup> et Sm<sup>3+</sup>).

Avant la décomposition, les spectres sont corrigés du bruit de fond, de la déviation potentielle de la ligne de base et de la réponse instrumentale de l'appareil.

La décomposition est réalisée en augmentant pour chaque essai le nombre de bandes jusqu'à obtenir une solution acceptable. La définition de cette solution est délicate car il est toujours possible d'améliorer la correspondance entre données et modèles en ajoutant de nouvelles bandes. Elle repose sur la diminution de l'écart entre modèle et donnée estimée à partir de la valeur du  $\chi^2$  : des bandes sont ajoutées tant que la diminution du  $\chi^2$  est significative (Fig. III-15). Les données sur les bandes bien individualisées sont utilisées dans les essais postérieurs.

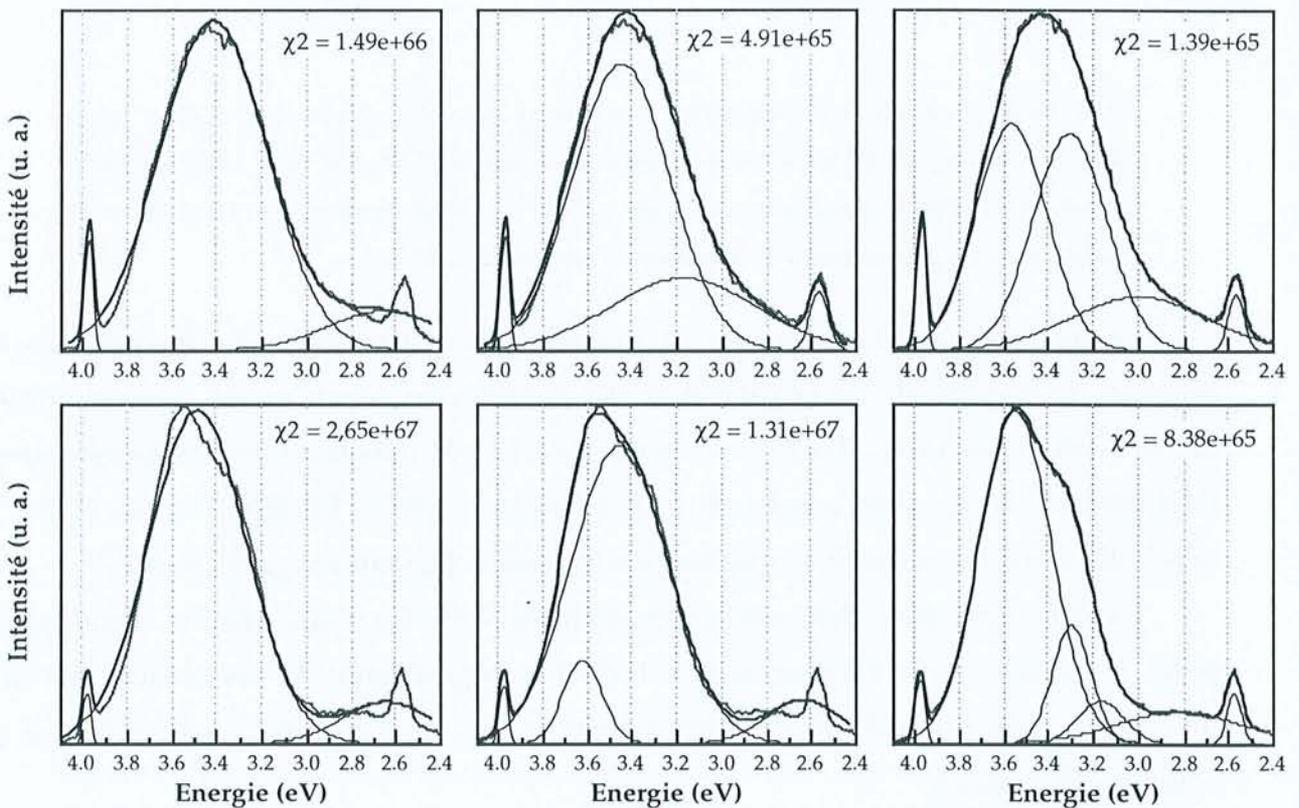


Figure III-15 : exemples de décomposition de spectres en considérant un nombre variable de bandes. L'ajout de nouvelles bandes est nécessaire pour améliorer la qualité de la décomposition. Cette qualité est décrite par la valeur du  $\chi^2$ . Echantillon Ødegårdens Vesk.

### Limites de la décomposition

Les limites sont de deux ordres, méthodologiques et techniques.

La première limitation est de définir le seuil à partir duquel l'ajout d'une bande supplémentaire n'a plus de sens. Cette limite dépend fortement des conditions d'acquisition (du bruit de fond par exemple).

Pour certains spectres, les différentes décompositions ne donnent pas un résultat unique. Il est possible de choisir en fonction du paramètre représentant l'écart entre modèle et données mais lorsque des modélisations très différentes ont un paramètre très proche, il est difficile de choisir (Fig. III-16). La position des bandes peut ainsi varier entraînant la variation des autres paramètres, aires et largeurs à mi-hauteur.

Pour éviter ce problème, il est nécessaire de connaître les activateurs responsables de ces bandes et ce n'est pas toujours le cas, en particulier pour la bande UV entre 2,75 et 4,15 eV (300 - 450 nm).

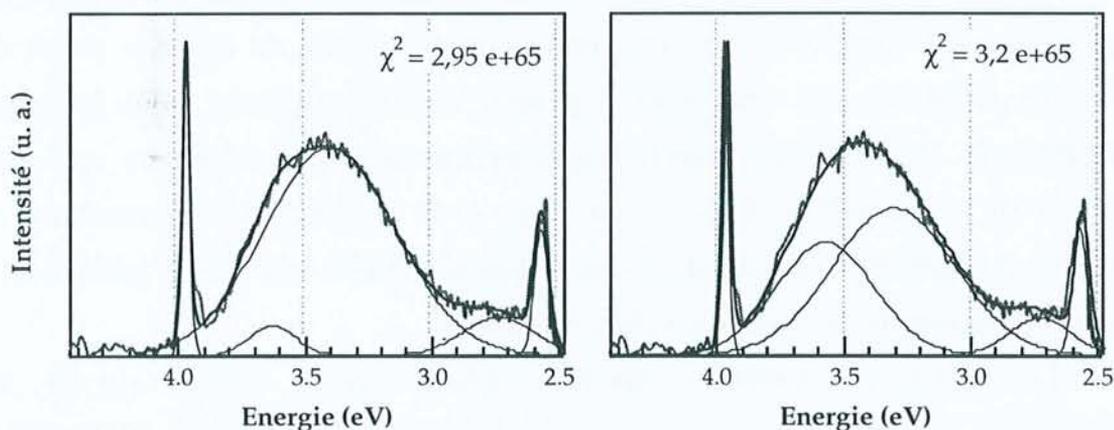


Figure III-16 : présentation de deux types de décomposition pour un même spectre. La décomposition des spectres de CL peut fournir des résultats très différents pour une qualité similaire. Grain a1 de l'échantillon MDN X. Conditions d'analyse : 25 kV, 0,107 nA, fentes de 1 mm, tension du PMT de 83%, temps d'acquisition de 200 ms et fenêtre d'analyse de 37x37  $\mu\text{m}$ .

La lourdeur du calcul impose de décomposer simultanément au maximum une dizaine de bandes ; l'ajout d'autres bandes produit fréquemment l'arrêt du logiciel car le modèle propose des solutions qui n'ont pas de sens. Cela nécessite

souvent de scinder en deux parties les spectres, en dessous et au dessus de 450 nm, pour traiter simultanément le minimum de bandes. Cette coupure induit parfois des erreurs dans la zone de raccordement (sous- ou surestimation de l'aire des bandes décomposées).

Il n'est pas possible de placer deux bandes dans le modèle qui possèdent la même position mais des aires et intensités différentes. En effet, dans cette situation, l'une des bandes (ou les deux) est déplacée vers d'autres positions ou la décomposition stoppe sur une erreur.

La décomposition apparaît cependant comme un outil possédant plus d'avantage que d'inconvénient et la correspondance entre les positions obtenues par décomposition sans à priori et celles d'activateurs répertoriés est un gage de la valeur de la décomposition.

#### 4) Conditions d'analyse

Les échantillons étudiés sont montés dans de la résine puis polis jusqu'à apparaître à la surface. Les échantillons sont métallisés au carbone avant chaque analyse. Dans le cas d'analyses répétées, les échantillons sont repolis puis remétallisés car le faisceau électronique endommage la couche de carbone et la surface de l'échantillon. La mise au point et le repérage des échantillons et des zones à étudier sont réalisés avec des intensités faibles afin de ne pas modifier les caractéristiques de la surface de l'échantillon.

La tension du canon à électrons généralement utilisée est de 25 kV. L'intensité est donnée sous forme de la taille du faisceau électronique. La correspondance entre la taille de spot et l'intensité a été définie à l'aide d'un ampèremètre (tableau III-2).

L'intervalle de tension où la réponse du photomultiplicateur est linéaire a été établi pour une lampe à vapeur de mercure et pour un échantillon naturel de cristal d'apatite provenant du forage GPF Balazuc BA1 (1245m). La partie linéaire du domaine d'acquisition se situe entre 80 et 85% de haute tension du photomultiplicateur pour la lampe à mercure et entre 83 et 87% pour le cristal d'apatite (Fig. III-17). Une haute tension du photomultiplicateur située entre 83 et

---

85 % a été choisie dans la mesure du possible pour réaliser les spectres de cathodoluminescence.

Tableau III-2 : correspondance entre la taille du faisceau électronique du M.E.B. et l'intensité du courant en fonction de l'accélération des électrons.

	Spot 5	Spot 6	Spot 7	Spot 8
15 kV	0,18	0,75	3,27	17,1
20 kV	0,24	1,06	4,12	23,0
25 kV	0,31	1,31	4,89	25,4
30 kV	0,37	1,49	5,64	26,6

L'intensité est donnée en nA.

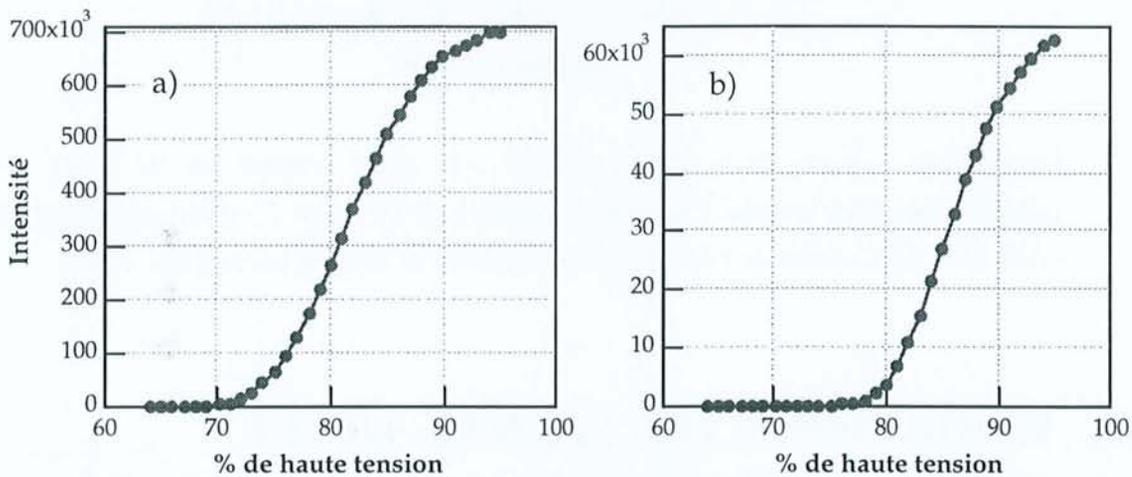


Figure III-17 : évolution de l'intensité de la cathodoluminescence en fonction de la haute tension appliquée au photomultiplicateur pour une lampe à vapeur de mercure basse pression (a) et un cristal d'apatite de l'échantillon Balazuc (b). Les conditions d'analyse sont un gain de 70% et des fentes de 1 mm et pour le cristal d'apatite une tension de 25 kV, une intensité spot 6 et un grossissement  $\times 1000$ .

La distance de travail est comprise entre 15,5 et 19  $\mu\text{m}$ . L'ouverture des fentes est généralement de 1 mm pour l'étude des échantillons naturels. Le temps d'acquisition varie entre 200 et 1000 ms. La diminution du temps d'acquisition augmente le bruit de fond.

Le spectre de la résine a été réalisé et indique qu'aucune bande relative à la résine ne fait interférence avec le signal des échantillons (Fig. III-18). Le spectre est caractérisé par une diminution rapide du signal de CL qui est sans doute liée à la

détérioration rapide de la couche carbonée de métallisation. L'acquisition a été stoppée à 500 nm car sous le faisceau électronique la couche de carbone a été fortement endommagée jusqu'à produire son décollement de la surface et sa dislocation.

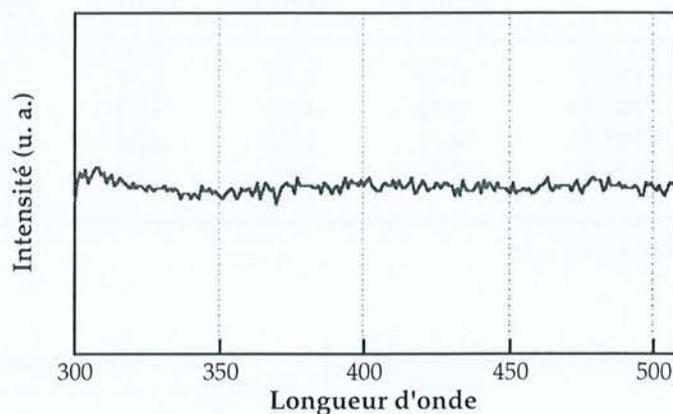


Figure III-18 : spectre de la résine araldite : la résine n'induit pas de bande de cathodoluminescence nouvelle. Conditions d'analyse : 25 kV - spot 7 - grossissement x3000 - 83% H.T. PMT - fentes de 1 mm - temps d'acquisition de 1000 ms par longueur d'onde.

## D. VARIATIONS DU SIGNAL DE CL

---

### 1) Conditions d'analyse

Les conditions d'analyse sont très importantes dans l'enregistrement du signal de cathodoluminescence. La variation de l'intensité modifie fortement les spectres de CL, l'intensité relative et le rapport entre les différentes bandes (Fig. III-19)

Dans la mesure du possible, les échantillons d'une même série d'analyse, sont placés dans un unique plot de sorte que les conditions d'analyse soient les mêmes (métallisation, vide, position par rapport au miroir).

De la même façon, il est nécessaire de considérer l'intensité du faisceau d'électrons pour parler d'échantillons luminescents et non luminescents.

---

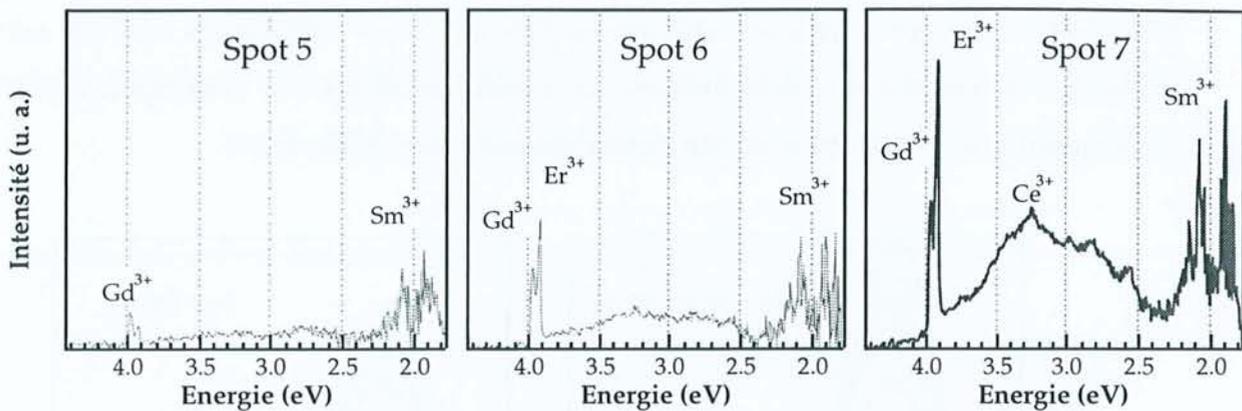


Figure III-19 : spectres d'un grain d'apatite d'un grès prélevé dans le forage de Balazuc BA1 pour différentes intensités du faisceau électronique. L'intensité relative maximale pour les différentes figures est la même. Pour l'intensité la plus basse, seule la bande à 3,96 eV peut être mise en évidence. Pour une augmentation de l'intensité, une large bande centrée à 3,3 eV apparaît, de même que plusieurs autres bandes à 2,8 et 2,6 eV. L'intensité des bandes du  $\text{Sm}^{3+}$  (2,06 et 1,91 eV) augmente avec une intensité du faisceau électronique croissante.

## 2) Contrôle cristallographique de l'émission de CL

L'anisotropie de l'émission de cathodoluminescence en fonction de l'orientation cristalline a été déjà démontrée sur les zircons (Cesbron *et al.*, 1993).

Afin d'étudier les variations de la CL en fonction de l'orientation cristalline, un cristal centimétrique d'apatite de Durango a été coupé parallèlement et perpendiculairement à l'axe c puis monté dans la résine et poli. Plusieurs spectres ont été réalisés sur les deux types de faces (Fig. III-20). La première observation est que pour une face particulière la luminescence varie en intensité : la large bande centrée à 347 nm possède une intensité comprise entre 12300 et 18900 photons comptés pour la face prismatique et entre 7300 et 14500 photons comptés pour la face basale. La comparaison des spectres des deux faces montre que l'intensité de la large bande est plus importante en moyenne pour les faces parallèles à l'axe c, faces prismatiques, que pour les faces perpendiculaires à l'axe c, faces basales.

D'autres exemples de cristaux d'apatite présentant des faces automorphes prismatiques ont été étudiés en réalisant une rotation de 90° entre deux spectres.

Les spectres ont été acquis sur des zones proches mais différentes afin de ne pas détériorer la surface de l'échantillon. La surface analysée ne correspond pas par conséquent à la même zone ce qui peut expliquer des différences.

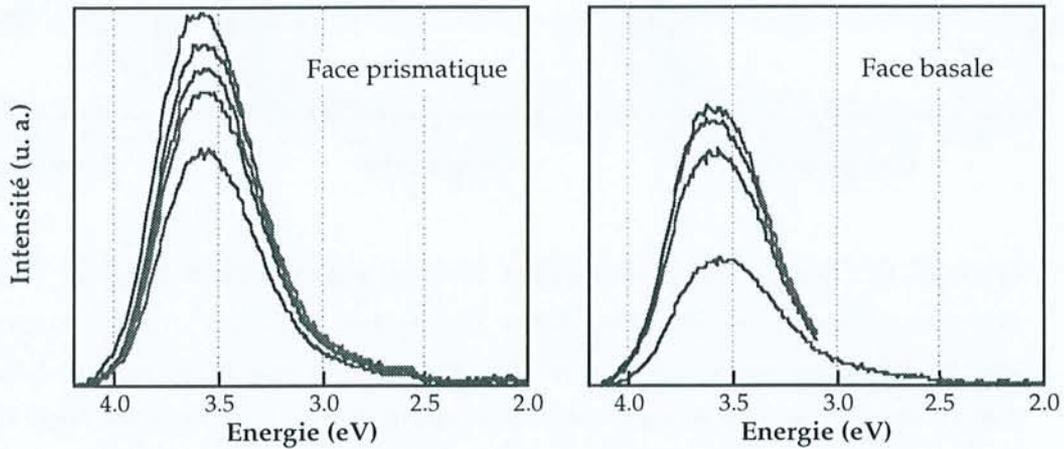


Figure III-20 : spectres de cathodoluminescence acquis sur les faces prismatiques et basales d'un cristal d'apatite de Durango. L'intensité relative maximale est la même pour les deux figures. Les spectres acquis sur la face basale ont une intensité plus faible que ceux obtenus sur la face prismatique. Les deux faces appartiennent au même cristal.

Pour l'échantillon Gun-F, les deux spectres enregistrés pour des orientations perpendiculaires ne montrent pas de différence d'intensité (Fig. III-21a). Par contre, un spectre réalisé parallèlement à l'axe c montre une intensité plus faible. L'hétérogénéité du cristal apparaît modifier l'émission plus largement que l'orientation cristallographique. Pour un échantillon du granite de la Margeride (Lestreses), la rotation du grain entraîne une inversion de l'intensité des deux bandes principales (Fig. III-21b).

Il apparaît par conséquent que le changement d'orientation ne produit pas toujours le même résultat selon les échantillons et selon les orientations.

La variation du signal peut être liée à l'anisotropie du polissage, à des variations de la composition ou de la structure des cristaux (zoning entre secteurs et zoning intrasectoriel).

Le zoning entre secteur ou intrasectoriel est formé par les conditions de croissance des minéraux et l'incorporation des éléments sur les différences surfaces

de croissance (Reeder & Paquette, 1989). Ces zonations ont été mises en évidence pour des cristaux d'apatite hydrothermaux (Rakovan & Reeder, 1994).

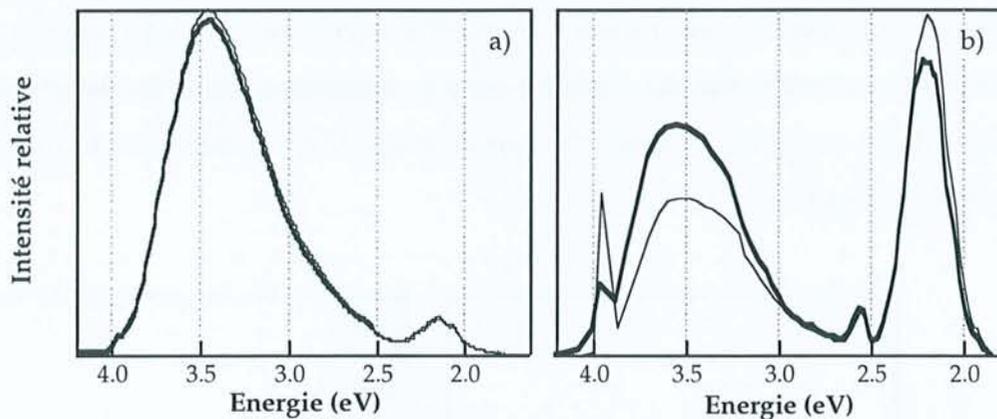


Figure III-21 : acquisition de spectres de cathodoluminescence selon deux directions perpendiculaires pour deux échantillons. a) spectres acquis perpendiculairement pour un grain de l'échantillon Gun-F : les deux spectres sont comparables ; b) spectres réalisés perpendiculairement sur un grain de échantillon Lestrezes : l'intensité maximale correspond pour les deux spectres à une bande différente.

### 3) Décroissance du signal sous le bombardement électronique

L'émission de cathodoluminescence est un phénomène dépendant du temps qui peut induire des changements de couleur et d'intensité dans les minéraux (Marshall, 1988). Des mécanismes possibles responsables de cette décroissance de l'émission sous le faisceau électronique pour les phosphores synthétiques sont la précipitation d'un métal, la destruction des centres luminescents par chauffage ou perte en oxygène (Marshall, 1988).

L'enregistrement de la luminescence en fonction du temps a été réalisé pour des échantillons différents (Gun-F, Fish Canyon et Arendal) et pour des longueurs d'onde caractéristiques des principaux centres luminescents ( $\text{Ce}^{3+}$ ,  $\text{Dy}^{3+}$  et  $\text{Mn}^{2+}$ ) (Fig. III-22).

L'émission de cathodoluminescence décroît avec l'exposition au bombardement électronique. La décroissance est composée généralement de trois parties : une chute rapide de l'intensité correspondant à une diminution durant les 100 premières secondes du signal de 40 à 80% selon la longueur d'onde ; une

diminution plus douce de l'intensité et enfin une zone où la diminution est très faible mais demeure. La décroissance semble atteindre un palier après 800-1000 secondes. Les 100 premières secondes caractérisent des modifications importantes ; l'intensité est réduite au moins de moitié après les 500 premières secondes. Cependant, la diminution du signal n'est pas identique pour les différents centres : la diminution est particulièrement rapide pour  $Mn^{2+}$  tandis que pour  $Ce^{3+}$  et  $Dy^{3+}$ , elle est plus régulière.

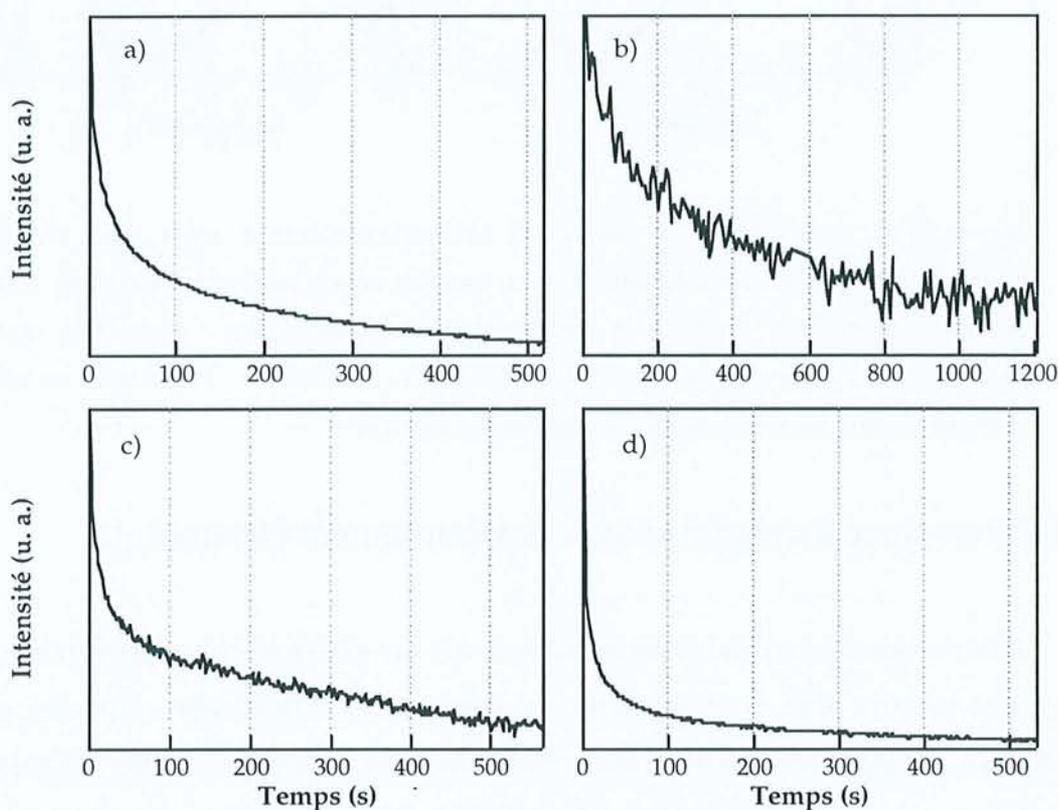


Figure III-22 : évolution de la luminescence en fonction du temps pour différentes longueurs d'onde : a) 358 nm ( $Ce^{3+}$ ) pour l'échantillon Gun-F ; b) 355 nm ( $Ce^{3+}$ ) pour l'échantillon Fish Canyon ; c) 484 ( $Dy^{3+}$ ) pour l'échantillon Arendal et d) 574 ( $Mn^{2+}$ ) pour l'échantillon Gun-F. Les conditions d'enregistrement sont une tension de 25 kV, une intensité spot 6 et des fentes de 1 mm. Les temps d'acquisition varient entre 500 et 1200 secondes.

Les spectres de cathodoluminescence correspondent donc à une information partielle dépendante du temps d'enregistrement (du pas d'enregistrement). L'intensité des bandes n'est pas l'intensité absolue mais celle obtenue après une certaine durée de bombardement.

Une diminution rapide de la luminescence a déjà été démontrée pour les quartz  $\alpha$  (Ramseyer *et al.*, 1989) et la diminution le long d'une courbe de décroissance exponentielle a été obtenue pour des cristaux d'apatite (Murray & Oreskes, 1997). Avec leurs conditions opératoires (10 kV, 0,5 mA, pas d'analyse de 45 secondes), la décroissance continue après 45 minutes d'exposition.

Le phénomène de décroissance sous le faisceau électronique est lié à l'augmentation de la température et à la création d'un champ électrique. Cependant, Ramseyer *et al.*, (1989) indiquent que les effets thermiques ne sont pas responsables de l'altération de la luminescence des quartz  $\alpha$ .

## E. ASSOCIATION SPECTROSCOPIE - SPECTROMETRIE DE CL

---

La cathodoluminescence est un outil précieux pour caractériser l'évolution diagenétique des roches, pour déterminer les différentes générations...

L'exemple des cristaux d'apatite du forage de Balazuc montre que l'association de la spectroscopie et de la spectrométrie de CL permet de mettre en évidence plusieurs générations de fluides mais également de les caractériser chimiquement.

Le forage de Balazuc BA1 est localisé sur la bordure sud-est du Massif Central près de la faille d'Uzer (Steinberg *et al.*, 1991). Les cristaux d'apatite ont été isolés d'un grès prélevé à 1245 mètres de profondeur dans la formation bariolée d'Ucel (Trias supérieur). Les cristaux ont été montés dans la résine puis polis.

Les grains apparaissent homogènes en microscopie optique, présentant parfois des faces automorphes ce qui est à priori incompatible avec leur origine détritique supposée. L'examen au Technosyn montre deux régions différentes (Photo III-2 ; Planche III-1) : un coeur jaune vif et une bordure rose.

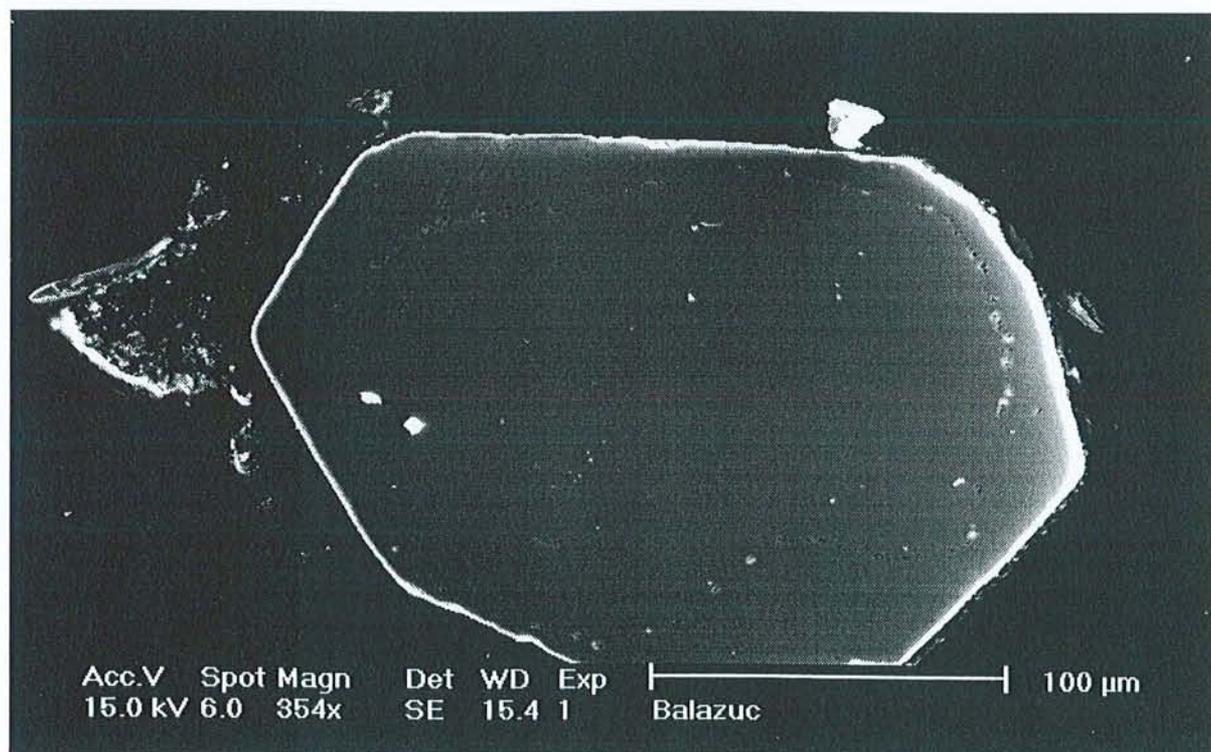
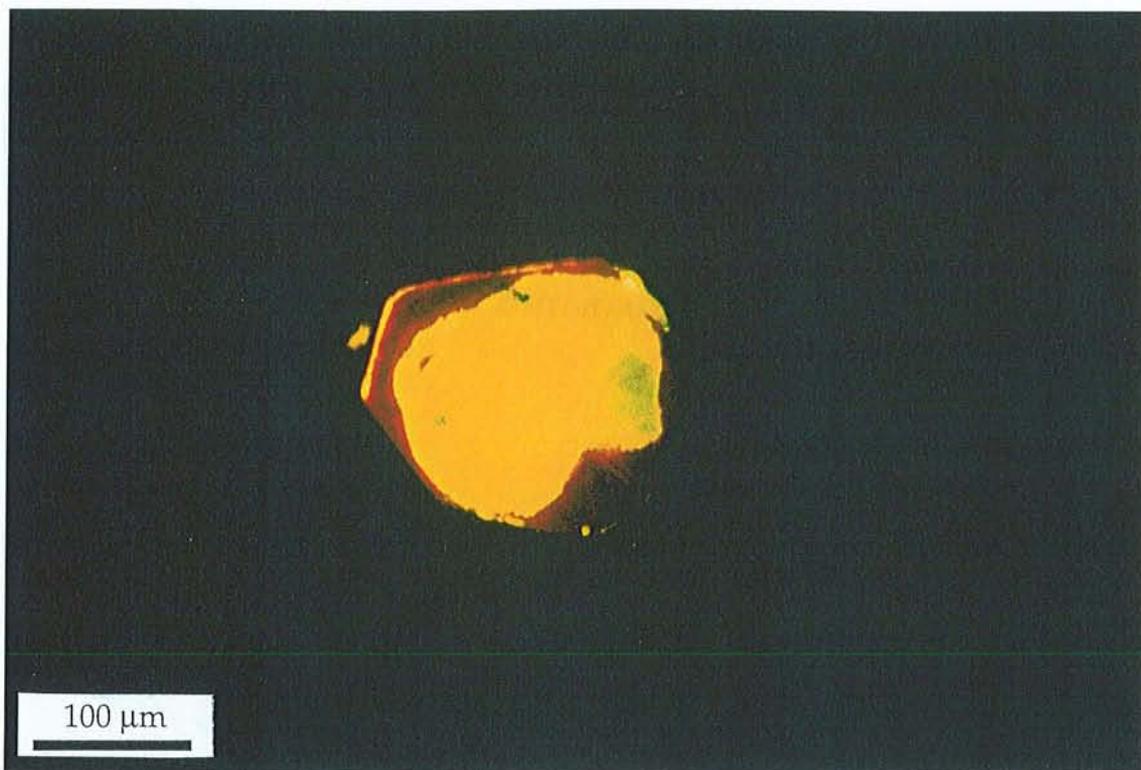
---

### Planche III-1

Photo III-2 : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 de Balazuc (programme Géologie Profonde de la France) observé sur la platine CL Technosyn (grossissement x50). La CL permet de distinguer deux zones : un coeur jaune et une auréole de nourrissage rose.

Photo III-3 : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 analysé au microscope électronique à balayage en électrons secondaires. Les deux parties du grain n'apparaissent pas différentes. La limite entre les deux zones est marquée par la présence d'inclusions.

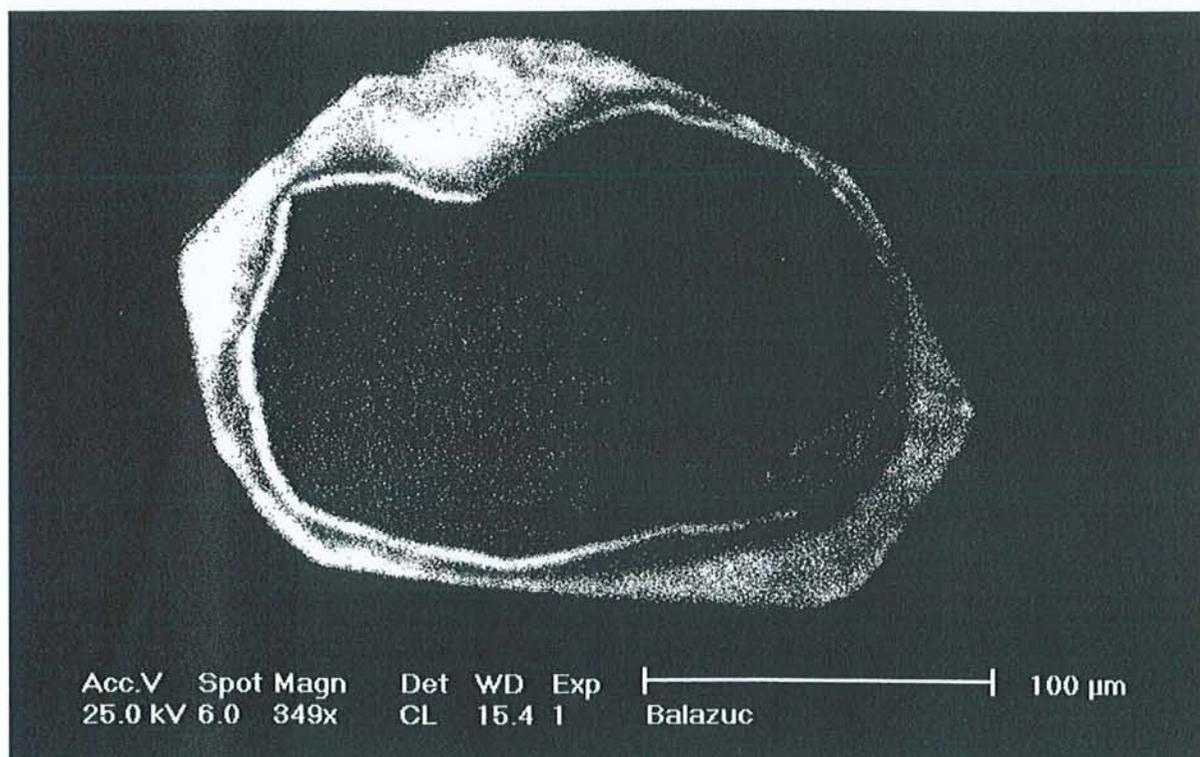
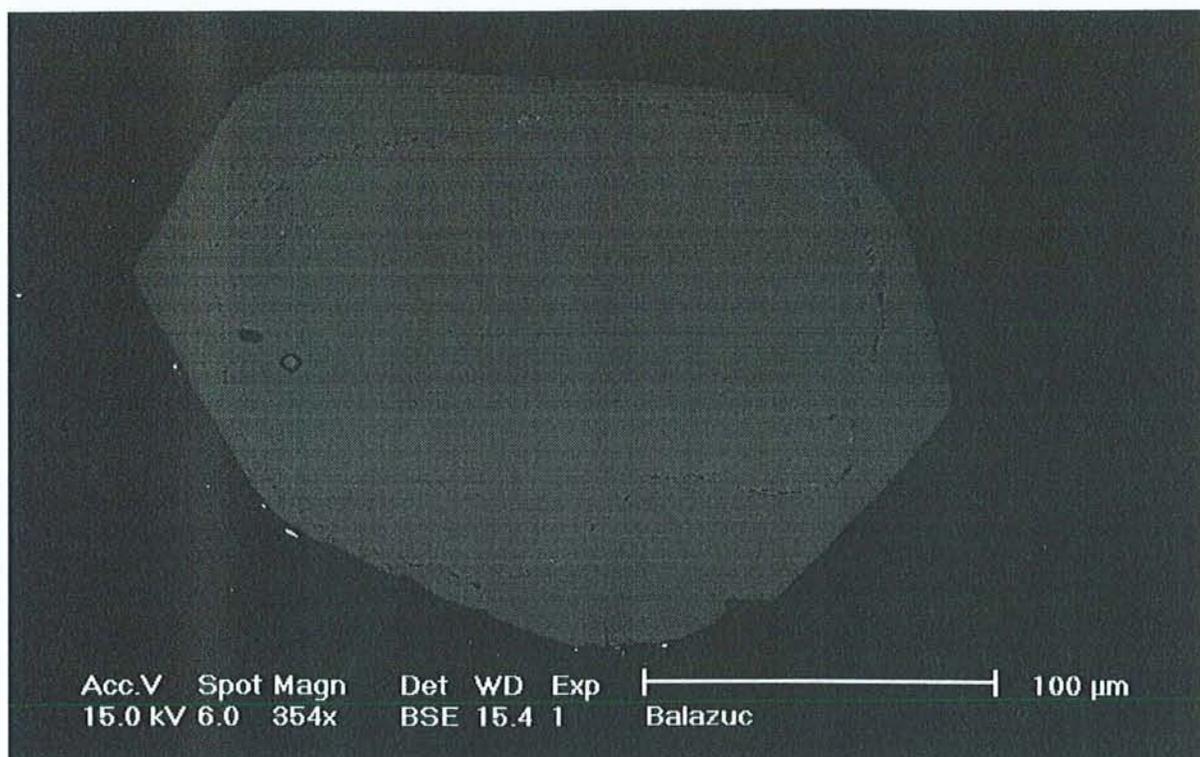
---



### Planche III-2

Photo III-4 : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 analysé au microscope électronique à balayage en électrons rétrodiffusés. Les deux parties du grain ne sont identifiables que grâce aux inclusions qui délimitent leur séparation.

Photo III-5 : grain d'apatite de l'échantillon 1245m du forage BA1 analysé au MonoCL2 installé sur le microscope électronique à balayage. L'image monochromatique a été réalisée à la longueur d'onde de 350 nm. Les deux parties du grains sont très nettement visibles : un coeur peu luminescent et une auréole très luminescente. La photographie a été prise en faisant une rotation du grain de 180° par rapport aux images en électrons secondaires et rétrodiffusés.



Cette observation est valable pour l'ensemble des grains. L'auréole autour du grain est rarement continue ; ceci peut être lié au broyage de la roche lors de la séparation des minéraux qui a détruit une partie des bordures des grains ou encore à un nourrissage partiel. L'aspect automorphe de certaines faces est lié très nettement au développement du nourrissage autour d'un grain détritique aux bordures émoussées.

Au microscope électronique à balayage, en électrons secondaires et rétrodiffusés, l'image des grains apparaît uniforme (Photos III-3 et 4 ; Planches III-1 et 2). L'image de CL permet de distinguer les deux composantes des cristaux : un coeur sombre aux limites rondes et une auréole de nourrissage fragmentée. L'observation de l'image de CL permet ultérieurement sur l'image en électrons secondaires ou rétrodiffusés de reconnaître la limite entre les deux zones qui est marquée par la présence de petites cavités (inclusions fluides ou solides) (Photo III-5 ; Planche III-2).

Les spectres de CL réalisés sur les coeurs détritiques des grains sont similaires entre les grains : la bande de  $Mn^{2+}$  est prépondérante avec la présence des bandes de  $Gd^{3+}$ ,  $Ce^{3+}$  et  $Dy^{3+}$  (Fig. III-23).

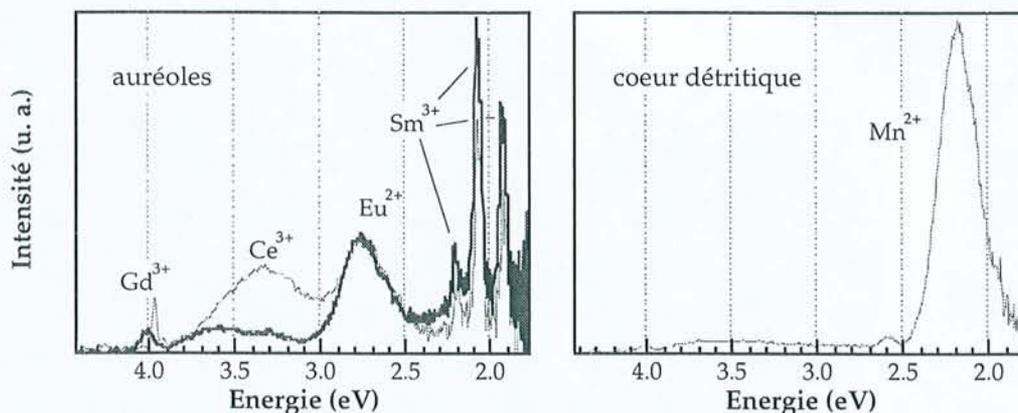


Figure III-23 : spectres de cathodoluminescence pour deux zones de l'auréole et pour un coeur détritique. Le spectre du coeur est caractérisé par la présence de la bande de  $Mn^{2+}$  tandis que ceux des auréoles ne la montrent pas et sont constitués par les bandes des terres rares  $Gd^{3+}$ ,  $Ce^{3+}$ ,  $Eu^{2+}$  et  $Sm^{3+}$ .

Les spectres obtenus sur les auréoles sont tout à fait différents : la bande principale se situe à 449 nm et correspond à  $Eu^{2+}$  et la bande de  $Mn^{2+}$  n'est plus

visible ; les bandes de  $Dy^{3+}$  n'apparaissent plus contrairement à celles de  $Sm^{3+}$  ; l'intensité de la bande de  $Gd^{3+}$  augmente légèrement alors que la bande U.V. demeure stable.

La différence de couleur entre le coeur et la bordure correspond par conséquent au passage d'une luminescence activée par  $Mn^{2+}$  (jaune) à une luminescence activée par  $Eu^{2+}$  (lie de vin).

Cette modification dans la luminescence traduit une évolution dans la chimie des fluides à l'origine des cristaux : le fluide diagénétique est plus riche en terres rares et plus pauvre en manganèse que le fluide à l'origine du coeur détritique.

Des résultats comparables ont été obtenus en étudiant des cristaux d'anhydrite du forage de Balazuc (Blanc *et al.*, 1994) : les anhydrites secondaires associées aux formations triasiques se sont formées à partir de fluides enrichis respectivement en  $Mn^{2+}$  et en terres rares.

## CONCLUSIONS

---

La cathodoluminescence est un outil pétrographique intéressant qui autorise la mise en évidence des zonations à l'intérieur des cristaux qui ne pourraient pas l'être par des méthodes classiques de microscopie optique ou de microscopie électronique à balayage en électrons secondaires ou rétrodiffusés. Des contrastes de chimie faible peuvent être ainsi reconnus. Cette méthode permet de distinguer les différentes populations de grains possédant des luminescences diverses et apparaît par conséquent comme une méthode rapide et pertinente pour étudier les populations de grains découvertes par l'analyse des traces de fission. La cathodoluminescence sera ainsi l'une des techniques utilisées dans le chapitre IV pour essayer de déterminer l'origine des écarts d'âges dans les populations de grains.

Mais c'est la spectrométrie de cathodoluminescence qui fournit des informations bien supérieures sur les éléments chimiques présents dans les cristaux. Elle nécessite une mise en oeuvre fastidieuse et les procédures de correction sont indispensables pour pouvoir publier et comparer les résultats. Les

---

conditions d'analyse doivent être strictement respectées pour que l'analyse des spectres autorise l'introduction de données supplémentaires.

La détermination semi-quantitative des impuretés présentes dans les cristaux d'apatite par spectrométrie de cathodoluminescence est une question importante qui n'a pour l'instant été étudiée. L'utilisation de la décomposition des spectres en est la première étape et une tentative de correspondance entre intensité et teneur sera proposée dans le chapitre IV.

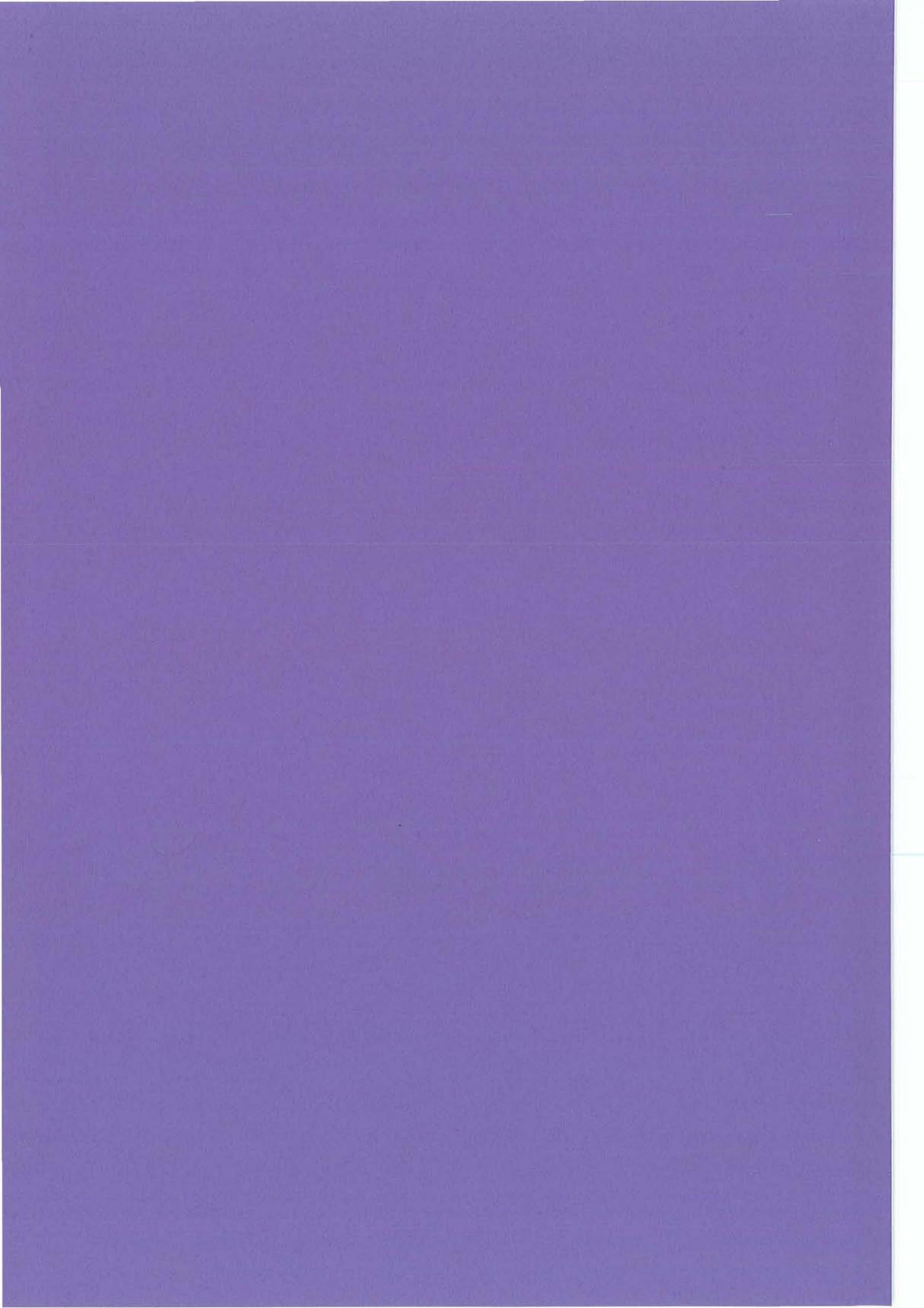
La cathodoluminescence ne permet pas néanmoins d'étudier tous les éléments et elle ne saurait remplacer les méthodes d'analyse classique. Sa résolution n'est pas très grande et la mise en évidence de détails inférieurs à la dizaine de  $\mu\text{m}$  est difficile.

---

---

*ROLE DE LA CHIMIE DES  
CRISTAUX D'APATITE SUR LA  
CINETIQUE DE CICATRISATION  
DES TRACES DE FISSION POUR  
DES EXEMPLES NATURELS*

---



## INTRODUCTION

---

La dispersion des âges obtenus sur différents grains d'un même échantillon analysé par la méthode des traces de fission est fréquente. Cette distribution est caractéristique de l'histoire thermique, de l'origine des éléments lorsqu'il s'agit de formations détritiques mais traduit également les comportements différents des cristaux d'apatite vis à vis du recuit thermique et les incertitudes de mesure.

Il est nécessaire de comprendre les mécanismes à l'origine de la variation des cinétiques de cicatrisation. En effet, cela permettrait d'obtenir des résultats plus précis dans la reconstitution de l'histoire thermique obtenue à l'aide des modèles de cicatrisation. L'étude de la chimie des cristaux d'apatite, leur teneur en Cl et F mais aussi en Mn et en terres rares, a par conséquent été entreprise.

Deux groupes d'échantillons ont été analysés par différentes méthodes permettant l'étude de la chimie des cristaux.

Le premier groupe correspond à des échantillons étudiés par l'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite : Mer du Nord, Bassin de Paris, Forage GPF de Balazuc et grains d'apatite de la bordure ardécho-cévenole. Ils sont caractérisés par des distributions d'âges traces de fission homogènes ou hétérogènes dont les origines ne sont pas connus (histoire thermique, compositions chimiques différentes ...). Ces échantillons permettront d'étudier les variations générées par le recuit naturel.

Les cinétiques d'effacement des traces de fission ont été étudiées pour un deuxième groupe d'échantillons. Ils s'agit de cristaux d'apatite d'origine variée présentant des rapports Cl/F variables pour lesquels des expériences de recuit ont été réalisées (cf. chapitre V). D'autres cristaux d'apatite dont les caractéristiques du recuit sont connues (Ben Ghouma, 1995) ont également été étudiés.

La composition chimique des échantillons a été déterminée par microsonde électronique pour les éléments majeurs, en particulier pour F et Cl et par microsonde ionique pour les terres rares. Ces deux techniques ont été utilisées car elles peuvent être réalisées sur le même support que l'analyse des traces de fission et permettent une étude ponctuelle à l'échelle du cristal.

La spectroscopie et la spectrométrie de cathodoluminescence permettent d'obtenir une vue rapide de la chimie des cristaux d'apatite et de différencier les

---

grains. La photoluminescence a été associée pour quelques échantillons car elle autorise une étude discriminante des éléments et en particulier des terres rares et représente une aide importante pour la compréhension des spectres de cathodoluminescence.

## **A. PRESENTATION DES ECHANTILLONS**

---

### **1) Echantillons de la mer du Nord**

Il s'agit de deux échantillons, X et E, prélevés respectivement dans les forages MN1 ('25/12-1') et MN2 ('30/6-15') réalisés au large de la Norvège dans le cadre d'exploration pétrolière.

L'échantillon X appartient au Callovien (Jurassique moyen). Il a été prélevé à une profondeur de 2415 mètres et la température actuelle est de 99°C. Son histoire thermique reconstituée à partir des courbes d'enfouissement se caractérise par une subsidence à taux constant jusqu'au Miocène moyen. Entre le Miocène moyen et le Plio-Quaternaire, la profondeur d'enfouissement augmente de 800 mètres correspondant à une augmentation de température d'environ 30°C pendant les 5 derniers millions d'années (Fig. IV-1).

L'échantillon E est daté du Jurassique inférieur. Il a été prélevé à une profondeur de 3337-3339 mètres et la température actuelle est de 130°C. Son histoire thermique est similaire à celle de l'échantillon X, à l'exception d'un enfouissement moins rapide durant le Plio-Quaternaire, la température augmentant de 30°C pendant les 10 derniers millions d'années.

Ces deux échantillons connaissent actuellement leur température maximale depuis leur dépôt.

---

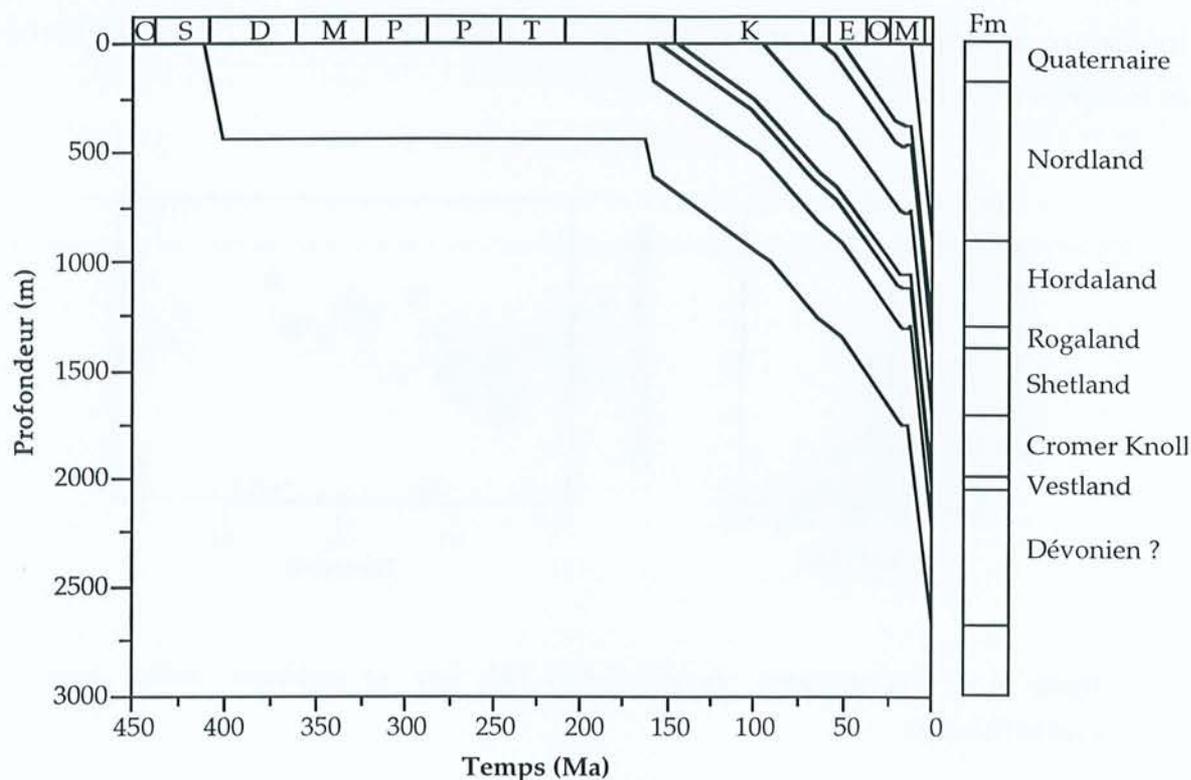


Figure IV-1 : courbe d'enfouissement pour le puits MN1 où a été collecté l'échantillon X.

### Datation traces de fission des échantillons

Les analyses ont été réalisées par Christine Vétill (Elf Aquitaine) qui a utilisé un facteur  $\zeta$  de  $392 \pm 10$  obtenu pour le dosimètre N.B.S. S.R.M. 612 et une feuille de kapton (polyamide) comme détecteur externe. Les cristaux d'apatite ont été attaqués à 0,8 M  $\text{HNO}_3$  à  $22 \pm 1^\circ\text{C}$  pendant 45 secondes. L'irradiation a eu lieu dans le canal P1 du réacteur Orphée. Les détecteurs externes ont été attaqués par de l'eau de Javel à ébullition pendant 8 minutes.

#### *Echantillon X*

Les âges traces de fission sont compris entre 0 et 141 Ma, l'âge moyen est de  $48 \pm 37$  Ma (Fig. IV-2). La feuille de calcul est donnée en annexe II. Le test du  $\chi^2$  n'est pas compatible avec une unique population d'âge ( $P(\chi^2) < 5\%$ ). Le graphique radial met en évidence la dispersion des âges avec une population d'âges très

inférieure à la moyenne caractérisée par des densités faibles de traces spontanées et induites (Fig. IV-2).

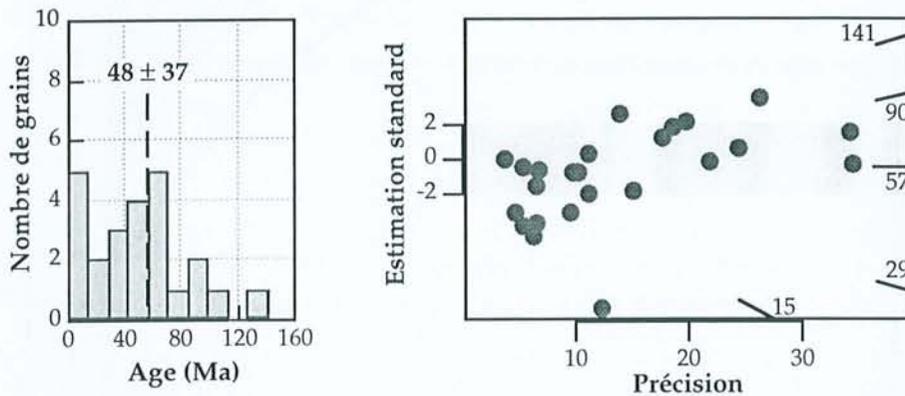


Figure IV-2 : histogramme de distribution des âges et graphique radial pour l'échantillon X.

Cette distribution des âges est similaire à celle présentée par Gleadow & Duddy (1981) dans le bassin d'Otway ; pour les échantillons ayant perdu la moitié de leurs traces, les âges traces de fission varient entre 0 et 120 Ma.

Il est possible de séparer deux populations de grains à partir de la teneur en uranium déterminée quantitativement à l'aide du rapport des densités des traces de l'échantillon et du dosimètre (Meyer, 1990). Au delà de 20 ppm, les grains les plus riches en uranium ont des âges supérieurs à 50 Ma (Fig. IV-3).

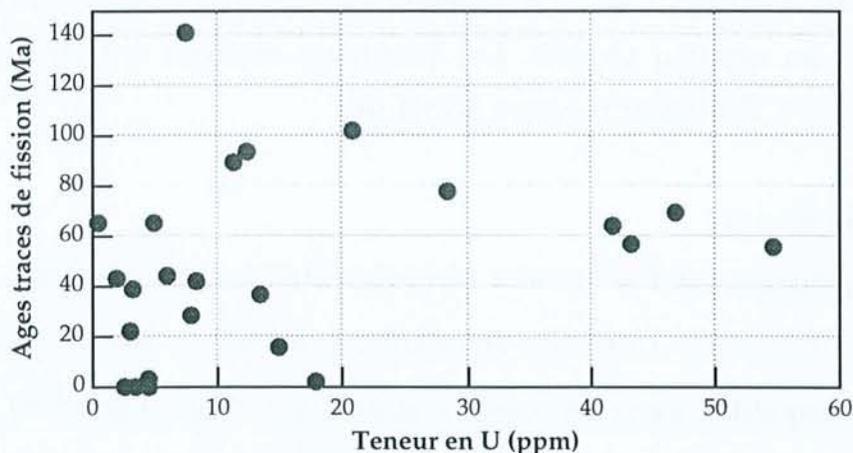


Figure IV-3 : relation entre l'âge traces de fission et la teneur en U des grains d'apatite pour l'échantillon X.

### Echantillon E

Les âges traces de fission sont compris entre 0 et 180 Ma, l'âge moyen ( $P(\chi^2) < 5\%$ ) est de  $58 \pm 51$  Ma (Fig. IV-4). La feuille de calcul est donnée en annexe II. Le nombre de traces spontanées et induites est faible dans la majorité des grains ce qui introduit une erreur importante sur la détermination de l'âge. La représentation radiale traduit ces deux éléments : une précision faible liée au petit nombre de traces et une dispersion importante autour de l'âge moyen (Fig. IV-4).

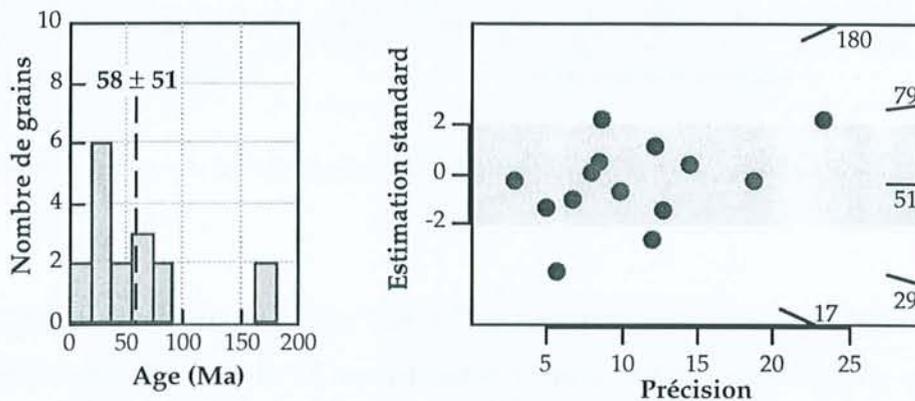


Figure IV-4 : histogramme de distribution des âges et graphique radial pour l'échantillon E.

Les échantillons de Mer du Nord sont caractérisés par l'existence de plusieurs populations d'âge de grains d'apatite. De telles variations d'âge peuvent être interprétées en terme de variation du rapport Cl/F dans les différents grains d'apatite (Green *et al.*, 1986).

### Analyse à la microsonde électronique

Une vingtaine d'analyses par microsonde électronique ont été par conséquent réalisées pour les deux échantillons. Les résultats sont présentés en annexe III. Il apparaît que tous les grains analysés ont des teneurs en Cl inférieures au seuil de détection de la microsonde électronique (0,05 atome de chlore par molécule). La teneur en F varie selon les grains entre 1 et 2 atome par molécule et par conséquent la teneur en OH varie entre 0 et 1 (Fig. IV-5).

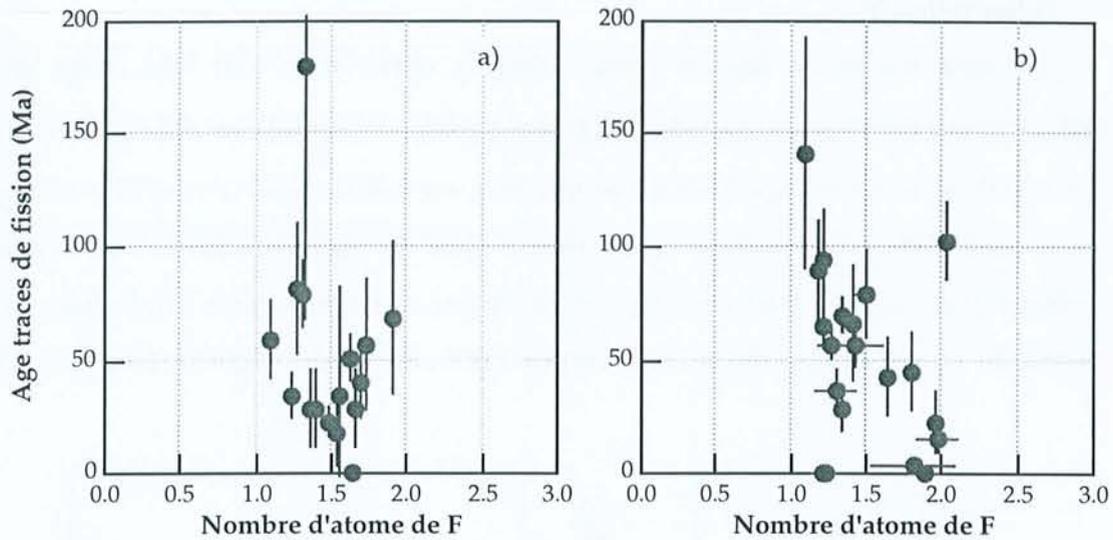


Figure IV-5 : relation entre l'âge traces de fission et la teneur en F pour les échantillon E (a) et X (b).

Les relations entre l'âge traces de fission et la teneur en F sont confuses : il n'y a pas d'évolution claire pour l'échantillon E et pour l'échantillon X, l'âge semble augmenter avec la teneur en F et donc diminuer avec la teneur en OH. Mais ce contrôle des ions OH est difficile à envisager car Crowley *et al.* (1990) ont montré que les OH-apatites sont moins résistantes au recuit que les F-apatites.

La distribution des âges ne peut pas ainsi être interprétée en terme de variation du rapport Cl/F. Deux alternatives peuvent être proposées : les différentes populations correspondent à des origines variées ou la présence d'autres éléments en substitution peut jouer dans la cinétique de cicatrisation des traces. L'étude des terres rares permettra de répondre à ces deux questions car les spectres de terres rares permettent de rendre compte des différentes sources d'apport (Fleischer & Altschuler, 1986) et les teneurs en terres rares pourront être comparées aux âges traces de fission.

#### Analyse à la microsonde ionique

Quelques grains d'apatite des échantillons E (grains f5 et h4) et X (grains a1, a9, e3 et e11), représentatifs des écarts d'âge, ont été analysés par microsonde ionique. Les spectres de terres rares sont présentés dans la figure IV-6 ; les résultats

complets sont donnés en annexe IV. Tous les grains, à l'exception de f5 et e3 moins riches en terres rares, présentent un enrichissement en terres rares lourdes ainsi qu'une anomalie négative en Eu plus ou moins marquée. Certaines terres rares (Tb et Lu) sont mal dosées pour l'ensemble des grains comme le montrent les spectres de terres rares irréguliers. Par contre, il est difficile de se prononcer pour les anomalies en Ce.

Fleischer & Altschuler (1986) proposent d'utiliser la distribution des terres rares dans les cristaux d'apatite comme un guide de leur provenance. Ils étudient la composition des terres rares et de Y en pourcentage atomique de cristaux d'apatite issus d'environnements divers et variés. Il apparaît une relation linéaire positive dans le diagramme La/Nd en fonction de  $\Sigma = \text{La} + \text{Ce} + \text{Pr}$  et négative dans le diagramme  $100\text{Y}/(\text{Y} + \Sigma\text{TR})$  en fonction de  $\Sigma$  à l'exception des cristaux provenant de phosphorites. Ainsi, il est possible de reconnaître les cristaux d'apatite issus de carbonatite, de roches ultramafiques ou alcalines par rapport à ceux provenant de granite, de granodiorite ou de gneiss. Les cristaux d'apatite des phosphorites sont caractérisés par un déficit en Ce ( $\text{Ce}/\text{La} < 2$ ) et par un enrichissement en Y et en terres rares lourdes (Er-Lu), éléments qui caractérisent la signature de l'origine marine.

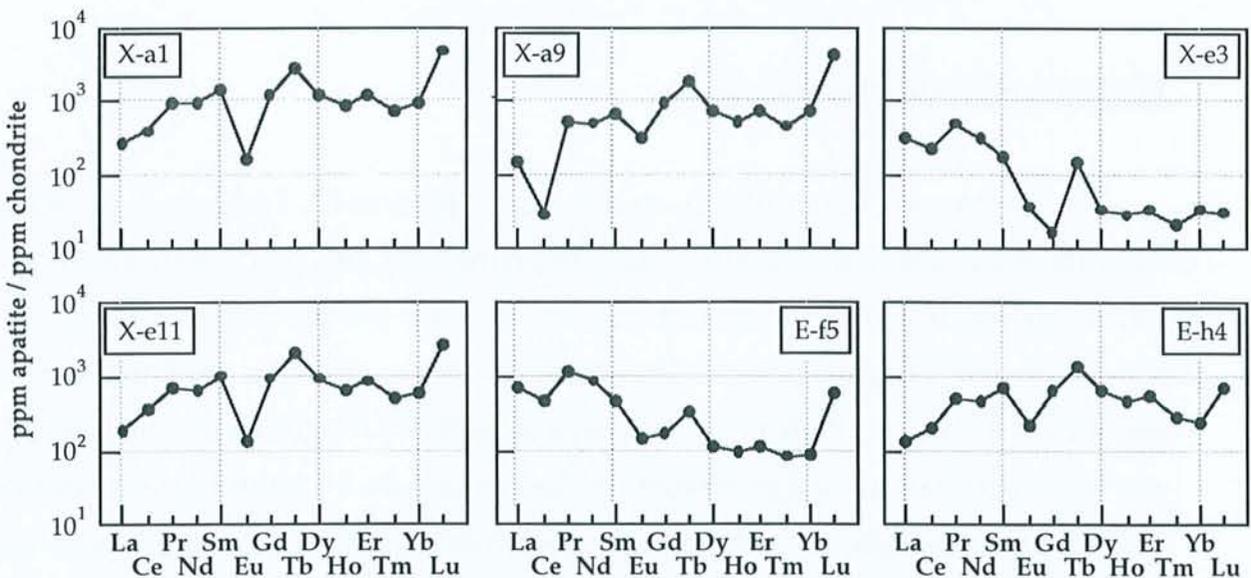


Figure IV-6 : spectres des terres rares des grains a1, a9, e3 et e11 de l'échantillon X et f5 et h4 de l'échantillon E.

La représentation des différents points dans les diagrammes définis par Fleischer & Altschuler (1986) permet d'individualiser les deux populations de grains : les grains e3 et f5 et les autres grains (Fig. IV-7). Il apparaît ainsi que le grain présentant l'âge le plus petit pour chacun des échantillons possède une signature des terres rares différente des autres grains (e3 :  $15 \pm 7$ , a1 :  $56 \pm 7$ , e11 :  $70 \pm 9$  et a9 :  $103 \pm 18$  Ma ; f5 :  $22 \pm 5$  et h4 :  $79 \pm 15$  Ma). Ces deux populations de grains ont été observées par cathodoluminescence pour essayer de les distinguer. La cathodoluminescence fournit en effet des informations sur la distribution de certaines terres rares.

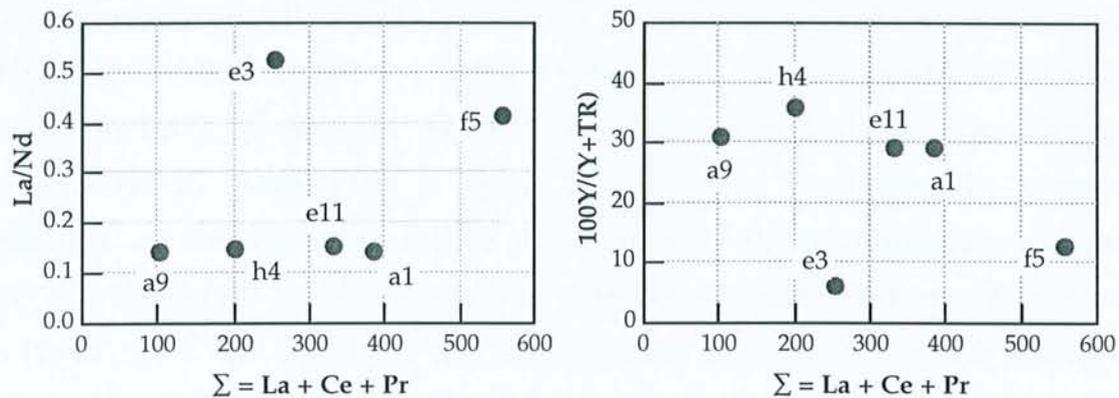


Figure IV-7 : représentation de la distribution des terres rares pour les échantillons de la mer du Nord dans les diagrammes de Fleischer & Altschuler (1986).

### Etude par cathodoluminescence

Les grains de l'échantillon X étudiés sur la platine CL Technosyn présentent des luminescences très variables : certains grains sont très peu luminescents avec une luminescence marron et sont mis en évidence par les bords ou les fractures les traversant qui apparaissent plus luminescents ; d'autres sont jaune-vert à jaune franc (Photo 1 ; Planche IV-1). Ces deux groupes de grains ne correspondent pas à des populations d'âge différentes. Les grains de l'échantillon E présentent une luminescence plus homogène avec seulement quelques grains marrons et les autres variant du jaune-vert au jaune franc (Photo 2 ; Planche IV-1).

La relation entre les spectres de terres rares et les images de cathodoluminescence n'est pas très bonne car le grain e3 qui possède un spectre de

terres rares différent des autres grains montre la même couleur que les autres grains.

Il n'y a pas de variation systématique de l'intensité de la luminescence ou de la couleur en fonction de l'âge traces de fission pour ces deux échantillons.

L'image obtenue par spectroscopie de cathodoluminescence traduit principalement la présence de  $Mn^{2+}$  comme activateur de la luminescence jaune. Cette activation masque le signal des terres rares et ne permet pas de corrélérer spectres de terres rares et images de CL. De plus,  $Mn^{2+}$  n'apparaît pas lié à l'âge traces de fission des grains.

### *Spectrométrie de cathodoluminescence*

Neuf grains de l'échantillon X ont été analysés par spectrométrie de cathodoluminescence. Les spectres des différents grains sont présentés dans la figure IV-8.

Tous les grains ont été analysés lors d'une seule séance dans les mêmes conditions. Les conditions d'analyse sont une tension de 25 kV, une intensité spot 5, une tension du PMT de 83%, une ouverture des fenêtres d'entrée et de sortie de 1 mm, une plage d'analyse carrée d'environ  $37 \mu m$  de côté et un temps d'acquisition de 200 ms par longueur d'onde. Les spectres ont été acquis dans l'intervalle compris entre 280 et 500 nm.

Les spectres sont composés de trois bandes d'intensité variable : les bandes de  $Gd^{3+}$  (3,96 eV ; 313 nm) et de  $Dy^{3+}$  (2,57 eV ; 482 nm) et une large bande comprise entre 3,87 et 3 eV (320 et 413 nm) formée manifestement par plusieurs bandes. La bande relative au  $Dy^{3+}$  est pour certains grains très petite ou absente. Les rapports d'intensité entre les différentes bandes sont variables.

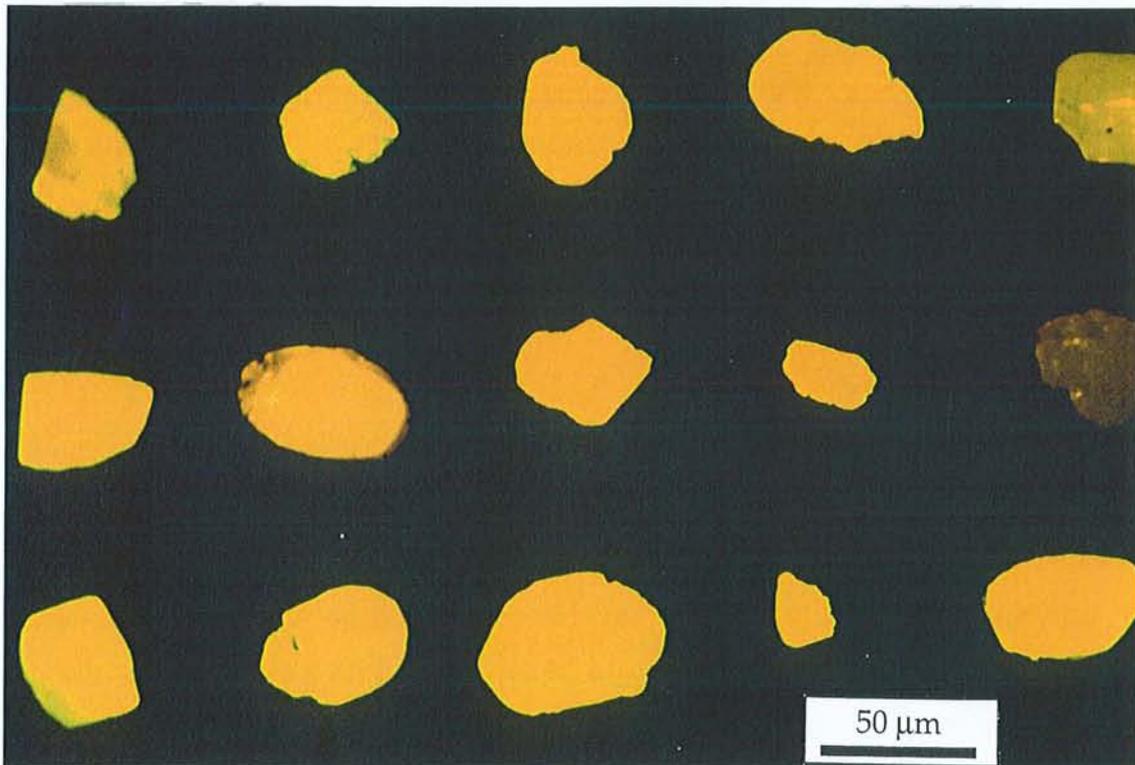
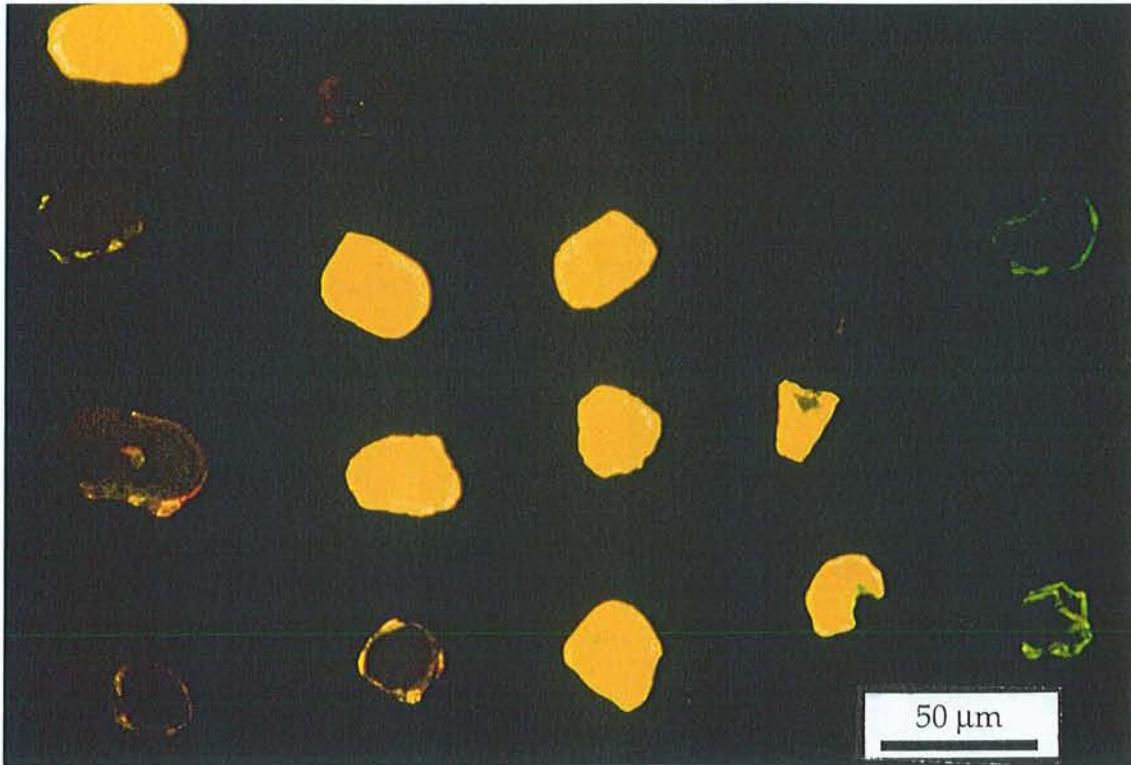
Les spectres ont été décomposés en gaussiennes afin de déterminer les aires de chacune des bandes et de résoudre l'architecture de la bande UV. Les spectres décomposés sont présentés en annexe V et le tableau IV-1 présente les aires des différentes bandes décomposées.

### Planche IV-1

Photo IV-1 : cristaux d'apatite de l'échantillon X de la Mer du Nord observés sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). Les grains sont disposés en 4 lignes (de b jusqu'à e) et 5 colonnes (de 9 jusqu'à 5). Des grains de couleur marron (c9, d9, e9, ...) et ou jaune vif (c8, d8, c7, d7, ...) ne sont pas corrélés à l'âge traces de fission : par exemple, le grain c5 ( $64 \pm 11$  Ma) est de couleur marron tandis que le grain e6 ( $94 \pm 22$  Ma) est de couleur jaune.

Photo IV-2 : cristaux d'apatite de l'échantillon E de la Mer du Nord observés sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). Les grains sont disposés selon 3 lignes (de h à j) et de 5 colonnes (de 10 à 6). Les couleurs varient entre le jaune-vert et le jaune franc traduisant l'activation par le  $Mn^{2+}$ . Il n'y a pas de relation avec l'âge TF des grains.

---



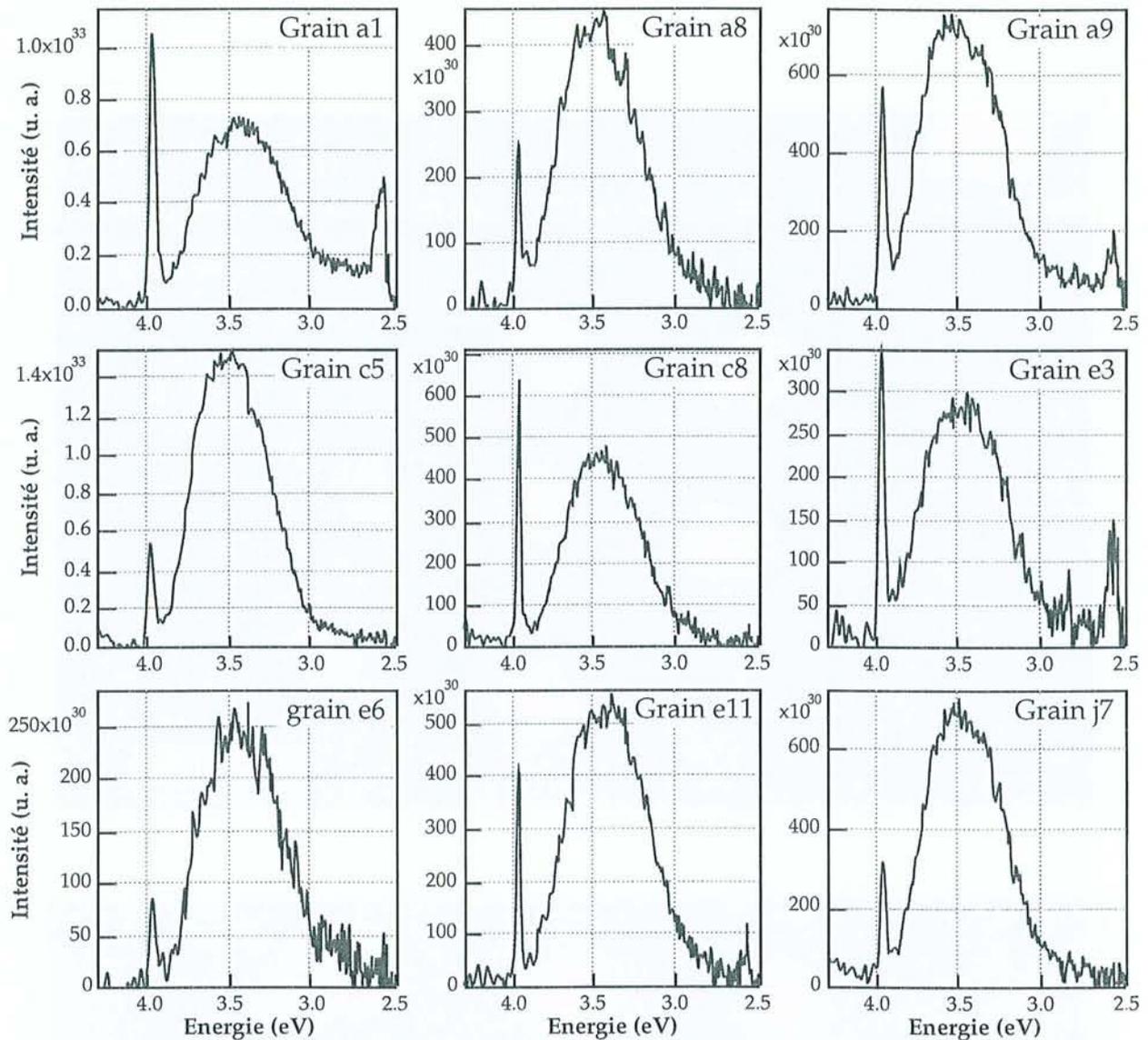


Figure IV-8 : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon X de la mer du Nord. Les spectres sont composés par l'association des bandes de  $Gd^{3+}$  (3,96 eV),  $Dy^{3+}$  (2,57 eV) et de la bande UV.

La large bande est constituée de trois bandes dont les énergies varient entre 3,50-3,65 eV, 3,23-3,41 eV et 2,72-3,09 eV selon les grains. Les rapports d'aire et d'intensité entre ces différentes bandes sont variables. Cette variabilité peut 1) avoir une signification physique et exprimer la variation des différents centres luminescents à l'origine de ces bandes ou 2) un artefact lié à la variation de leurs positions qui n'est pas connue ; ces positions peuvent être difficilement fixées lors de la décomposition sans introduire un biais. Le grain e8 présente de plus une petite bande centrée à 3,43 eV.

Tableau IV-1 : résultats de la décomposition en gaussiennes des bandes de cathodoluminescence des spectres de l'échantillons X.

Grains	Gd <sup>3+</sup>	Bande à 3,6 eV		Bande à 3,3 eV		Dy <sup>3+</sup>
	Aire e+31	Centre (eV)	Aire e+32	Centre (eV)	Aire e+32	Aire e+31
a1	3,93	3,57	1,81	3,30	2,97	3,02
a8	0,920	3,56	1,72	3,27	0,531	-
a9	2,10	3,63	2,02	3,35	2,21	0,898
c5	2,04	3,65	2,39	3,41	5,65	-
c8	2,22	3,50	1,96	3,23	0,516	-
e3	1,18	3,55	1,28	3,25	0,483	1,03
e6	0,277	3,64	0,247	3,37	1,26	0,166
e11	1,38	3,54	1,85	3,26	1,12	0,342
j7	1,14	3,62	1,69	3,35	2,29	-

Les aires des bandes sont indiquées dans une unité arbitraire. La bande située entre 2,72 et 3,09 eV n'est pas présentée car les résultats ne sont pas suffisamment précis.

La plupart des spectres présentent un petit pic à 3,95-3,90 eV. Il pourrait s'agir de l'Er<sup>3+</sup> qui possède une bande à 3,88 eV et qui est présent en quantités importantes pour certains grains étudiés par microsonde ionique (jusqu'à 192 ppm ; annexe IV). Dans cette hypothèse, l'aire de la bande du Dy<sup>3+</sup> est surestimée car l'Er<sup>3+</sup> possède également une bande à 2,63 eV.

La relation entre la luminescence et l'âge TF est présentée dans le chapitre IV-C-2. Il apparaît que le grain le plus jeune est associé à une aire de la bande UV plus petite que pour les autres grains (le grain f5 n'a pas été analysé par spectrométrie de CL).

## 2) Echantillons du bassin de Paris

Trois échantillons de grès du Keuper issus du forage VAX 101 situé au Sud du bassin de Paris ont été étudiés. Ils ont été prélevés respectivement à 2134 (échantillon 1), 2110 (échantillon 2) et 2104 (échantillon 3) mètres de profondeur. La température actuelle à 2104 mètres de profondeur est de 90°C (température test).

Le bassin de Paris est un bassin intracratonique initié au Trias à la suite du rifting continental affectant l'Ouest européen et caractérisé par la mise en place au

cours du Mésozoïque de plusieurs cycles transgressifs-régressifs (Mégnyen *et al.*, 1980 ; Curnelle & Dubois, 1986). Au Permien, le bassin est initié par des distorsions dans le socle formant des dépressions comblées le matériel issu de l'érosion des reliefs hercyniens. Au Trias, il correspond à un sillon faiblement subsident orienté ENE-WSW rattaché au domaine germanique suabe. L'amincissement crustal cesse et la subsidence devient thermique et gravitaire. La mise en eau du bassin au Lias inférieur est rapide (10 Ma) créant un domaine marin ouvert progressant rapidement d'Est en Ouest. Le cycle suivant (Lias supérieur - Dogger) est caractérisé par des dépôts de faciès marneux, oolithique et récifaux. A la fin du cycle suivant (Oxfordien - Portlandien), la communication avec le domaine suabe s'interrompt suite à la remontée du bâti vosgien. Le bassin se transforme alors en une zone déprimée faiblement subsidente caractérisée par des séquences régressives. Au Crétacé inférieur, le bassin est un large golfe faiblement subsident dépendant du domaine alpin avec des dépôts margino-littoraux détritiques et carbonatés. Le Crétacé moyen correspond à une pulsation eustatique générale transgressive-régressive avec des dépôts argilo-silteux. Le dernier cycle transgressif-régressif (Crétacé supérieur) est marqué par une compression globalement Nord-Sud de l'ensemble Ouest européen et correspond à des dépôts argilo-crayeux de plateforme associés à une connexion à la Mesogée par le seuil du Poitou. Au Tertiaire, la sédimentation devient continentale.

L'étude des inclusions fluides (Guilhaumou & Gaulier, 1991 ; Guilhaumou, 1993 ; Walgenwitz & Worden, 1993 ; Demars & Pagel, 1994), de la fraction argileuse (Mossman *et al.*, 1992) et de la matière organique (Tissot *et al.*, 1987 ; Walgenwitz & Worden, 1993) indique que des températures supérieures aux températures actuelles ont existé dans le bassin. Ces températures plus élevées peuvent être expliquées par un effet d'écran lié aux dépôts de craie (Guilhaumou & Gaulier, 1991) et à un enfouissement plus important associé à l'érosion de 400-500 mètres de craie (Demars, 1994). Pour le forage VAX 101, les températures d'homogénéisation des inclusions fluides dans la dolomite sont de  $106 \pm 13^{\circ}\text{C}$  (93-137°C) (puits B7 ; Demars & Pagel, 1994).

---

### Datation traces de fission

Les datations ont été réalisées par C. Vétil (Elf Aquitaine). Les conditions d'analyse sont identiques à celles des échantillons de mer du Nord.

Les âges moyens sont respectivement de  $12,1 \pm 4,8$ ,  $15,4 \pm 6,2$  et  $20,1 \pm 6,1$  Ma pour les échantillons 1, 2 et 3 (Fig. IV-9). Les résultats complets sont présentés en annexe II.

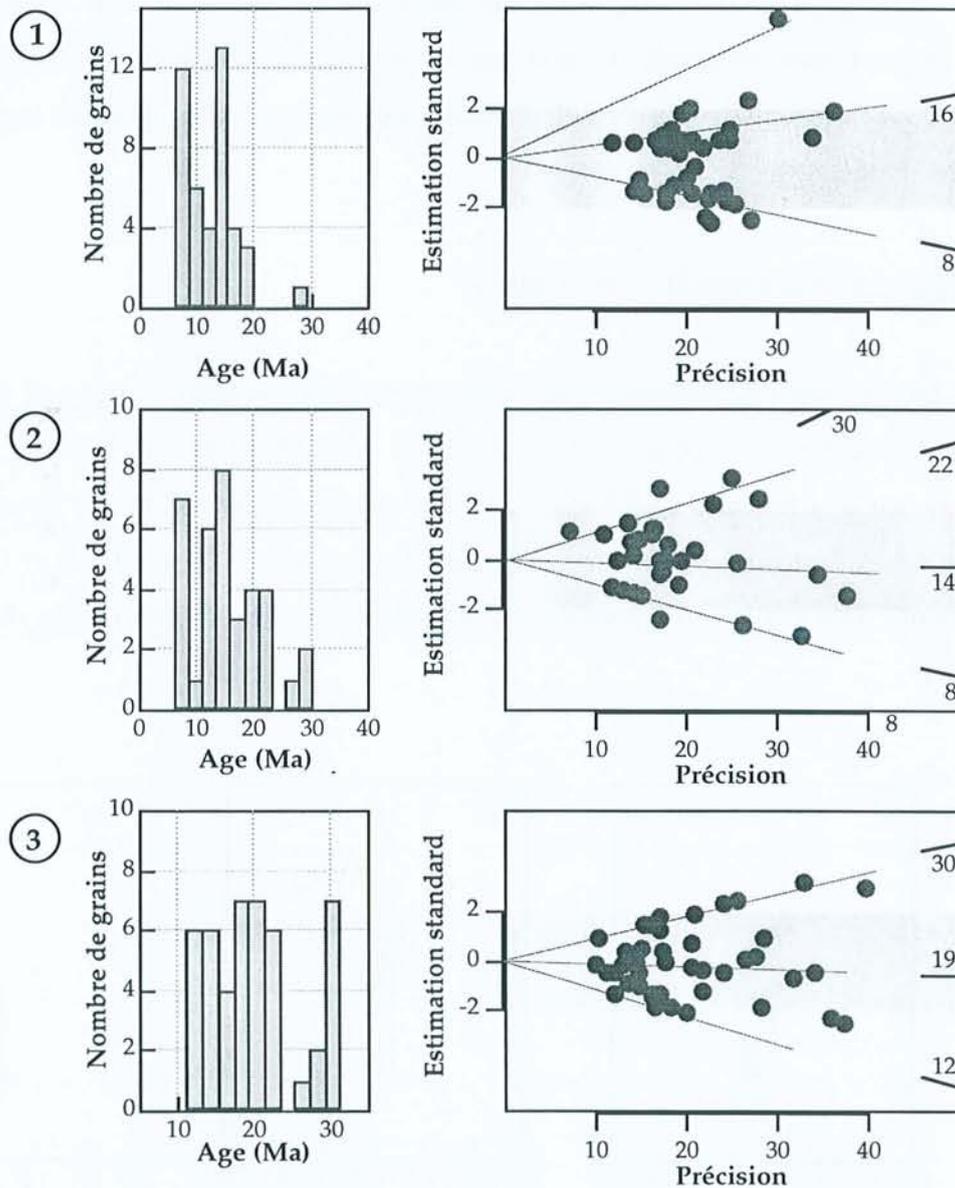


Figure IV-9 : histogrammes de distribution des âges et graphiques radiaux des échantillons 1, 2 et 3 du bassin de Paris.

La statistique du  $\chi^2$  indique que les échantillons ne sont pas composés par une population unique de grains ( $P(\chi^2) < 5$ ). Les représentations radiales montrent clairement trois populations pour les trois échantillons (Fig. IV-9).

La faible densité des traces ne permet pas d'utiliser les traces confinées. Les longueurs moyennes des traces de surface pour les échantillons 1, 2 et 3 sont respectivement  $4,50 \pm 0,8$ ,  $4,33 \pm 0,8$  et  $4,38 \pm 0,7 \mu\text{m}$ .

Trois populations de grains, respectivement situés autour de 8, 15 et 25 Ma, sont donc mises en évidence par l'analyse traces de fission. Ces échantillons ont été analysés par microsondes électronique et ionique pour étudier la chimie de ces grains.

#### Analyse à la microsonde électronique

Des grains représentatifs des différentes populations d'âge ont été analysés à la microsonde électronique. Les résultats sont donnés en annexe III. Tous les grains ont des teneurs en Cl inférieures au seuil de détection. La teneur en F varie entre 1,3 et 2 atomes de F par molécule et la teneur en OH entre 0 et 0,7 atome par molécule. Il n'y a pas de relation entre la teneur en F et l'âge traces de fission (Fig. IV-10).

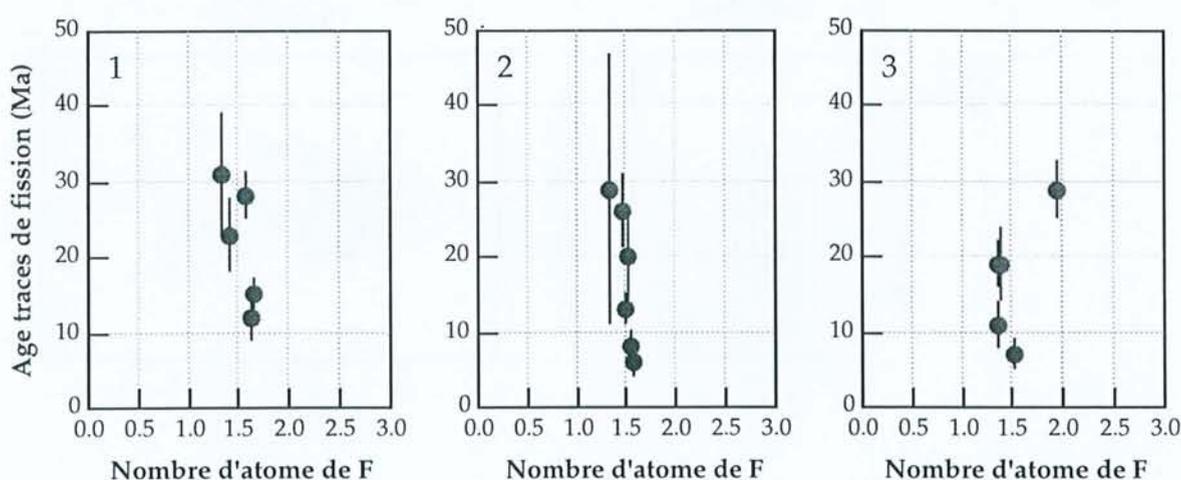


Figure IV-10 : relation entre l'âge déterminé par les traces de fission et la teneur en F (nombre d'atomes) pour les échantillons 1, 2 et 3 du bassin de Paris.

La teneur en chlore/fluor des grains étudiés ne peut pas être proposée pour expliquer l'existence des trois populations d'âges traces de fission.

### Analyse à la microsonde ionique

Trois grains de l'échantillon 2 et douze grains de l'échantillon 3 représentatifs des différences d'âge ont été analysés par microsonde ionique. Les spectres de terres rares sont présentés dans les figures IV-11 et IV-12 ; les résultats complets sont donnés en annexe IV. Les spectres des grains de l'échantillon 2 sont caractérisés par un léger enrichissement en terres rares lourdes. Les spectres de l'échantillon 3 sont caractérisés par un appauvrissement en terres rares lourdes, faible pour les grains a7, c2, d3, e2 et g4, plus important pour les grains b4, f3, f5, i4, i7 et i8 et très important pour le grain g7.

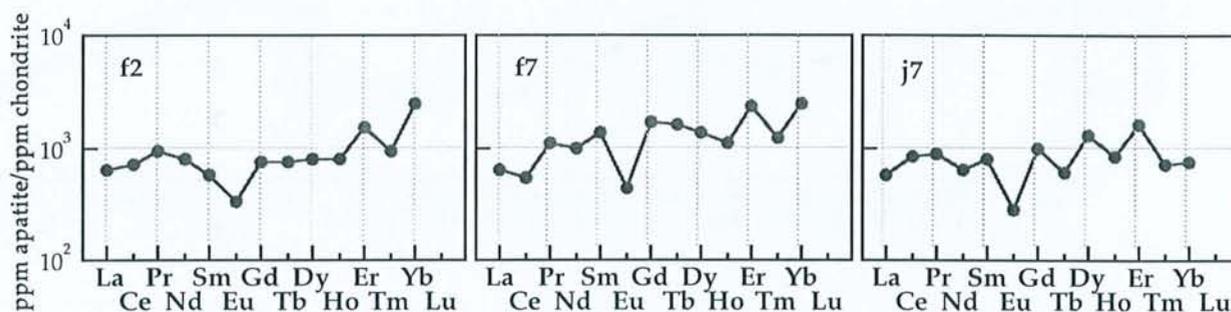


Figure IV-11 : spectres des terres rares déterminés à la microsonde ionique pour trois grains de l'échantillon 2 du bassin de Paris.

Dans les représentations proposées par Fleischer & Altschuler (1986), il n'est pas possible d'isoler des populations à signature de terres rares très différente (Fig. IV-13). Seul le grain g7 est caractérisé par une distribution des terres rares particulière qui apparaissait déjà à l'examen de son profil de terres rares (Fig. IV-12).

Tous les grains à l'exception du grain g7 présentent des spectres de terres rares similaires et des signatures équivalentes. L'existence des trois populations n'apparaît ainsi pas liée à la provenance des cristaux sur la base de l'analyse de leurs teneurs en terres rares.

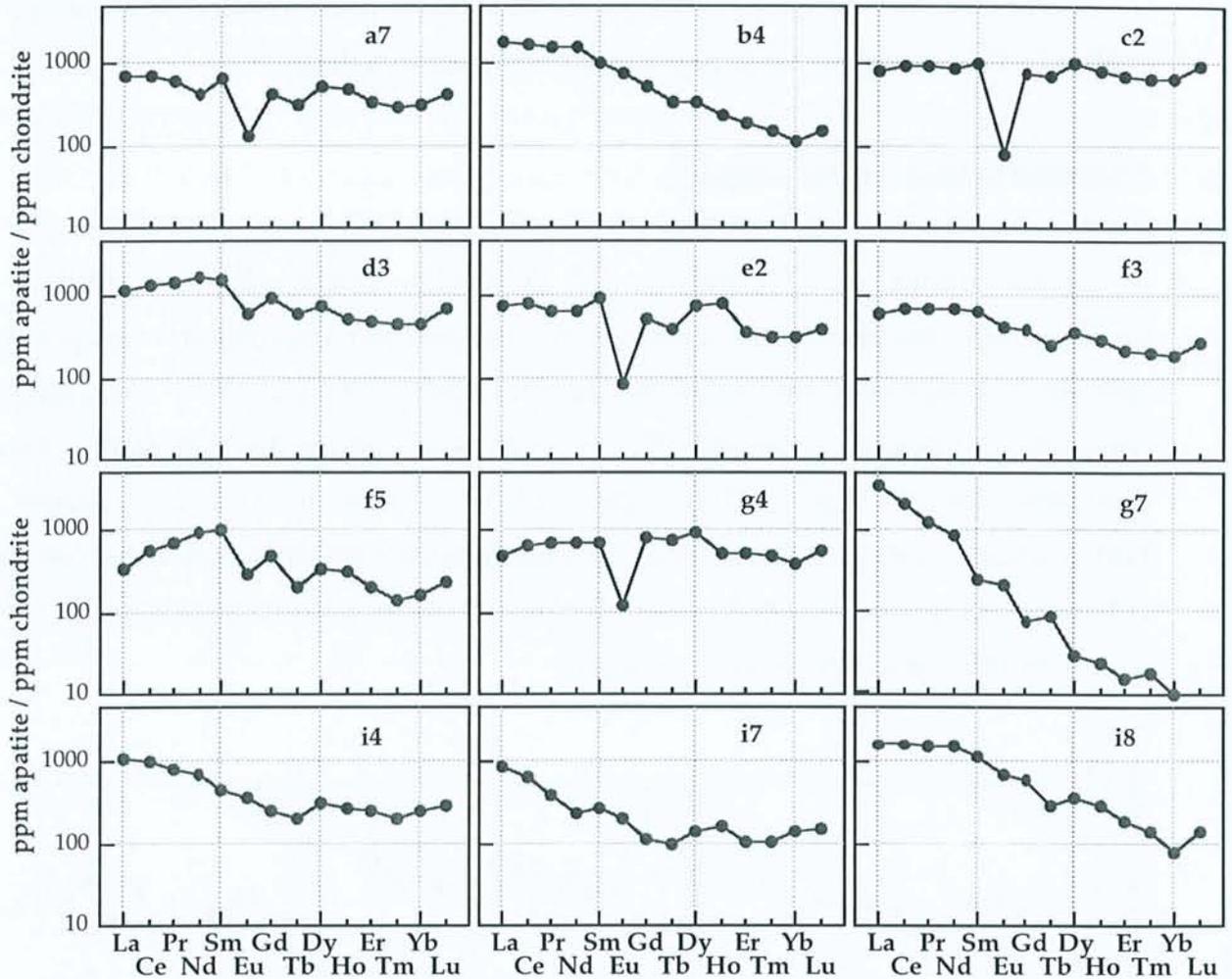


Figure IV-12 : spectres des terres rares déterminés à la microsonde ionique pour des grains d'apatite de l'échantillon 3 du bassin de Paris.

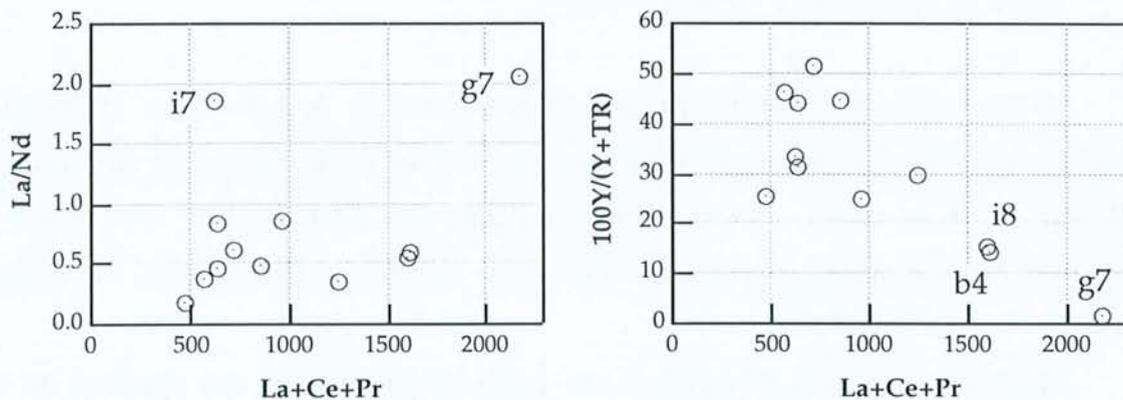


Figure IV-13 : représentation de la distribution des terres rares dans les grains d'apatite de l'échantillon 3 du bassin de Paris dans les diagrammes de Fleischer & Altschuler (1986).

### Etude par cathodoluminescence

Les échantillons 1, 2 et 3 ont été étudiés par spectroscopie et spectrométrie de cathodoluminescence.

La luminescence des grains d'apatite observés sur la platine CL Technosyn est variable pour les trois échantillons. Les grains peuvent être peu luminescents caractérisés par une luminescence marron (les grains sont individualisés grâce aux bordures plus jaunes), ou jaune vert à jaune vif. Les photos 3, 4 et 5 (planches IV-2 et IV-3) présentent plusieurs exemples de ces variations. Certains grains présentent une zonalité très marquée qui évoque des zonations de croissance (Photo 6 ; Planche IV-3).

Les trois grains b4, g7 et i8 de l'échantillon 3, qui possèdent des spectres de terres appauvris en terres rares lourdes, montrent une couleur très sombre tandis que les autres grains analysés à la microsonde ionique ont une couleur jaune. Il existe par conséquent un lien net entre la luminescence et la teneur en terres rares des cristaux d'apatite.

Pour l'échantillon 1, les grains les plus sombres sont associés aux âges les plus petits tandis que pour l'échantillon 2, les grains les plus sombres sont corrélés aux âges les plus grands. Il n'y a pas de lien systématique entre luminescence et âge TF pour l'échantillon 3. Mais une définition plus précise de ces relations est difficile car il est nécessaire de tenir compte de l'erreur sur l'âge et la différence entre un grain jaune clair et un grain jaune-marron est difficilement quantifiable.

### *Spectrométrie de cathodoluminescence*

Les spectres des échantillons du bassin de Paris ont été déterminés pour la plus grande partie à l'aide du système décrit au chapitre précédent mais aussi sur l'installation de cathodoluminescence mise au point par Philippe Blanc (Blanc *et al.*, 1994). Cette installation comprend un microscope électronique à balayage JEOL JSM 840 A et un système de CL constitué d'un miroir parabolique, d'un spectromètre à réseau Jobin-Yvon H.10.UV et d'un photomultiplicateur Hamamatsu R636 AsGa. Les spectres ne sont pas corrigés de la réponse instrumentale mais l'efficacité quantique est huit fois plus grande dans le bleu

---

que dans le rouge. Les conditions d'analyse pour ce système sont une tension de 25 kV et un courant de  $10^{-8}$  A.

Quelques grains ont été analysés entre 1,77 et 4,43 eV (280-700 nm) mais le domaine compris entre 2,5 et 4 eV (300-500 nm) qui présente les variations les plus importantes entre les grains a été plus particulièrement étudié. Les conditions d'analyse sont une tension de 25 kV, une intensité spot 5 pour les échantillons 1, 2 et 3 et spot 7 pour l'échantillon 3, une tension du PMT de 83%, une ouverture des fenêtres d'entrée et de sortie de 1 mm, une plage d'analyse carrée d'environ  $37 \mu\text{m}$  de côté et un temps d'acquisition de 200 ms.

Les spectres sont composés par deux bandes principales centrées respectivement à 3,54 eV (350 nm) et 2,21 eV (560 nm). La bande UV est centrée entre 3,54 eV (350 nm) et 3,26 eV (380 nm) ; les bandes étroites de  $\text{Gd}^{3+}$  (3,96 eV ; 313 nm) et de  $\text{Dy}^{3+}$  (2,57 eV ; 482 nm) se superposent à cette bande pour certains grains. Les spectres des grains représentatifs des variations d'âge sont présentés dans les figures IV-14 à IV-19.

---

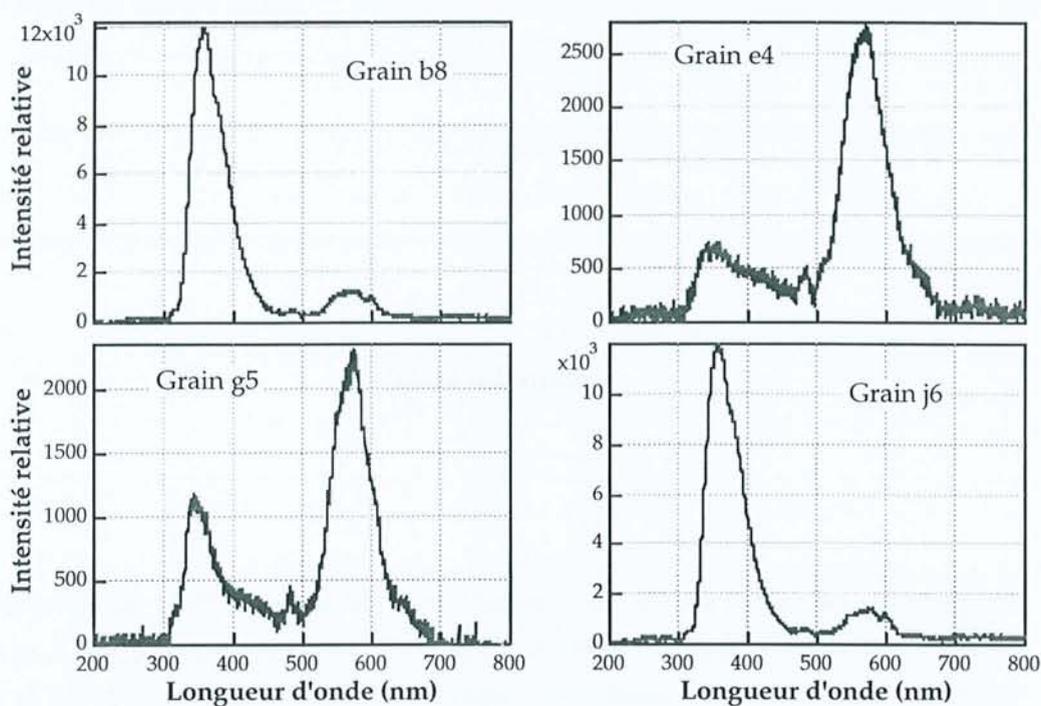


Figure IV-14 : Spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 1 du bassin de Paris. Ces spectres ont été acquis sur l'appareil de Philippe Blanc et ne sont pas corrigés de la réponse instrumentale de l'appareil.

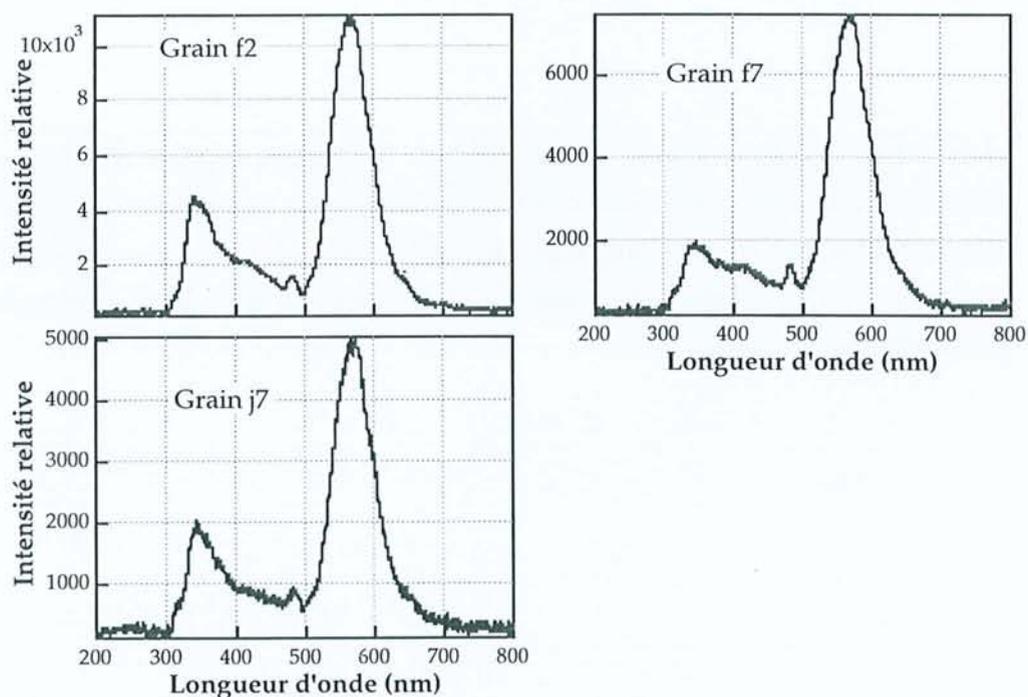
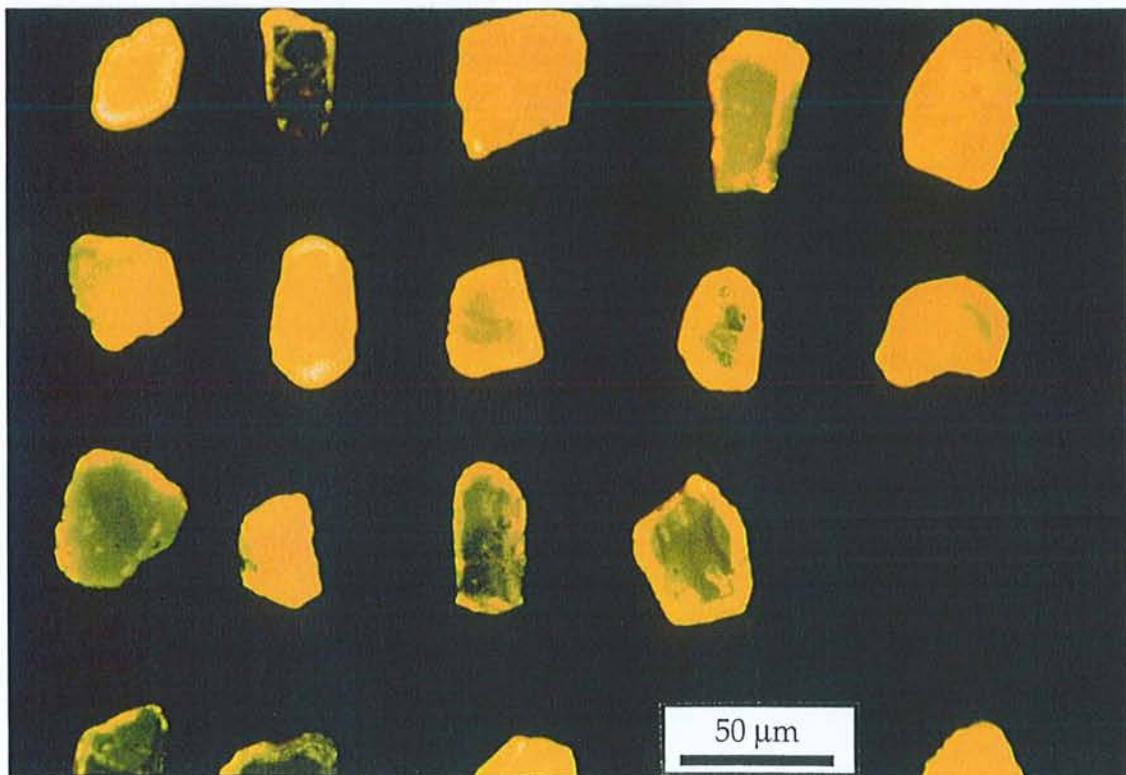
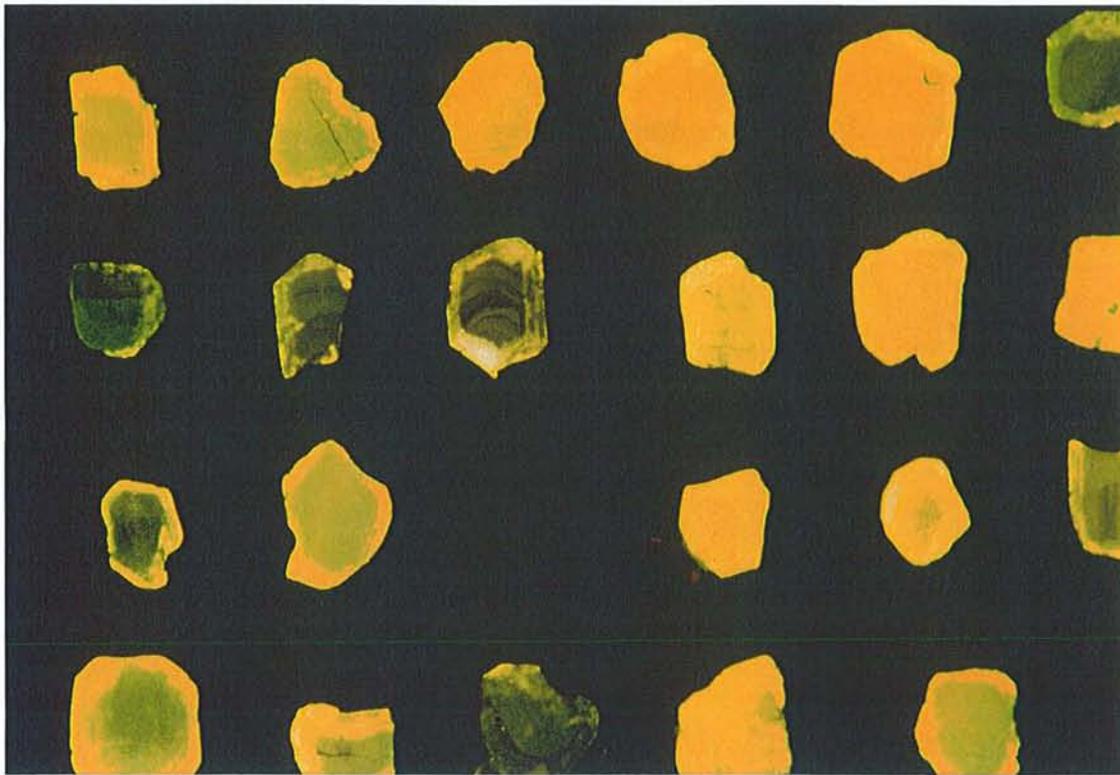


Figure IV-15 : Spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 2 du bassin de Paris. Ces spectres ont été acquis sur l'appareil de Philippe Blanc et ne sont pas corrigés de la réponse instrumentale de l'appareil.

## Planche IV-2

Photo IV-3 : cristaux d'apatite de l'échantillon 1 du bassin de Paris observés sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). Cette vue présente 4 lignes (de 1 à 4) et 6 colonnes (de a à f). Pour l'ensemble de la préparation, les grains dont l'âge TF est le plus petit (par exemple a2 :  $7,9 \pm 1,9$  Ma) ont une luminescence marron tandis que les grains dont l'âge TF est grand montrent une luminescence jaune vif (par exemple, a4 :  $15,4 \pm 3,1$  Ma). Cependant, certains grains ne s'associent pas à cette relation : par exemple, le grain d2 ( $6,7 \pm 2,9$  Ma) a une luminescence jaune.

Photo IV-4 : cristaux d'apatite de l'échantillon 2 du bassin de Paris observés sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). Cette vue présente en totalité 3 lignes (de 2 à 4) et 4 colonnes (de f à j). Les grains dont l'âge TF est petit ont une couleur jaune vif (f2 :  $6,1 \pm 2,4$  et g3 :  $7,9 \pm 3,5$  Ma) et les grains dont l'âge TF est plus élevé ont une luminescence plus sombre (par exemple g2).

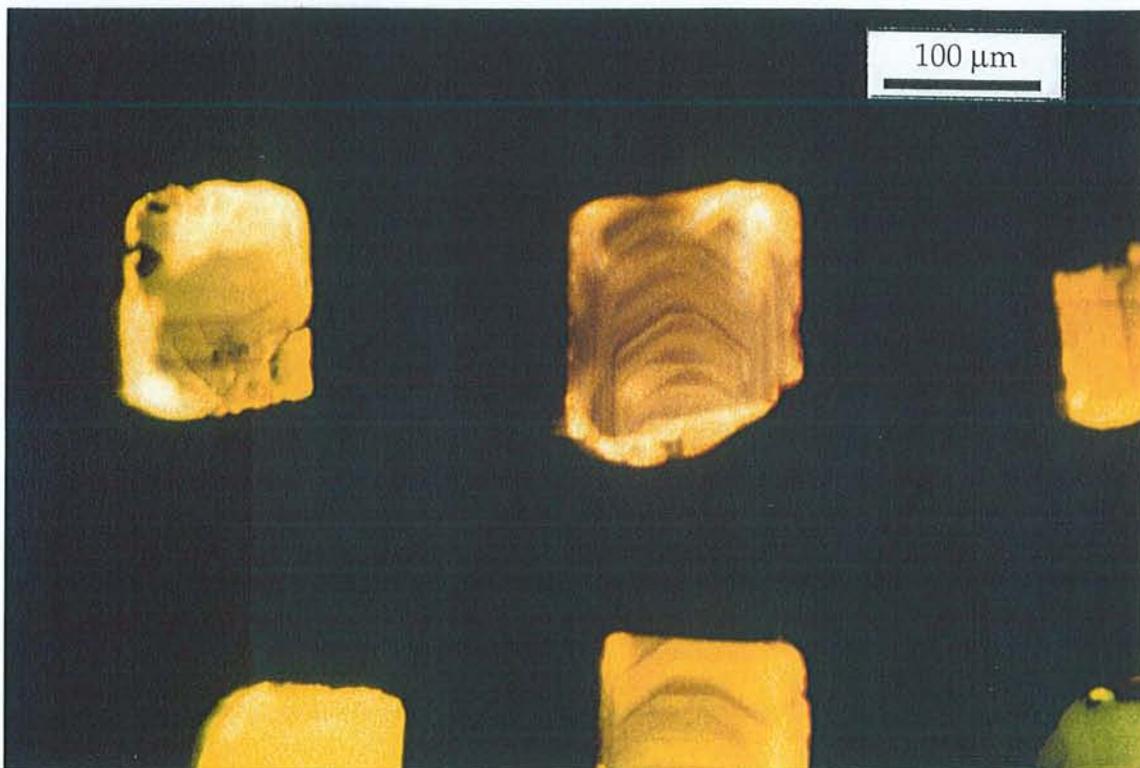
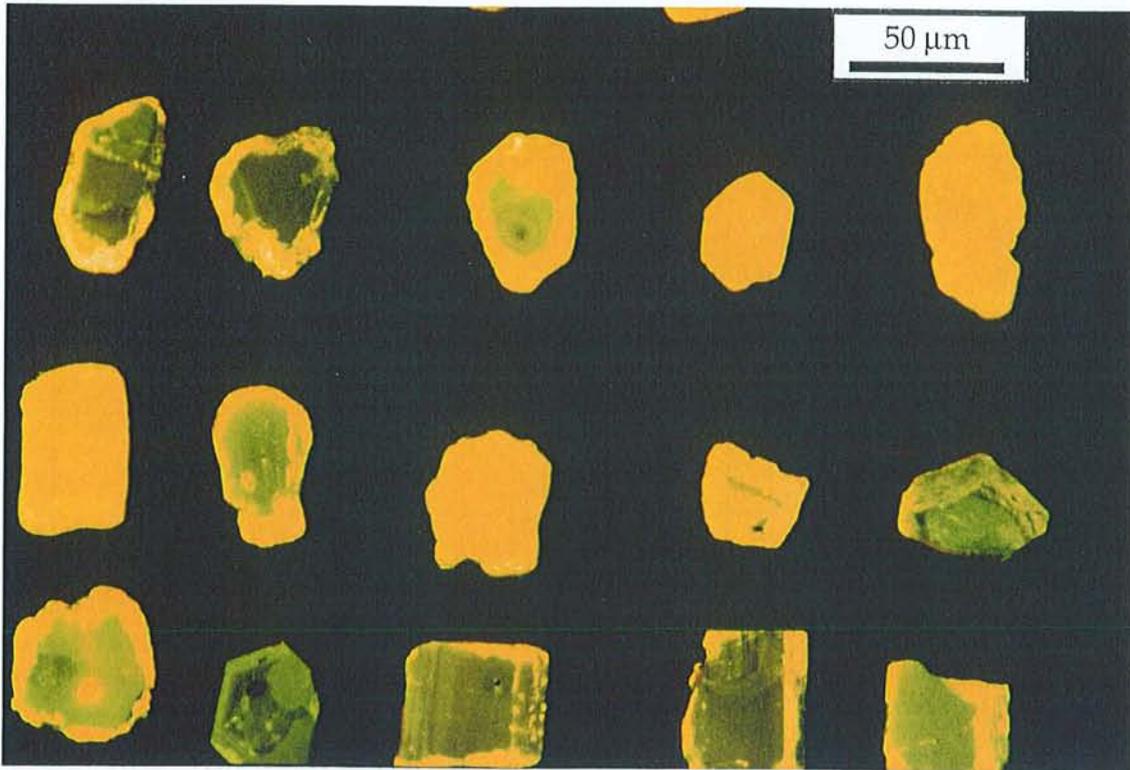


### Planche IV-3

Photo IV-5 : cristaux d'apatite de l'échantillon 2 du bassin de Paris observés sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). Vue de 3 lignes ( 5, 6 et 7 en partie) et 5 colonnes (f à j). Les grains dont l'âge est élevé ont une luminescence faible (g5 :  $30,2 \pm 7,5$  Ma).

Photo IV-6 : cristal d'apatite de l'échantillon 1 du bassin de Paris observé sur la platine CL Technosyn (grossissement x50). La structure interne du grain est mise en évidence par la CL avec la succession de bandes de couleur différente qui évoque une zonalité de croissance.

---



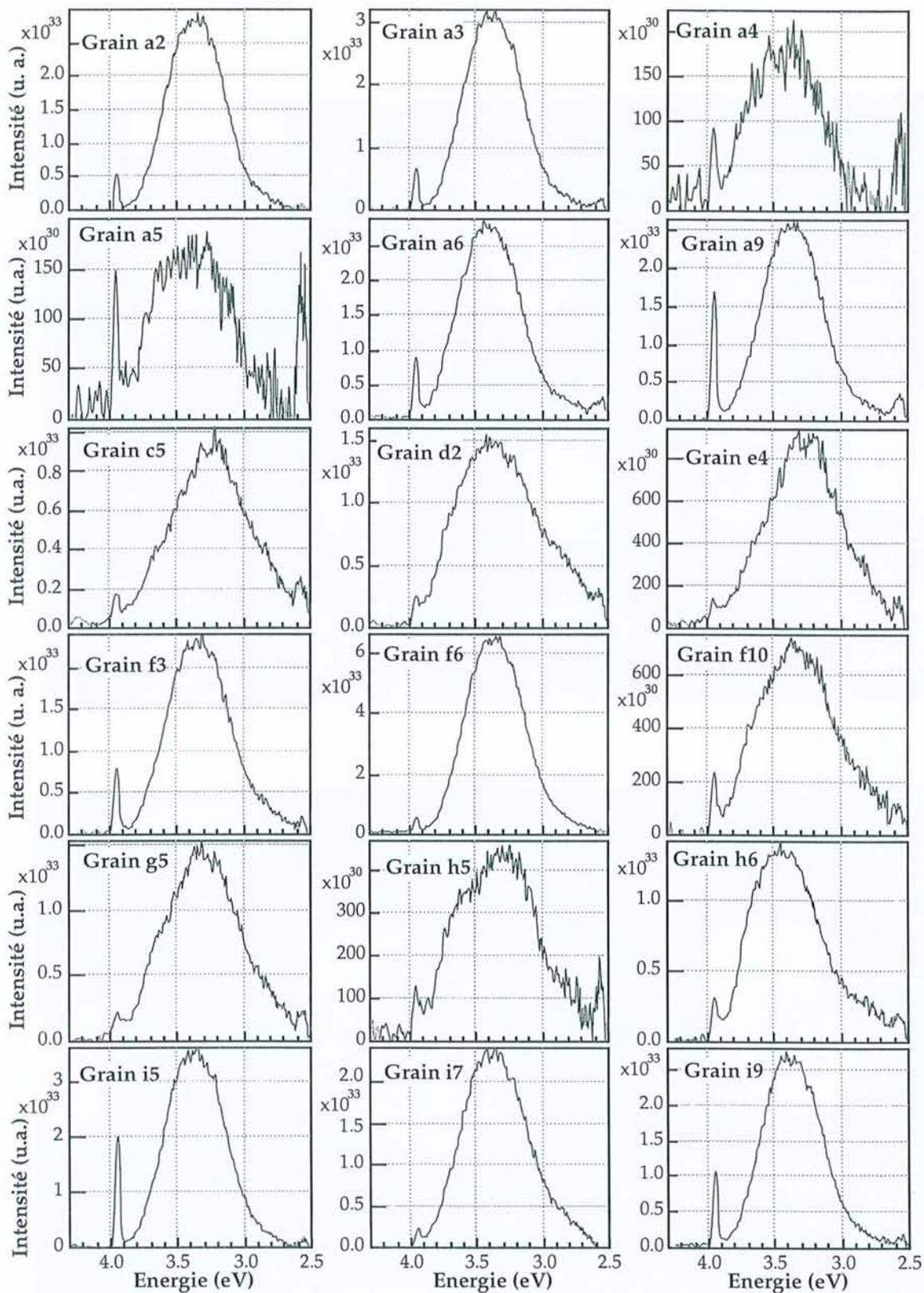


Figure IV-16 : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 1 du bassin de Paris pour la bande comprise entre 2,5 et 4,3 eV.

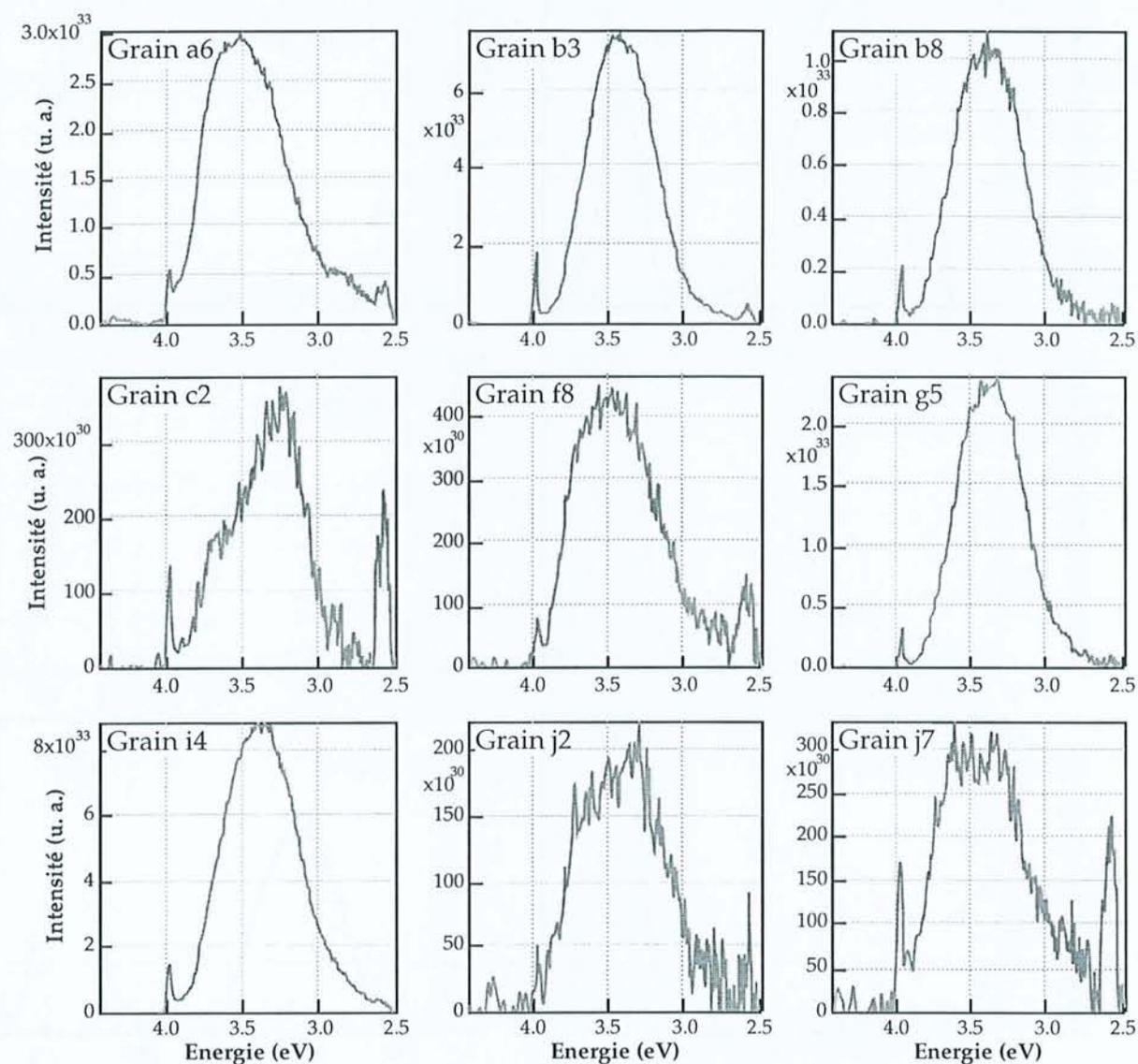


Figure IV-17 : spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 2 du bassin de Paris pour la bande comprise entre 2,5 et 4,3 eV.

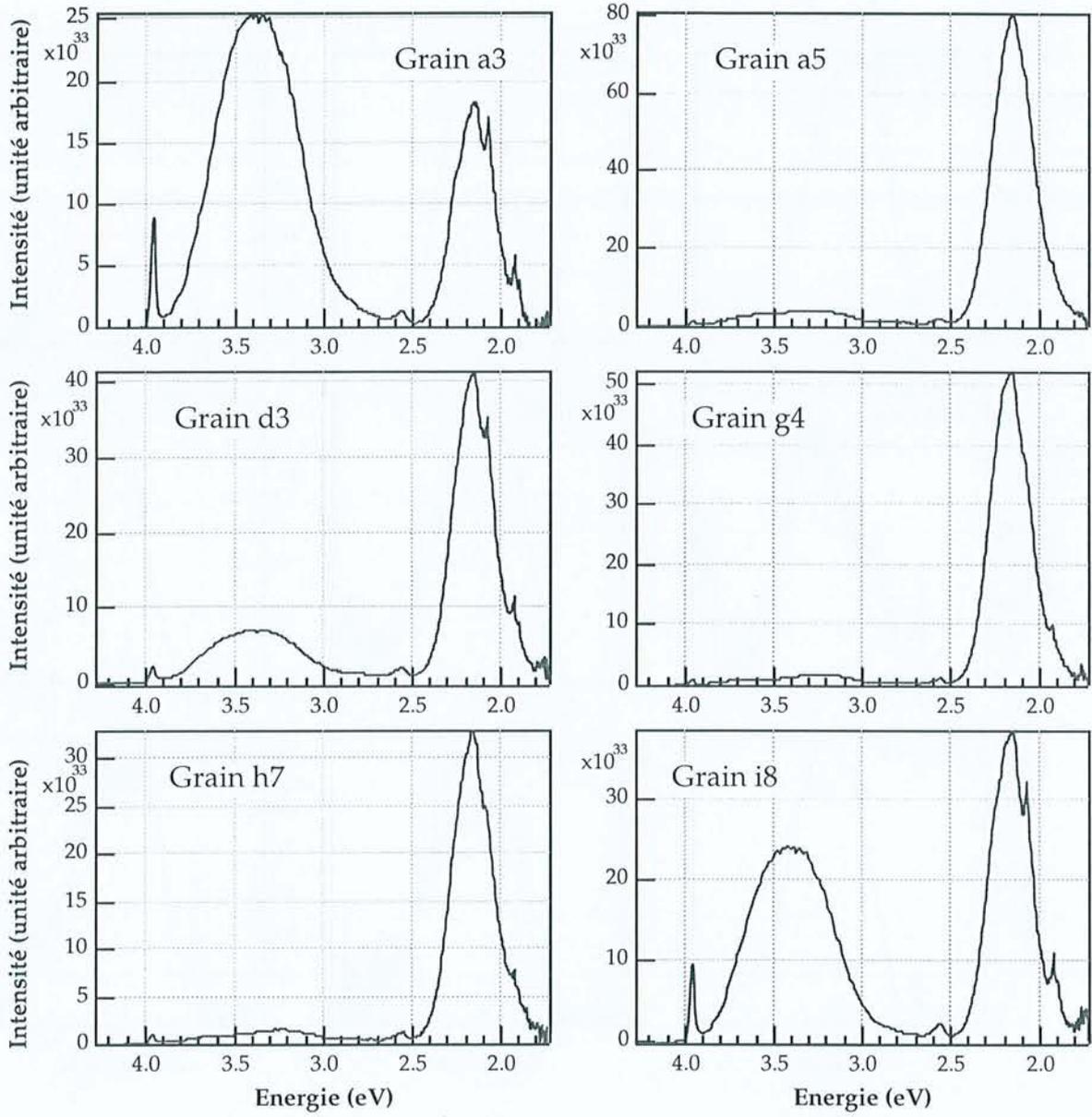


Figure IV-18 : Spectres de cathodoluminescence des grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris.

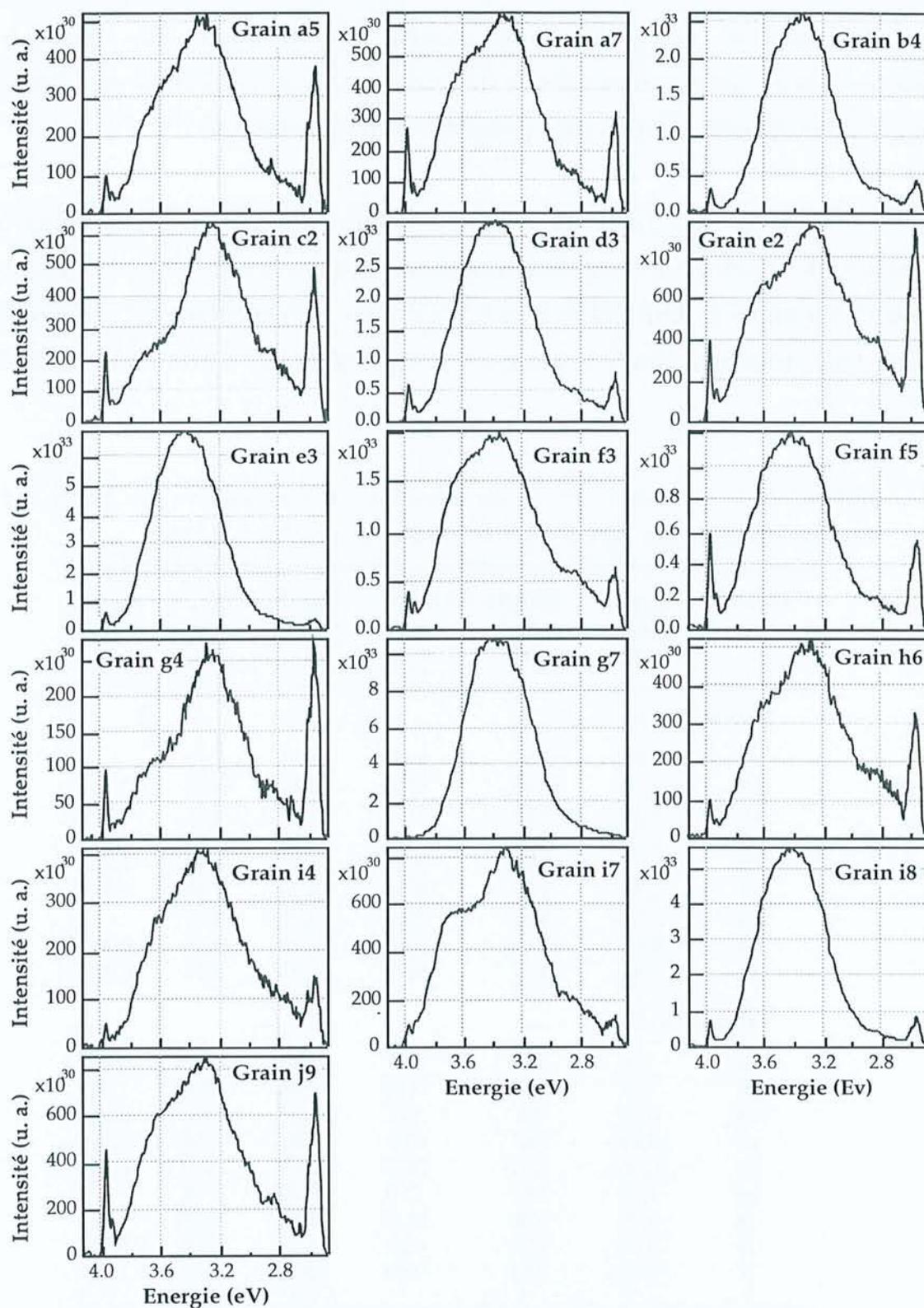


Figure IV-19 : spectres de cathodoluminescence de grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris pour la bande comprise entre 2,5 et 4,3 eV.

Les spectres des grains représentatifs des variations de l'âge ont été décomposés en gaussiennes afin de déterminer la part respective des différentes bandes. Ces décompositions sont présentées dans l'annexe V.

La bande UV est composée par deux bandes centrées respectivement à 3,4-3,66 et 3,20-3,29 eV pour les différents grains de l'échantillon 1, 3,47-3,7 et 3,22-3 eV pour l'échantillon 2, 3,51-3,71 et 3,24-3,37 eV pour l'échantillon 3 (Tableaux IV-2 à IV-3). Une troisième bande se situe à 2,79-2,99 eV (1), 2,77-2,87 eV (2) et 2,77-2,87 eV (3).

Tableau IV-2 : résultats de la décomposition en gaussiennes des bandes de cathodoluminescence des spectres des échantillons 1 et 2 du bassin de Paris.

Grains	Gd <sup>3+</sup>	Bande à 3,6 eV		Bande à 3,3 eV		Dy <sup>3+</sup>
	Aire e+31	Centre (eV)	Aire e+32	Centre (eV)	Aire e+32	Aire e+31
<b>Echantillon 1</b>						
a2	2,09	3,49	8,09	3,24	6,62	-
a3	2,59	3,49	9,28	3,24	6,65	0,78
a6	3,24	3,53	7,92	3,27	7,31	1,14
a9	6,70	3,4	8,19	3,2	4,69	2,08
d2	0,51	3,62	2,37	3,29	8,13	1,09
f3	3,38	3,44	9,03	3,20	2,56	0,83
f6	1,54	3,47	20,4	3,23	11,6	-
h5	0,34	3,66	0,82	3,26	2,29	0,90
i9	3,96	3,47	9,21	3,21	4,64	0,80
<b>Echantillon 2</b>						
a6	1,3	3,69	3,27	3,43	15,08	1,85
b3	6,5	3,54	19,75	3,28	19,86	1,98
b8	0,75	3,5	3,27	3,23	2,46	0,27
c2	0,43	3,62	0,60	3,24	1,38	1,51
f8	0,20	3,69	0,52	3,41	2,20	0,88
g5	1,06	3,47	7,70	3,22	4,47	-
i4	5,70	3,58	13,26	3,31	37,70	1,33
j2	0,09	3,70	0,20	3,35	1,19	0,19
j7	0,65	3,64	0,89	3,29	1,15	1,57

Les aires des bandes sont indiquées dans une unité arbitraire.

Tableau IV-3 : résultats de la décomposition en gaussiennes des bandes de cathodoluminescence des spectres de l'échantillon 3 du bassin de Paris pour l'intensité spot 5 et spot 7.

Grains	Gd <sup>3+</sup>		Bande à 3,6 eV		Bande à 3,3 eV		Dy <sup>3+</sup>
	Aire e+31	Centre (eV)	Aire e+32	Centre (eV)	Aire e+32	Aire e+31	
<b>Spot 5</b>							
a3	4,11	3,50	12,14	3,25	8,74	0,10	
a5	0,36	3,67	0,44	3,40	3,24	1,32	
a7	0,23	3,63	0,53	3,28	0,77	0,08	
b4	0,59	3,54	1,60	3,28	3,06	0,48	
d3	0,78	3,61	1,36	3,34	5,07	1,69	
f3	0,40	3,61	1,13	3,35	0,61	0,67	
f5	5,15	3,60	3,60	3,31	3,97	1,7	
h3	5,41	3,47	15,31	3,22	4,86	1,48	
h6	0,37	3,65	1,20	3,33	1,43	0,83	
h7	0,56	3,56	0,75	3,19	0,38	0,89	
i4	0,40	3,66	1,23	3,33	3,66	0,47	
j3	3,82	3,49	3,70	3,23	3,40	0,44	
<b>Spot 7</b>							
a5	0,23	3,67	0,43	3,31	2,68	2,61	
a7	0,69	3,67	1,02	3,31	2,96	2,35	
b4	0,91	3,53	5,36	3,27	8,27	2,65	
c2	0,49	3,71	0,50	3,24	3,18	3,48	
d3	1,53	3,61	4,04	3,34	14,95	4,93	
e2	0,89	3,68	1,26	3,28	5,18	6,93	
e3	1,52	3,60	8,90	3,36	28,12	1,92	
f3	0,69	3,68	1,58	3,37	11,85	4,17	
f5	1,51	3,64	1,36	3,36	6,07	3,74	
g4	0,21	3,68	0,23	3,25	1,25	1,97	
g7	-	3,51	27,09	3,26	25,71	-	
h6	0,24	3,68	0,39	3,31	2,95	2,08	
i4	0,08	3,66	0,24	3,31	2,35	0,87	
i7	0,16	3,71	1,16	3,31	4,34	3,82	
i8	1,86	3,61	6,63	3,35	23,32	3	
j9	1,13	3,65	1,43	3,29	3,84	4,69	

Les aires des bandes sont indiquées dans une unité arbitraire

Plusieurs grains de l'échantillon 3 ont été analysés pour des intensités différentes (spot 5 et spot 7) afin de comparer les deux types de spectres. Le tableau IV-4 résume les résultats obtenus après décomposition sur les spectres présentés dans l'annexe V. Entre les deux enregistrements, les échantillons ont été repolis et remétallisés. La localisation des points d'analyse n'est pas rigoureusement identique entre les deux enregistrements.

Tableau IV-4 : rapport de l'aire de la bande à 3,6 eV sur l'aire de la bande à 3,3 eV pour des grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris.

Grains	a5	a7	b4	d3	f3	f5	h6
Spot 5	0,13	0,68	0,52	0,27	1,85	0,91	0,84
Spot 7	0,16	0,34	0,65	0,27	0,13	0,22	0,13

L'augmentation de l'intensité se traduit par une diminution du rapport des aires des deux bandes constituant la bande UV. Pour les grains où ce rapport était déjà faible, il n'y a pas d'évolution. Seul le grain b4 présente un rapport qui augmente légèrement.

Les relations entre les spectres de CL et l'âge TF sont discutées dans le chapitre IV-C-2.

### 3) Forage GPF de Balazuc

Le forage BA1 de Balazuc (Programme Géologie Profonde de la France) est localisé sur la bordure sud-est du Massif Central près de la faille d'Uzer (Steinberg *et al.*, 1991). Deux échantillons de grès ont été prélevés à 1245 et 1288 mètres de profondeur dans la formation bariolée d'Ucel (Trias supérieur). Les grains d'apatite ont été isolés par séparation densimétrique et sous la loupe, montés dans la résine puis polis.

#### Datation traces de fission

L'échantillon 1245m possède un âge groupé de  $29 \pm 2$  Ma ( $P(\chi^2) > 20\%$ ) et une longueur des traces confinées de  $10,29 \mu\text{m}$  (Pagel *et al.*, 1997). L'histogramme de distribution des âges des grains possède une seule composante (Fig. IV-20) et la représentation radiale confirme que la population des âges des grains est unique (Fig. IV-20). Les résultats complets sont donnés en annexe II.

L'échantillon 1288m possède un âge groupé de  $25 \pm 1$  Ma. Son analyse traces de fission est présentée dans le chapitre VI.

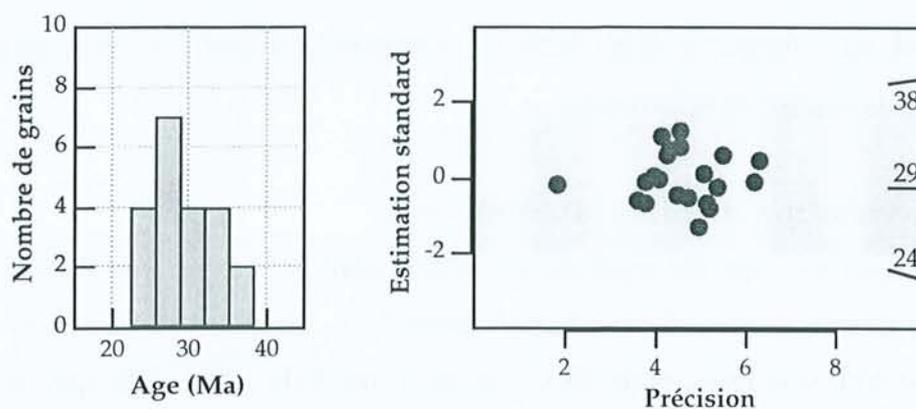


Figure IV-20 : histogramme de distribution des âges traces de fission et représentation radiale pour l'échantillon Balazuc 1245m.

La chimie de cet échantillon a été étudiée afin de déterminer si une population unique d'âge était bien associée à une composition chimique homogène des cristaux.

#### Analyse à la microsonde électronique

Des cristaux de l'échantillon 1245m ont été analysés par microsonde électronique afin de définir la concentration en Cl et en F. Les résultats sont présentés en annexe III. Il apparaît que tous les grains ont une teneur en Cl inférieure au seuil de détection de la microsonde électronique et une teneur en F comprise entre 1,47 et 1,96 atome par molécule (moyenne = 1,65).

#### Etude par cathodoluminescence

##### *Spectroscopie de cathodoluminescence*

Pour l'échantillon 1245m, les cristaux d'apatite sont caractérisés par deux zones de cathodoluminescence différentes, un coeur détritique jaune et une auréole de nourrissage violette à rouge (chapitre III-5). Tous les coeurs détritiques présentent une luminescence jaune homogène caractéristique de l'activation par le  $Mn^{2+}$ . Pour l'échantillon 1288m, les cristaux d'apatite montrent une luminescence jaune, certains grains étant assez sombres. D'autres grains,

possédant leur forme automorphe en baguette, présentent très nettement une zonation d'origine magmatique.

### *Spectrométrie de cathodoluminescence*

Les spectres ont été réalisés sur l'échantillon 1245m avec l'installation de cathodoluminescence de Philippe Blanc (cf. chapitre IV-2). Les conditions d'analyse sont une tension de 25 kV et un courant de  $10^{-8}$  A. Les spectres de CL ont été acquis sur les coeurs détritiques. Les spectres sont caractérisés par une large bande entre 500 et 650 nm associée principalement à la présence du  $Mn^{2+}$  (Fig. IV-21). L'intensité de la bande UV est faible et identique pour tous les grains. La comparaison entre les spectres des auréoles et ceux des coeurs détritiques est réalisée dans le chapitre III.

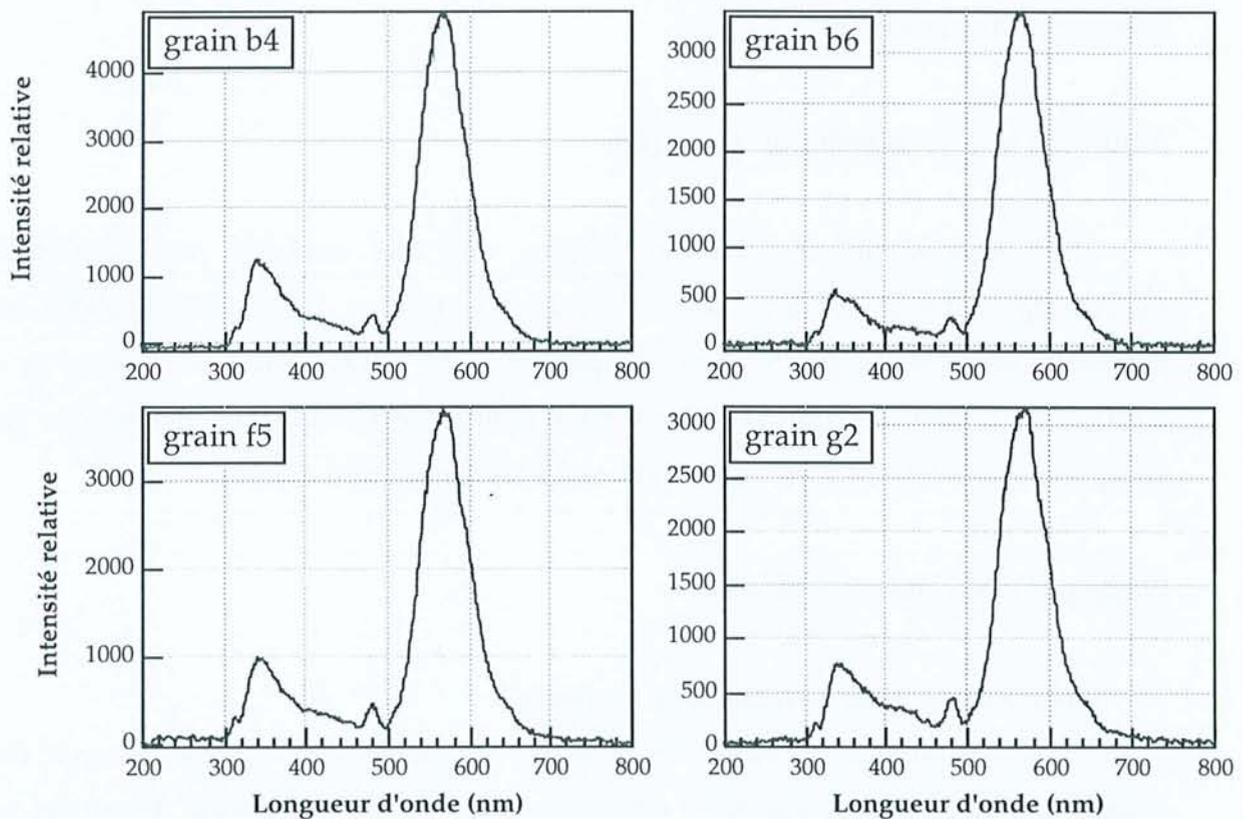


Figure IV-21 : spectres de cathodoluminescence de grains d'apatite de l'échantillon Balazuc 1245m réalisé sur le coeur déritique. Les spectres sont très comparables entre les grains. Les spectres ne sont pas corrigés de la réponse instrumentale.

#### 4) Grains d'apatite de la bordure ardéchoise

Cinq échantillons faisant partie de l'étude sur l'histoire thermique de la bordure ardécho-cévenole ont été étudiés par cathodoluminescence. Ces échantillons représentent les différents environnements dans lesquels les cristaux d'apatite sont présents. Il s'agit des échantillons de Chavade, La Chastelle et Mercou (granites), du Pendu (gneiss) et de Planzolles (grès). L'analyse traces de fission de ces échantillons est présentée dans le chapitre VI et en annexe II.

La statistique du  $\chi^2$  et la représentation en graphique radial indiquent que les échantillons Chastelle, Chavade et Mercou sont caractérisés par une population unique de grains tandis que le Pendu et Planzolles montrent plusieurs populations.

##### Analyse à la microsonde électronique

Les résultats complets sont donnés en annexe III. Les teneurs en Cl sont inférieures au seuil de détection de la microsonde électronique ; la teneur en Cl ne joue pas ainsi dans les variations de l'âge. Les teneurs en F sont variables mais il n'existe pas de relation avec l'âge traces de fission. Les échantillons possèdent des teneurs en FeO et en MnO variables comprises entre 0 et 1,25 % poids (Fig. IV-22). A l'exception de l'échantillon La Chastelle, la concentration en MnO augmente parallèlement à celle de FeO bien que la teneur en MnO soit plus forte (au dessous de la droite 1:1). La teneur en cations substitués est assez faible, inférieure à 2,5 % poids. La substitution sur le site Ca apparaît plus importante que la substitution sur le site P ; ceci est en accord avec la présence de Mn, Mg, Fe et des terres rares en substitution avec Ca.

MnO et FeO sont reconnus dans la cathodoluminescence des carbonates respectivement comme activateur et inhibiteur définissant en fonction de leur teneur respective des domaines de luminescence franche, faible ou absente (Machel *et al.*, 1991). L'influence de ces deux éléments dans la cathodoluminescence des cristaux d'apatite est importante à considérer.

---

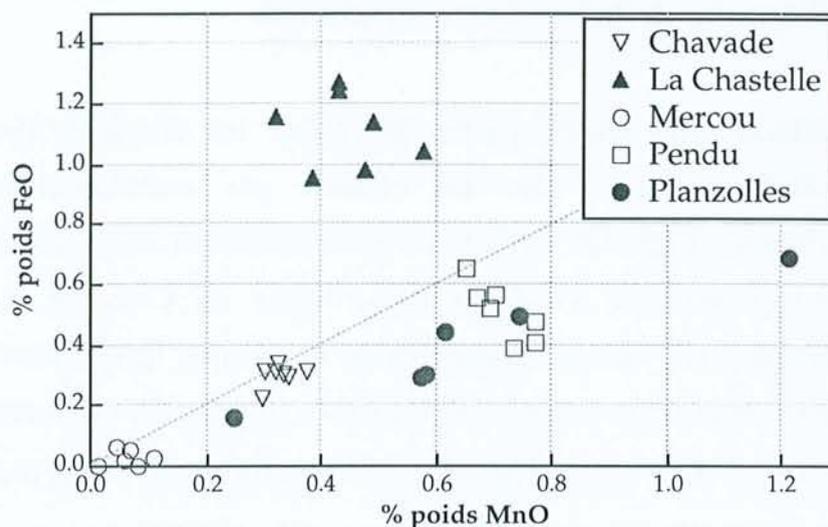


Figure IV-22 : présentation des grains d'apatite des échantillons de la bordure ardéchoise dans le diagramme FeO - MnO (% poids).

### Analyse à la microsonde ionique

Quelques grains des échantillons Planzolles, Pendu et Chavade ont été analysés par microsonde ionique. Les spectres de terres rares sont présentés dans la figure IV-23 ; les résultats complets sont données en annexe IV. Les spectres de terres rares des grains de l'échantillon Planzolles sont caractérisés par une anomalie négative en  $\text{Eu}^{2+}$  à l'exception du grain a3 et par une diminution légère des terres rares légères vers les terres rares lourdes. Les deux spectres de l'échantillon Chavade sont identiques et correspondent à un léger appauvrissement des terres rares légères vers les terres rares lourdes. Le spectre du grain e6 de l'échantillon Pendu est caractérisé également par une anomalie négative en  $\text{Eu}^{2+}$ .

Il n'y a pas de relation entre les spectres de terres rares et les âges TF pour l'échantillon Planzolles. En effet, les grains a3 et c3 ont des âges inférieures à 60 Ma mais ne présentent pas le même spectre de terres rares. La variation des âges ne peut pas être, avec ces données, associée à des sources d'apport variables. La reconstitution de l'histoire thermique montre cependant que cet échantillon a connu des températures supérieures à celles de cicatrisation des traces (cf. chapitre VI).

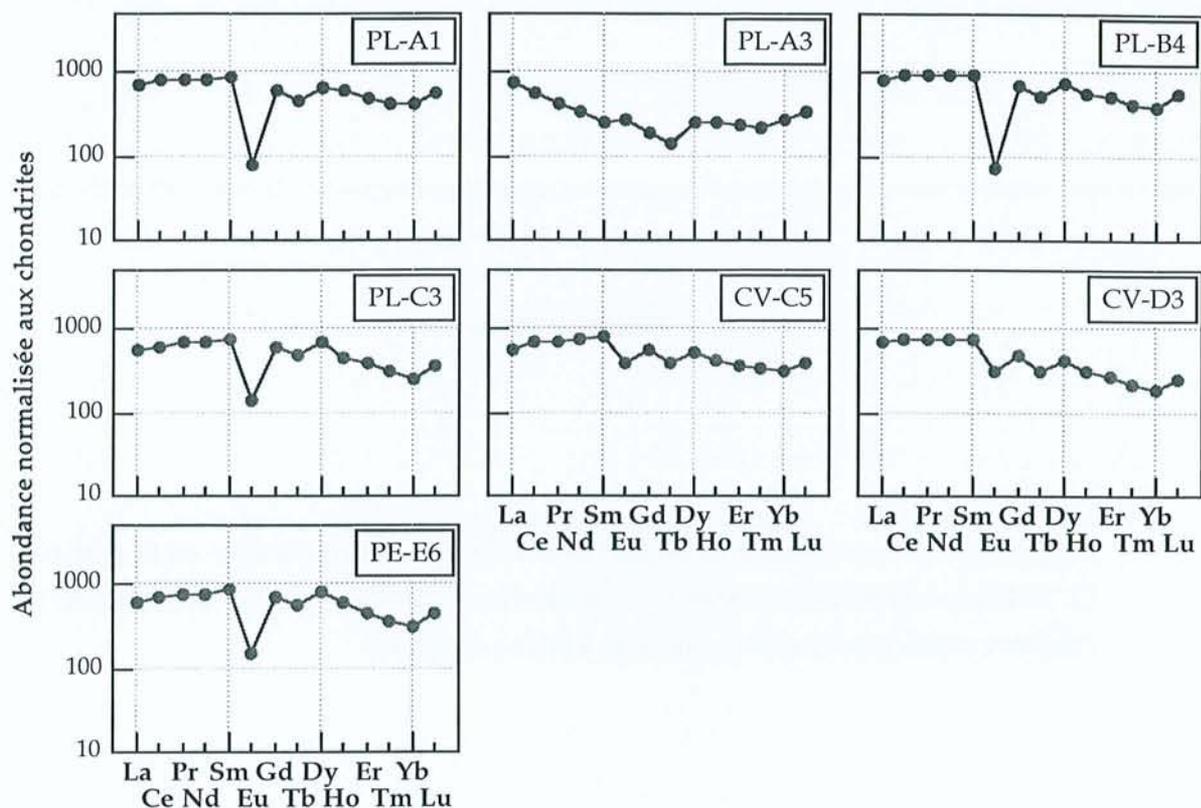


Figure IV -23 : spectres des terres rares déterminés à la microsonde ionique pour quelques grains des échantillons Planzolles (PL), Chavade (CV) et Pendu (PE) de la bordure ardéchoise.

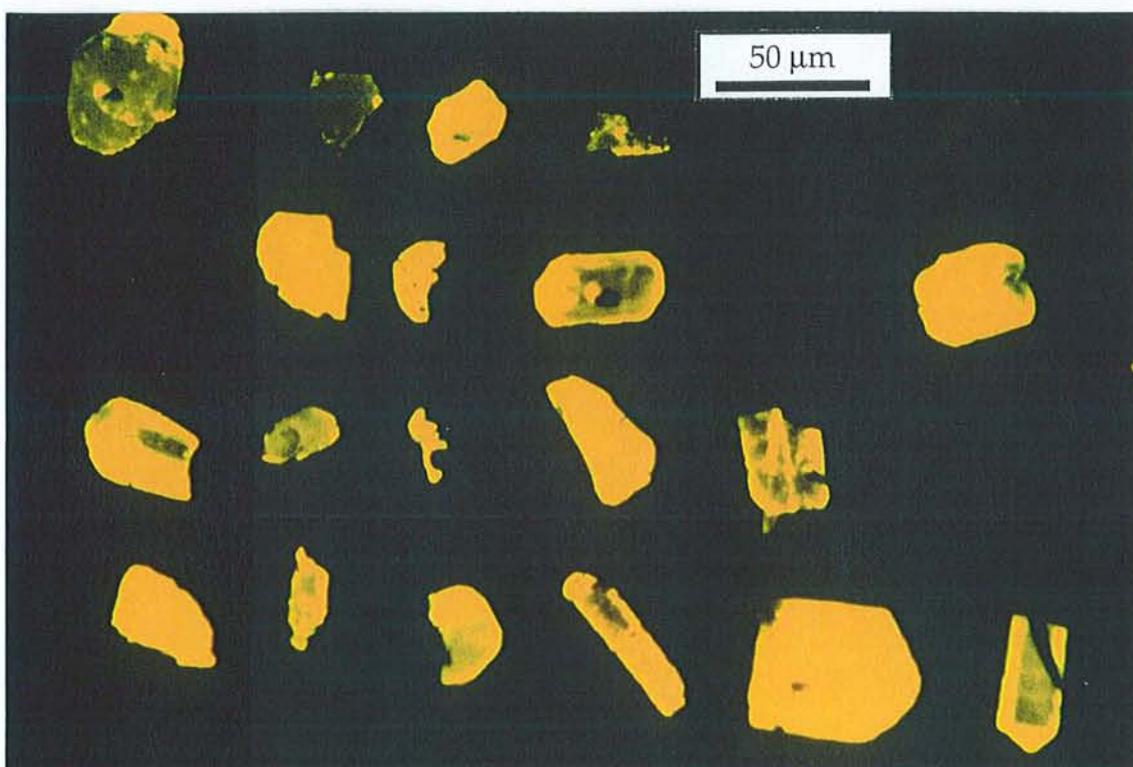
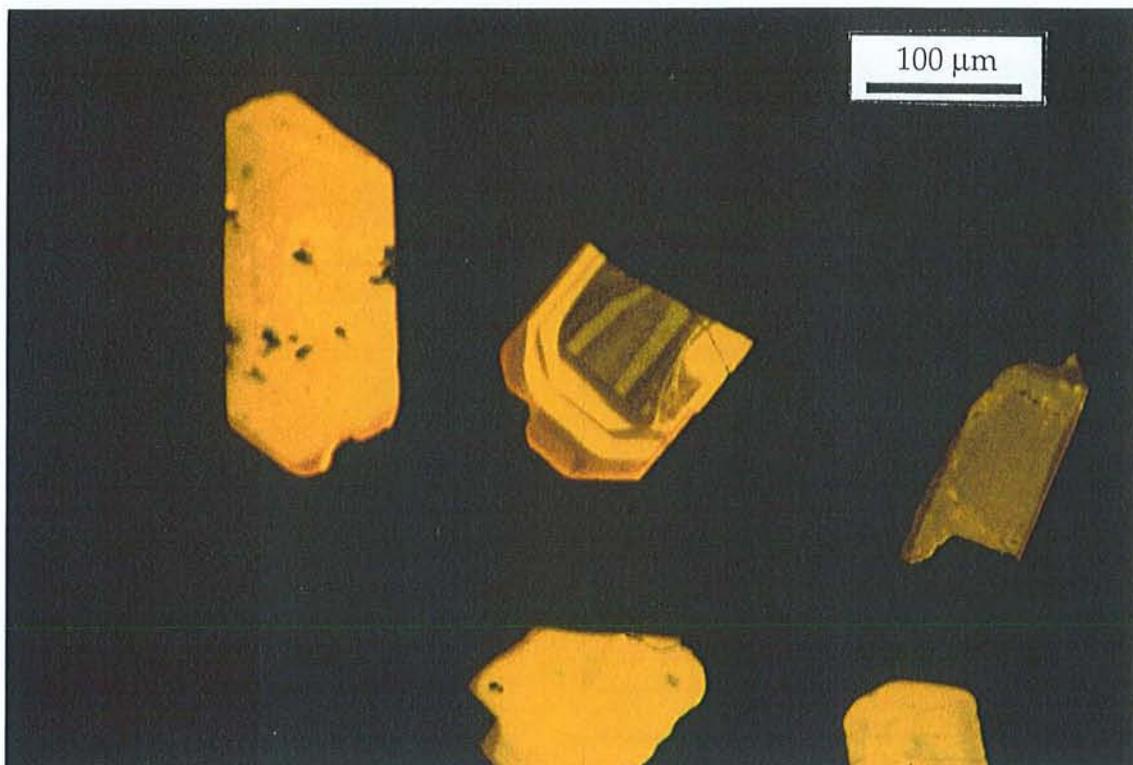
### Spectroscopie et spectrométrie de cathodoluminescence

Les cristaux de l'échantillon du col du Mercou montrent une luminescence variable et la cathodoluminescence permet de mettre en évidence des hétérogénéité intracristalline (Photo 7, planche IV-4). Les grains de l'échantillon Planzolles montrent une luminescence variant du jaune-pâle, jaune-vert au jaune vif traduisant la présence du  $Mn^{2+}$  (Photo 8, Planche IV-4). Les spectres sont composés par la bande UV et la bande de  $Mn^{2+}$  auxquelles se superposent les bandes de  $Gd^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$  (Fig. IV-24). Les variations d'intensité de la luminescence jaune sont corrélées avec l'intensité de la bande de  $Mn^{2+}$  : par exemple, le grain b4 qui apparaît jaune pâle présente une intensité de la bande de  $Mn^{2+}$  quatre fois inférieure à celle du grain a3 qui a une couleur jaune vif.

### Planche IV-4

Photo IV-7 : cristaux d'apatite de l'échantillon du col du Mercou observés sur la platine CL Technosyn (grossissement x50). La luminescence est dominée par l'activation de  $Mn^{2+}$ . Certains cristaux présentent des structures internes complexes.

Photo IV-8 : grains d'apatite de l'échantillon Planzolles (PL) observés sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). Vue de 4 lignes (de a à d) et 6 colonnes (de 1 jusqu'à 6). La couleur jaune liée à l'activation par  $Mn^{2+}$  est variable selon les grains. Les grains possédant les âges TF les plus grands (a1 :  $133 \pm 11$  et a2 :  $101 \pm 11$  Ma) ont une luminescence faible tandis que les grains aux âges TF les plus petits (a3 :  $55 \pm 13$  et b6 :  $63 \pm 8$  Ma) montrent une luminescence jaune vif. Il existe cependant des exceptions : par exemple les grains a2 ( $101 \pm 11$  Ma) et c1 ( $98 \pm 11$  Ma) sont de couleur jaune vif. La spectroscopie de CL ne donne par conséquent qu'une information qualitative car l'intensité de la couleur jaune est difficile à mesurer.



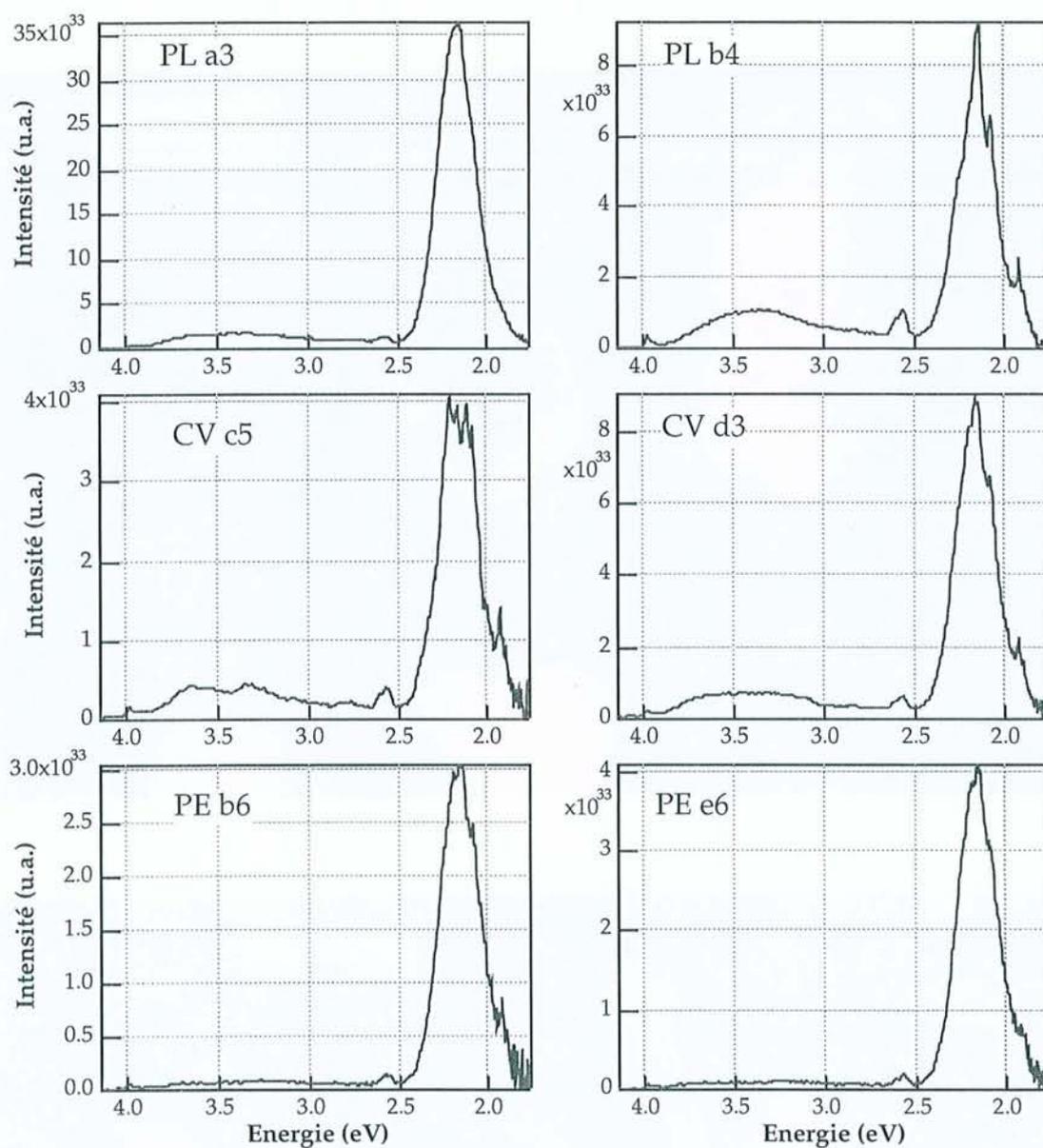


Figure IV-24 : spectres de cathodoluminescence de quelques cristaux d'apatite des échantillons Planzolles (PL), Pendu (PE) et Chavade (CV). Les conditions d'analyse sont une tension de 25 kV, une intensité spot 7, un grossissement de 3000, une tension du PMT de 83%, des fentes de 1 mm et un temps d'acquisition de 1000 ms par longueur d'onde.

Tous les spectres de cathodoluminescence ont été réalisés sur des faces prismatiques. Le contrôle de l'orientation a été facilement réalisé car ces grains ont été étudiés par les traces de fission et les faces prismatiques sont caractérisées par des points d'attaque acide parallèles à la direction de l'axe *c*.

Les grains de l'échantillon Pendu sont caractérisés par une luminescence très faible correspondant aux bandes de  $Mn^{2+}$  et des terres rares  $Gd^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$ .

Les spectres de CL des grains de l'échantillon Chavade présentent la bande UV et la bande de  $Mn^{2+}$ . Le spectre du grain c5 est caractérisé par la présence de nombreuses bandes de terres rares  $Gd^{3+}$ ,  $Er^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$ .

Il n'y a pas de relation nette entre la luminescence des grains et les populations variées d'âge TF.

## 5) Cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable

Huit échantillons de cristaux d'apatite à rapport Cl/F ont été étudiés. Il s'agit des échantillons Arendal (A, Norvège), Bamble (B, Norvège), Dandarragan (Da, bois fossile, Australie), Durango (Du), Faraday (Fa, Canada), Gun-F (G, Utah), Ødegårdens Verk (Ø, Norvège) et Skaaland Mine (Sk, Norvège). Entre 4 et 12 cristaux d'apatite selon les échantillons ont été montés sous la loupe binoculaire dans un plot unique de résine afin d'homogénéiser les résultats (même condition de vide, bruit de fond comparables). Le plot a ensuite été poli et métallisé au carbone pour l'analyse à la microsonde électronique et par spectrométrie de CL ou à l'or pour l'analyse à la microsonde ionique.

### Analyse sonde électronique

Plusieurs cristaux d'apatite représentatifs des différents échantillons ont été analysés par microsonde électronique. Les résultats complets sont donnés en annexe III. Les échantillons possèdent des teneurs en F et en Cl très variables : Arendal, Dandarragan, Durango et Faraday sont des fluorapatites tandis que Bamble, Ødegårdens Verk et Skaaland Mine sont des chlorapatites (Fig. IV-25). L'échantillon Gun-F présente des teneurs en F et en Cl équivalentes.

---

Les échantillons Arendal et Gun-F ont une teneur en  $\text{SiO}_2$  importante (de l'ordre 0,30 % poids). L'échantillon Ødegårdens Verk présente des teneurs en  $\text{Na}_2\text{O}$  et en  $\text{MgO}$  plus importante que les autres échantillons (0,3 et 0,2 % poids respectivement). Les teneurs en  $\text{MnO}$  et en  $\text{FeO}$  sont faibles pour les différents échantillons (<0,22 % poids). Dandarragan présente un déficit en  $\text{P}_2\text{O}_5$  et une teneur importante en  $\text{Na}_2\text{O}$  et S. Ces variations sont cependant difficiles à interpréter car les cristaux Arendal et Gun-F ont des comportements opposés lors des expériences de recuit (cf. chapitre V) et l'échantillon Ødegårdens Verk a été écarté car il apparaît hétérogène par spectrométrie de CL.

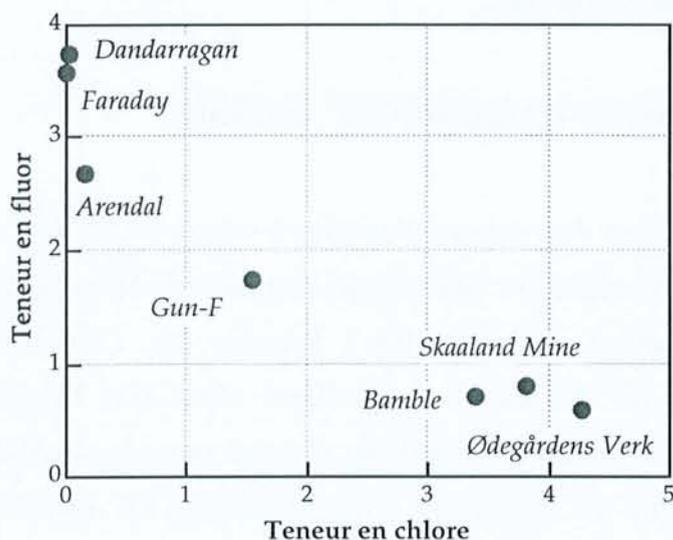


Figure IV-25 : teneurs en fluor et en chlore (% poids) des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable. Ces cristaux représentent 4 fluorapatites et 3 chlorapatites.

### Analyse à la microsonde ionique

Les échantillons ont été analysés par microsonde ionique. Les spectres de terres rares normalisés à la chondrite C1 sont présentés dans la figure IV-26 ; les résultats complets sont donnés en annexe IV.

Tous les échantillons, à l'exception d'Ødegårdens Verk, présentent des résultats homogènes pour les différents points d'analyse avec une incertitude comprise selon la teneur entre 5 et 10%. Le  $\text{Gd}^{3+}$  apparaît comme l'élément le plus variable avec des incertitudes entre les différents grains pouvant atteindre près de

20% pour les échantillons Gun-F et Skaaland Mine. Les trois grains analysés de l'échantillon Ødegårdens Verk présentent des variations assez importantes pour la plupart des éléments, notamment en  $\text{La}^{3+}$ ,  $\text{Ce}^{3+}$  et  $\text{Dy}^{3+}$ .

Tous les échantillons, à l'exception d'Arendal, sont caractérisés par des abondances en terres rares légères plus importantes qu'en terres rares lourdes. Cette prédisposition des cristaux d'apatite pour les terres rares légères est le résultat de l'incorporation sélective, selon des critères de taille et de charge, des terres rares (Fleet & Pan, 1995). Seul l'échantillon Arendal est caractérisé par un déficit en terres rares légères et de fortes abondances relatives en terres rares lourdes.

#### Etude par cathodoluminescence

Les échantillons Arendal et Faraday présentent sur la platine CL Technosyn une luminescence jaune homogène tandis que les autres échantillons ont une couleur violette sombre. Certains grains de l'échantillon Gun-F montre une zonation magmatique assez complexe avec un coeur en partie repris à l'intérieur du cristal (Photo 9, Planche IV-5). Les deux points de microsonde ionique G1 et G2 ont été réalisés dans le coeur d'un grain zoné tandis que les points G3 et G4 ont été réalisés dans un grain de luminescence homogène. L'échantillon Ødegårdens Verk est constitué pour trois des quatre grains étudiés par des plages violettes sombres et des plages violettes claires, le contact entre les deux étant assez franc (Photo 10, Planche IV-5). Ces structures traduisent en partie des phénomènes de dissolution qui se sont développés à partir de fractures.

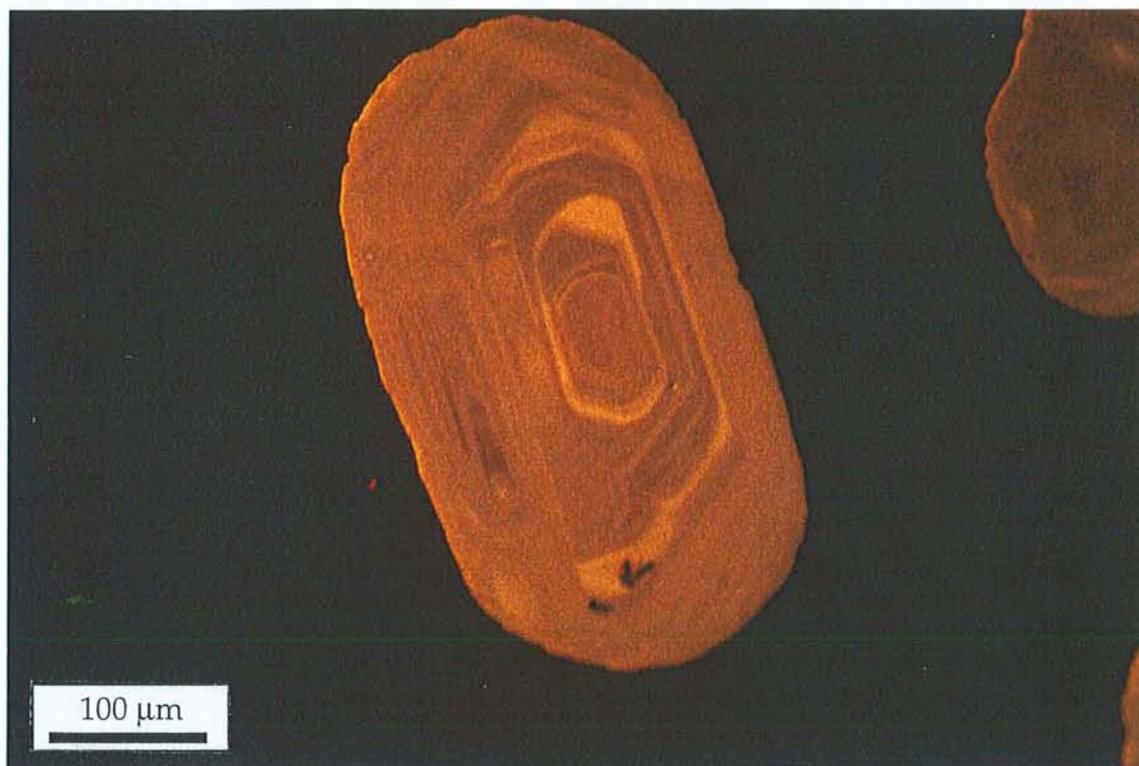
Les spectres ont été acquis avec une tension du faisceau électronique de 25 kV et une intensité spot 7. Les fentes d'entrée et de sortie du monochromateur sont de 1 mm. L'analyse a été réalisée à un grossissement x3000 ce qui correspond à une fenêtre d'analyse de  $60 \times 80 \mu\text{m}$ . Un temps d'acquisition de 1000 millisecondes a été utilisé afin de limiter les perturbations liées au bruit de fond et d'obtenir des spectres lisses.

### Planche IV-5

Photo IV-9 : cristal d'apatite de l'échantillon Gun-F observé sur la platine CL Technosyn (grossissement x50). Des auréoles régulières de croissance sont mises en évidence autour d'un coeur lui même constitué par des bandes de CL variables. D'autres grains du même échantillon ne montrent pas ces structures.

Photo IV-10 : cristal d'apatite de l'échantillon Ødegårdens Verk observé sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). La luminescence est très hétérogène et les limites entre les différentes zones sont irrégulières. Les zones de luminescence sombre semblent se développer à partir de fractures (par exemple à gauche du cristal). Les contours entre les zones évoquent des mécanismes de dissolution partielle.

---



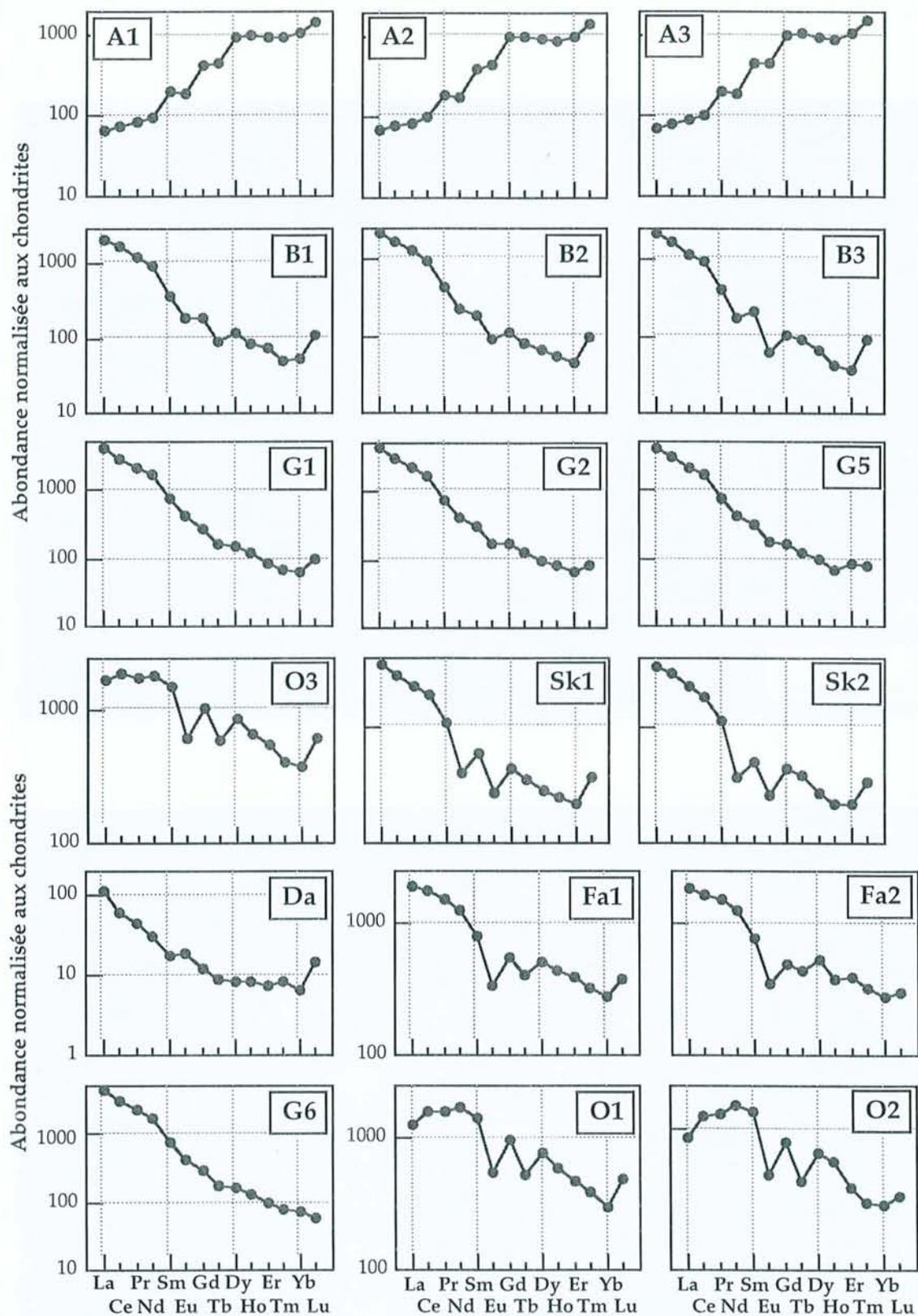


Figure IV-26 : spectres de terres rares des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable déterminés à la microsonde ionique.

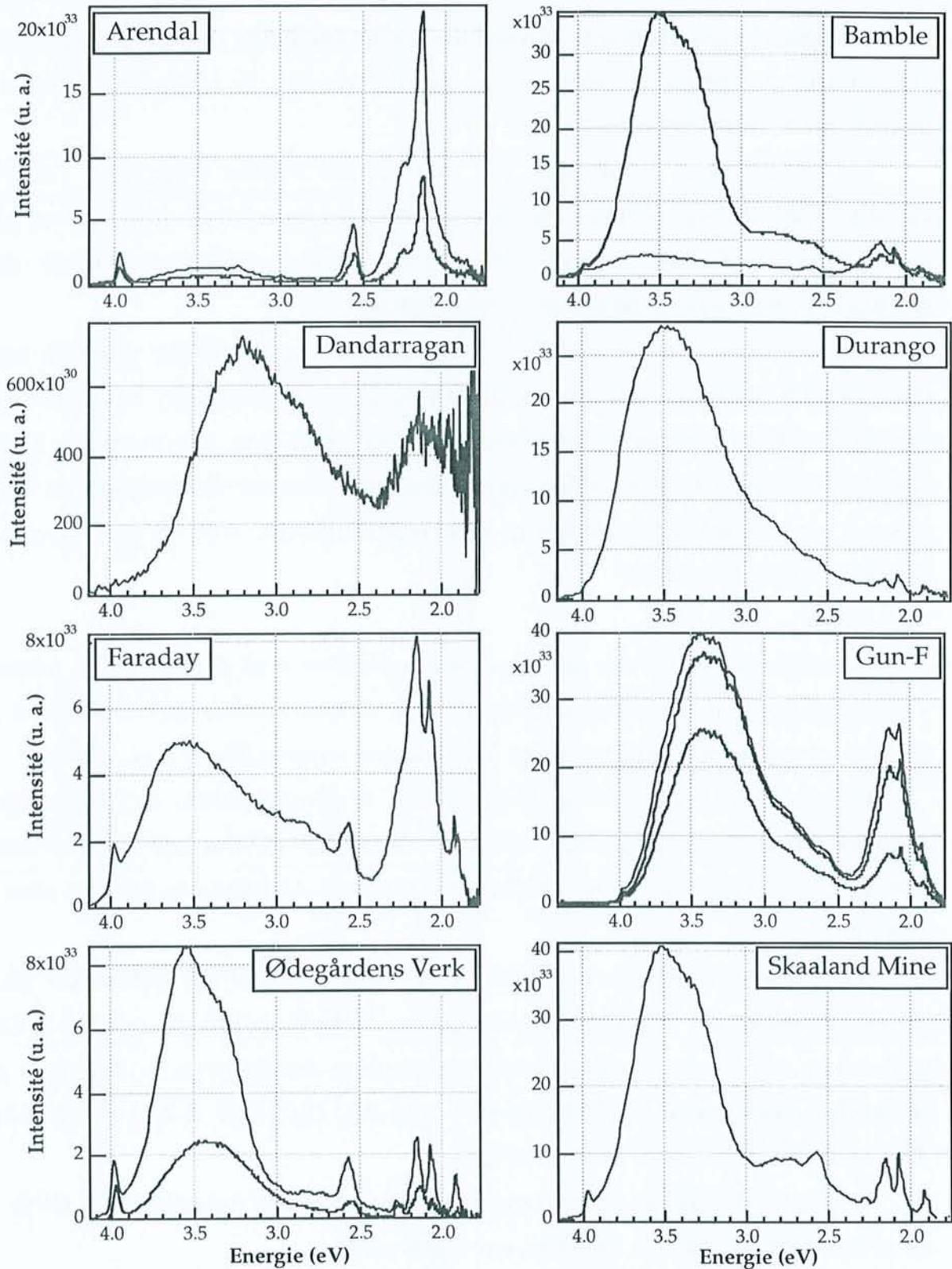


Figure IV-27 : spectres de cathodoluminescence des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable. Les différents spectres pour un même échantillon correspondent à des grains différents.

Les spectres des différents échantillons sont présentés dans la figure IV-27. Les spectres possédant le même nom que les spectres de terres rares ont été réalisés sur les mêmes grains.

Les spectres sont caractérisés par deux larges bandes d'intensité relative variable selon les échantillons centrées respectivement à 3,5 eV (350 nm) et 2,25 eV (550 nm). La bande à 2,25 eV (550 nm) est dans plusieurs échantillons très réduite et formée par l'émergence de fines bandes.

Au contraire, la bande centrée à 3,5 eV (350 nm) est toujours présente avec une intensité relative importante sauf dans le cas de l'échantillon Arendal. Seul l'échantillon Dandarragan présente un spectre différent avec une première bande centrée à 390 nm. Pour les 4 échantillons où deux grains ont été analysés, les deux spectres sont comparables, sauf pour l'échantillon Bamble, mais ne possèdent pas la même intensité relative.

Les décompositions des spectres des échantillons sont présentées en annexe V. Elles permettent de mettre en évidence un certain nombre de bandes dont la plupart correspondent aux positions d'activateurs connus (Blanc *et al.*, 1995).

De part la faible intensité de la bande UV, la décomposition de l'échantillon Arendal permet de distinguer  $Gd^{3+}$  (3,97 et 1,99 eV),  $Er^{3+}$  (3,94 et 2,60 eV),  $Tb^{3+}$  (3,25, 2,98, 2,83, 2,55 et 2,27 eV) et  $Dy^{3+}$  (2,72, 2,57 et 2,14 eV). La bande de  $Mn^{2+}$  se situe à 2,18 eV.

La principale différence entre les spectres Bamble B1 et B2, réalisés sur deux grains différents, est la présence de la bande de  $Mn^{2+}$  à 2,15 eV pour B1. Ceci traduit une certaine hétérogénéité de la distribution des éléments à l'intérieur du cristal. Les bandes de  $Gd^{3+}$  (3,97 eV),  $Tb^{3+}$  (2,28 eV),  $Dy^{3+}$  (2,57 et 2,14 eV) et  $Sm^{3+}$  (2,19, 2,06 et 1,91 eV) sont mise en évidence.

Le spectre de l'échantillon Dandarragan possède une intensité très faible et ne présente pas de bandes associées aux terres rares.

Pour l'échantillon Durango, la bande UV est composée de nombreuses bandes dont les centres responsables ne sont pas connus. Il est difficile de savoir si ces bandes correspondent à de réels centres lumineux ou si elles sont le résultat d'un jeu de construction lié à la décomposition des spectres.

Le spectre de l'échantillon Faraday possède les bandes de  $Gd^{3+}$  (3,96 eV),  $Tb^{3+}$  (2,83 et 2,26 eV),  $Dy^{3+}$  (2,57, 2,15 et 1,86 eV) et  $Sm^{3+}$  (2,19, 2,07 et 1,91 eV). La bande de  $Mn^{2+}$  se situe à 2,14 eV.

L'échantillon Gun-F est caractérisé par des bandes UV et de  $Mn^{2+}$  très intenses ce qui fait que les autres bandes plus petites sont difficiles à mettre en évidence. Les terres rares Gd, Dy et Sm sont exprimées par des bandes de faible aire et la bande de  $Mn^{2+}$  se situe à 2,12 eV.

L'échantillon Ødegårdens Verk ne possède pas la bande de  $Mn^{2+}$  ce qui favorise la mise en évidence des terres rares  $Gd^{3+}$  (3,97 et 2 eV),  $Tb^{3+}$  (2,27 ; la bande à 2,83 eV est assez apparente mais n'a pu être révélée par décomposition),  $Er^{3+}$  (2,63 eV),  $Dy^{3+}$  (2,57 et 2,15 eV) et  $Sm^{3+}$  (2,19, 2,06 et 1,91 eV).

De même, l'échantillon Skaaland Mine possède des bandes de terres rares très bien individualisées :  $Gd^{3+}$  (3,96 eV),  $Tb^{3+}$  (2,83 et 2,27 eV),  $Dy^{3+}$  (2,72, 2,57, 2,15 et 1,86 eV) et  $Sm^{3+}$  (2,19, 2,15, 2,06 et 1,91 eV).

### Photoluminescence en temps résolu

La photoluminescence repose sur le même principe que la cathodoluminescence ; seule la source d'excitation est différente et est constituée par des photons issus d'un laser.

L'installation utilisée possède deux caractéristiques qui faciliteront la compréhension des spectres de CL : l'énergie fournie à l'échantillon n'est pas suffisante pour produire la luminescence intrinsèque et un générateur de délai permet d'isoler les bandes des différents activateurs. Les activateurs ont des temps de décroissance variables, caractéristiques de leur environnement électronique. L'utilisation de durées d'enregistrement très courtes permet de s'affranchir des activateurs à long temps de décroissance comme les terres rares  $Gd^{3+}$ ,  $Tb^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$  ou  $Mn^{2+}$ . Inversement, l'utilisation de durée plus longue et de délai important permet de ne pas considérer les activateurs à court temps de décroissance comme  $Ce^{3+}$  et  $Eu^{2+}$ . Un exemple de séparation des différentes bandes et la présentation du système d'acquisition sont donnés en annexe VI.

Le spectre de l'échantillon Arendal est composé par les bandes de  $Mn^{2+}$ , des terres rares  $Ce^{3+}$ ,  $Eu^{3+}$ ,  $Tb^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Gd^{3+}$  ainsi que de deux bandes à 626 nm qui pourrait être attribuée à  $Gd^{3+}$  et à 670 nm à  $Dy^{3+}$ .

Le spectre de l'échantillon Bamble est constitué par les bandes de  $Ce^{3+}$ ,  $Eu^{2+}$ ,  $Tb^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$ ,  $Sm^{3+}$ ,  $Mn^{2+}$  et celle d'un activateur à très long temps de décroissance.

Le spectre de l'échantillon Durango est constitué principalement par la bande de  $Ce^{3+}$  à laquelle se superposent les bandes de  $Eu^{2+}$ , et celles des terres rares  $Tb^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$ . L'évolution dans le temps de la large bande centrée à 410 nm montre que la décroissance de la luminescence de  $Ce^{3+}$  est très rapide et met en évidence le déplacement du maximum de la bande vers des longueurs d'onde plus élevées traduisant la présence de  $Eu^{2+}$  (Fig. IV-28).

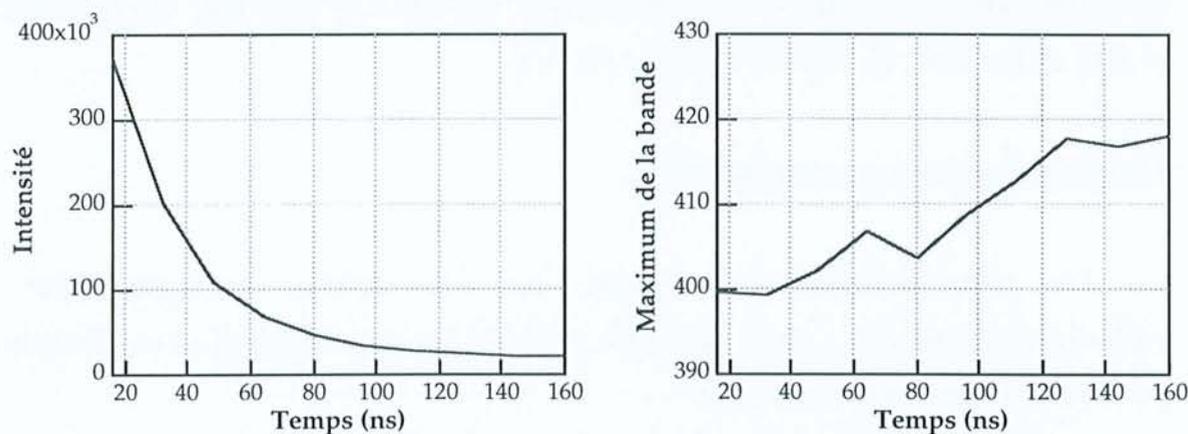


Figure IV -28 : enregistrement de la luminescence pour une longueur d'onde d'excitation de 337 nm en fonction du temps pour les activateurs à temps très courts de décroissance pour l'échantillon Durango. a) l'intensité est divisée par 4 après 50 ns ; b) la position du maximum de la bande évolue vers une longueur d'onde plus élevée ; cela traduit la présence à côté de la bande  $Ce^{3+}$  d'une petite bande liée à  $Eu^{2+}$ .

Le spectre de l'échantillon Gun-F est constitué par les bandes de  $Ce^{3+}$  et de  $Mn^{2+}$ . Les bandes de  $Eu^{2+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$  sont également présentes.

Le spectre de l'échantillon Skaaland Mine est constitué principalement par les bandes de  $Ce^{3+}$ ,  $Eu^{2+}$  et  $Mn^{2+}$ . Les bandes de  $Tb^{3+}$  et de  $Sm^{3+}$  sont également présentes.

La photoluminescence permet d'obtenir pour un délai et une largeur de porte d'enregistrement importants une image des terres rares  $\text{Dy}^{3+}$ ,  $\text{Tb}^{3+}$  et  $\text{Sm}^{3+}$  sans la présence des activateurs à temps de décroissance court et de  $\text{Mn}^{2+}$ . La cathodoluminescence permet d'obtenir des spectres comparables si l'échantillon ne possède pas de  $\text{Mn}^{2+}$  (exemple de Skaaland Mine).

La décomposition des spectres de cathodoluminescence permet de définir la part respective des bandes des différentes terres rares et d'éliminer la bande de  $\text{Mn}^{2+}$ . Les spectres obtenus sont assez proches entre les deux méthodes bien que les intensités relatives ne soient pas équivalentes car les spectres de photoluminescence ne sont pas corrigés (Fig. IV-29 et Fig. VI-A).

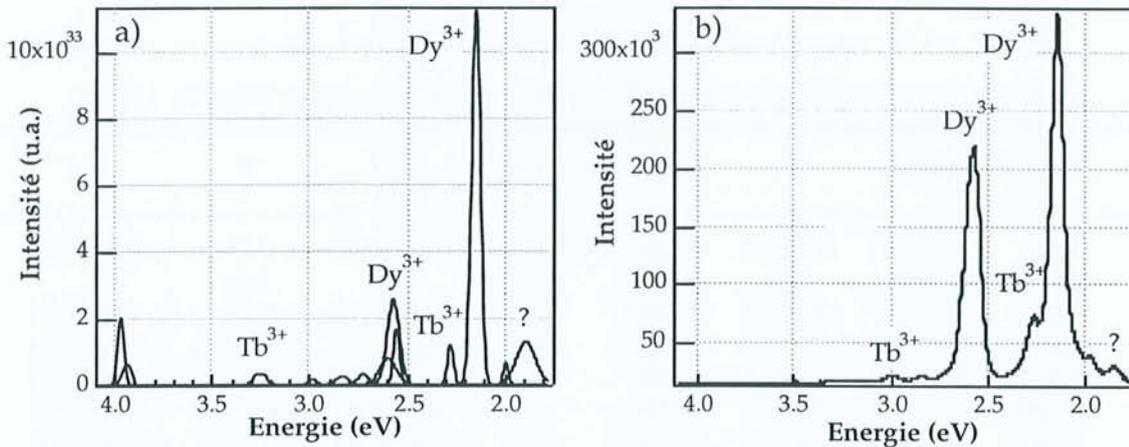


Figure IV-29 : échantillon Arendal par a) spectrométrie de cathodoluminescence : le spectre a été décomposé en gaussiennes et seules les bandes des terres rares ont été conservées ; b) photoluminescence : délai = 20000 ns, largeur de la porte = 700000 ns ; la longueur d'onde a été convertie en énergie. La séparation des terres rares et du  $\text{Mn}^{2+}$  permet d'obtenir une image très proche de celle obtenue par la décomposition du spectre de CL : les bandes des terres rares s'ajoutent à la bande de  $\text{Mn}^{2+}$ .

La photoluminescence apparaît comme une aide précieuse pour reconnaître les terres rares dont les bandes de cathodoluminescence sont comprises dans la bande de  $\text{Mn}^{2+}$  et faciliter ainsi la décomposition.

## 6) Cristaux d'apatite à caractéristiques chimiques et de recuit connues

Huit échantillons d'apatite, dont les caractéristiques chimiques et de recuit ont été déterminées par Ben Ghouma (1995), ont été étudiées par cathodoluminescence. Il s'agit des cristaux du Brésil (BR), de Durango (gisement hydrothermal, Mexique, DU ; Young *et al.*, 1969), d'une pegmatite de Haute Vienne (Vilate en Chanteloube, HTV), de Madagascar (Mont Ibity, MD), de l'Ontario ON5 et ON9 (intrusions dans les gneiss laurentiens), de Panasqueira (gisement hydrothermal de tungstène, PN ; Kelly & Rye, 1979) et de Sibérie (Kalidite de Slyoudyanka, SB). La composition chimique des échantillons pour les éléments majeurs est présentée dans le tableau IV-5.

Tableau IV-5 : composition chimique des cristaux étudiés exprimée en pourcentage massique pour les éléments majeurs et en ppm pour l'uranium (Ben Ghouma, 1995).

Ech	Ca	P	Mn	Fe	Cl	F	H	U
<b>BR</b>	37,7±0,9	18,6±0,5	1,2±0,1	0,62±0,02	0,69±0,03	3,47±0,14	0,009±0,001	78
<b>DU</b>	39,6	18,4	0,1	0,5	0,42	3,64	-	11
<b>HTV</b>	36,1±0,9	18,1±0,5	2,9±0,1	0,00	0,11±0,05	3,91±0,15	0,003±0,001	70
<b>MD</b>	39,9±1,0	17,7±0,5	0,00	0,00	0,76±0,05	3,67±0,15	0,013±0,001	-
<b>ON5</b>	39,9±1,0	18,1±0,5	0,00	0,00	0,06±0,00	3,77±0,15	0,019±0,001	-
<b>ON9</b>	40,1±1,0	18,1±0,5	0,00	0,00	0,07±0,00	3,80±0,15	0,016±0,001	16
<b>PN</b>	37,5±0,9	18,0±0,5	1,5±0,1	0,00	0,04±0,00	4,26±0,17	0,004±0,001	6
<b>SB</b>	39,9±1,0	18,1±0,5	0,00	0,00	0,64±0,01	3,86±0,15	0,008±0,001	64

Les ions Cl, F et OH ont été analysés par microsonde ionique et les éléments Ca, P, Mn et Fe par microsonde électronique (incertitude de 3%). Les données sur l'apatite de Durango (DU) sont celles de Young *et al.*, 1969. La teneur en U a été calculée à partir des densités de traces induites.

La concentration en uranium a été déterminée par la densité de traces induites en utilisant l'apatite de Durango (DU) comme référence (11 ppm, Young *et al.*, 1969). La teneur de l'échantillon Panasqueira (PN) est indicative car elle varie énormément selon les zones (Photo 11, Planche IV-6). La concentration est trop importante dans l'échantillon Madagascar (MD) pour être déterminée de cette façon et la teneur est très variable pour l'échantillon ON5 qui est fortement zoné (cf. étude en cathodoluminescence).

La présence des ions  $\text{CO}_3^{2-}$  a été étudiée par spectroscopie infrarouge et seuls les échantillons Madagascar, Ontario 5 et 9 et Sibérie possèdent les bandes caractéristiques des anions carbonates (Ben Ghouma, 1995). Tous les échantillons, à l'exception de Durango, présentent la bande caractéristique de l'ion  $\text{OH}^-$ .

Des expériences de recuit ont été réalisées pour les différents cristaux. Le comportement des cristaux vis à vis du recuit est en partie exprimée par la valeur de l'énergie d'activation (Tableau IV-6).

Tableau IV-6 : énergie d'activation calculée pour les différents échantillons à partir des diagrammes d'Arrhénius (Ben Ghouma, 1995).

Echantillon	BR	DU	HTV	MD	ON5	ON9	PN	SB
<b>Ea en eV/maille</b>	1,95	1,95	1,20	1,95	1,62	1,62	1,95	1,95
<b>Ea en kcal/mol</b>	44,93	44,93	27,6	44,93	37,33	37,33	44,93	44,93

### Etude par cathodoluminescence

#### *Spectroscopie de CL*

Les échantillons ont été montés dans un plot de résine unique afin que les conditions d'analyse soient les plus proches pour les différents échantillons.

Les échantillons étudiés sur la platine CL Technosyn montrent une luminescence assez homogène sur l'ensemble de la surface à l'exception de l'échantillon Ontario 5. L'échantillon Panasqueira montre une luminescence intense jaune qui peut être très variable selon les grains ; des zonations importantes sont mises en évidence à l'intérieur des grains. Les échantillons Brésil, Haute-Vienne, Madagascar et Sibérie montrent une luminescence homogène très faible dans le violet. L'échantillon Ontario 9 possède une luminescence homogène jaune.

L'échantillon ON5 est caractérisé par une luminescence violette très hétérogène. Les grains composés par l'assemblage de fragments présentant des luminescences violette sombre, violette claire et violette plus clair ; le tout est recoupé par des fractures dont les remplissages montrent une luminescence blanche ou rouge (Photo 12, Planche IV-6). L'examen de ces cristaux au M.E.B.

confirme cet assemblage et met en évidence en électrons rétrodiffusés et encore plus finement en images de cathodoluminescence des structures concentriques de forme ovale à ovoïde, rarement circulaire (Photos 13 et 14, Planche IV-7). Les électrons secondaires ne permettent pas d'obtenir de telles images. Ces structures peuvent être recoupées par d'autres structures ou par un réseau de fractures cicatrisées. Ces structures pourraient correspondre à l'agglomération de nucléi de cristallisation.

### *Spectrométrie de CL*

Les conditions d'analyse sont une tension de 25 kV, une intensité spot 6, une tension du PMT de 85%, une ouverture des fentes de 1 mm, un grossissement  $\times 1000$ , un temps d'acquisition de 500 ms par pas de 1 nm. Les spectres sont présentés dans la figure IV-30. Les spectres sont composés pour la majorité des échantillons par la bande UV et la bande du manganèse.

Les décompositions des spectres des échantillons sont présentées en annexe V. Les spectres des échantillons du Brésil, de Haute-Vienne et de Panasqueira sont constitués exclusivement par deux bandes, celle de  $Mn^{2+}$  et une faible bande centrée à 3,21 eV. L'échantillon Madagascar possède les bandes de  $Tb^{3+}$  (2,82 et 2,27 eV),  $Dy^{3+}$  (2,67, 2,56 et 2,13 eV) et  $Sm^{3+}$  (2,17 et 2,05 eV). La décomposition permet de mettre en évidence pour les spectres de l'échantillon Ontario 5 la présence de la bande de  $Mn^{2+}$  (2,10 eV) associée à  $Dy^{3+}$  (2,57 et 2,16 eV) et  $Sm^{3+}$  (2,06 et 1,91 eV). La différence entre les deux spectres réalisés sur les zones violet-clair ou violet-sombre (photo 12, Planche IV-6) repose sur le rapport d'aire entre les bandes à 3,6 et 3,3 eV. L'échantillon Ontario 9 possède les bandes de  $Mn^{2+}$  (2,19 eV),  $Gd^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  (2,57 et 2,16 eV) et  $Sm^{3+}$  (2,06 et 1,94 eV). L'échantillon Sibérie présente un signal de CL faible qui ne permet pas la séparation des bandes fines, à l'exception de celle de  $Dy^{3+}$  à 2,57 eV, car le spectre est trop bruité.

Plusieurs spectres ont été réalisés pour différentes zones des échantillons afin d'avoir une idée de la variation du signal. La luminescence varie bien entendu fortement pour l'échantillon Ontario 5 mais aussi pour les échantillons Brésil, Durango, Ontario 9 et Sibérie.

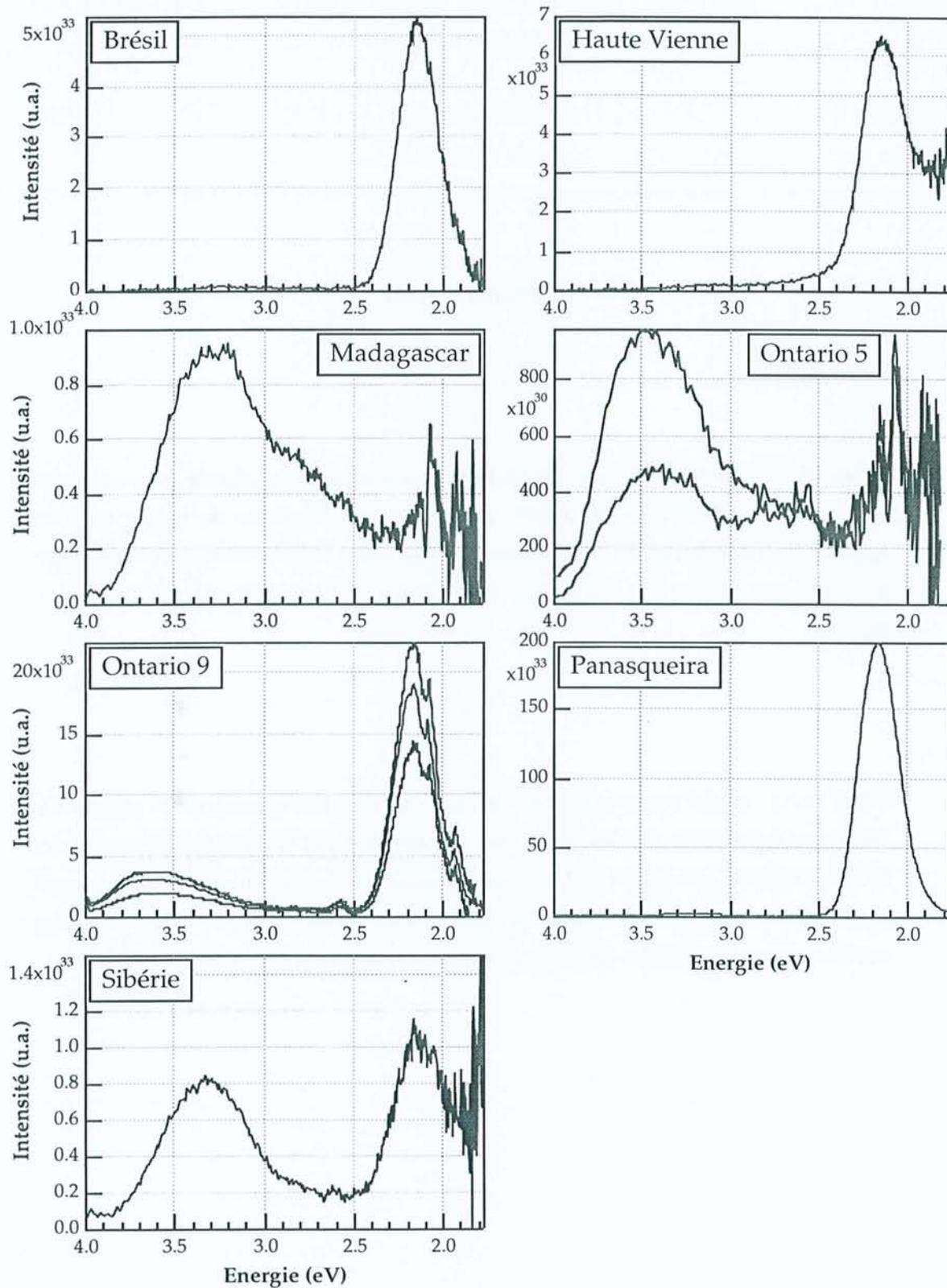


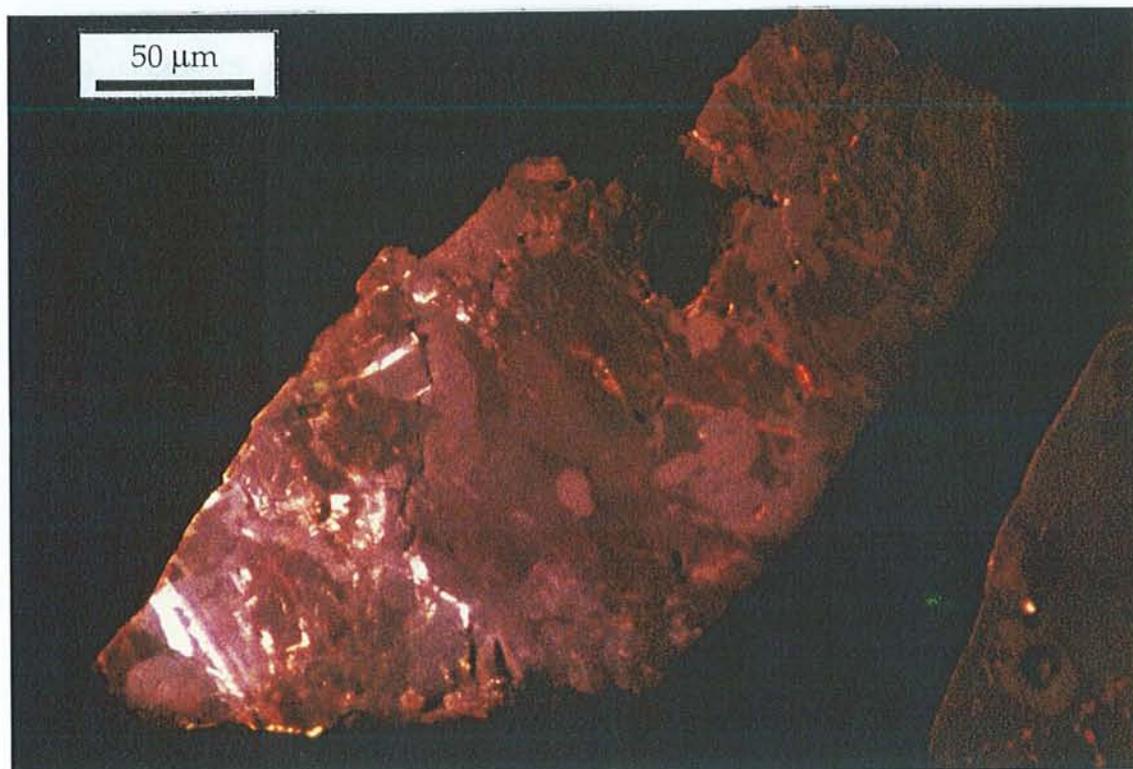
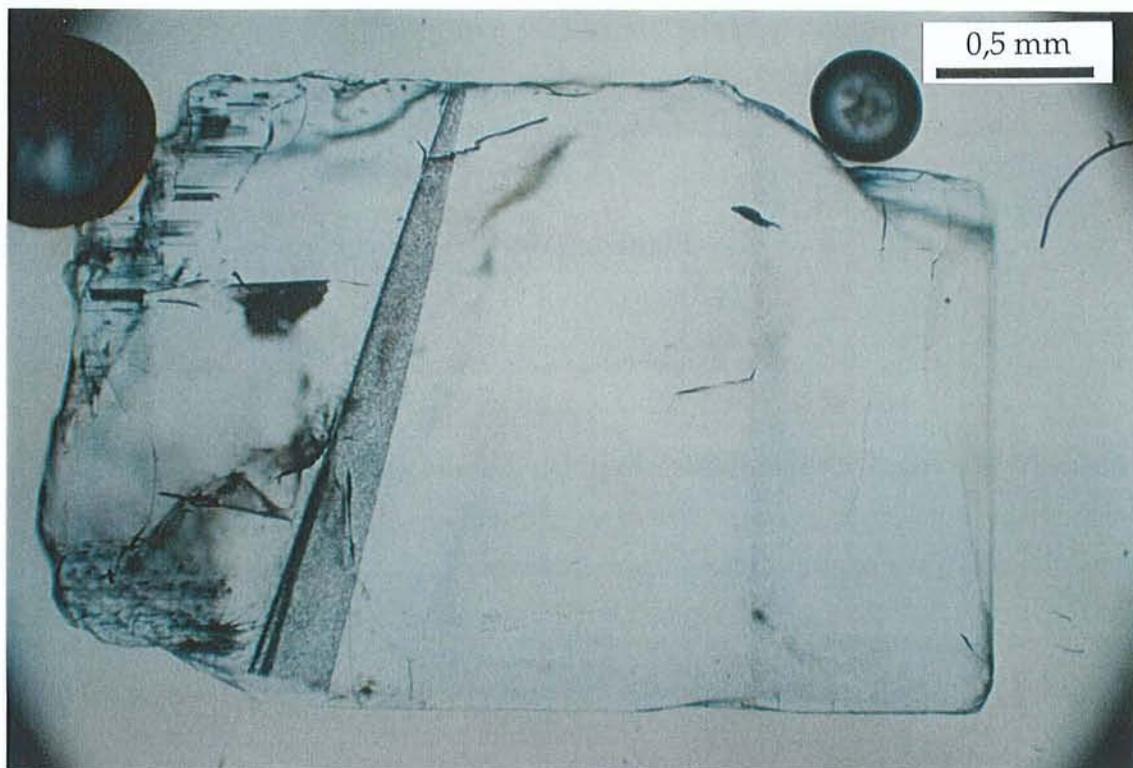
Figure IV-30 : spectres de cathodoluminescence des cristaux d'apatite à caractéristiques chimiques et de recuit connues.

### Planche IV-6

Photo IV-11 : cristal d'apatite de l'échantillon Panasqueira observé au microscope optique avec un grossissement de 500. La distribution des traces de fission induites apparaît très hétérogène ; des bandes très fines sont beaucoup plus riches en uranium que les autres parties du grain. Conditions de révélation : 0,8 HNO<sub>3</sub> pendant 45 secondes à 22±1°C.

Photo IV-12 : cristal d'apatite de l'échantillon Ontario ON5 observé sur la platine CL Technosyn (grossissement x25). Le cristal est composé par différentes structures aux contours arrondis recoupées par des fractures cicatrisées. La structure interne du grain est très complexe avec des zones, allant du violet très sombre au violet très clair, de formes ovales et parcourus par des fractures cicatrisées apparaissant blanches.

---

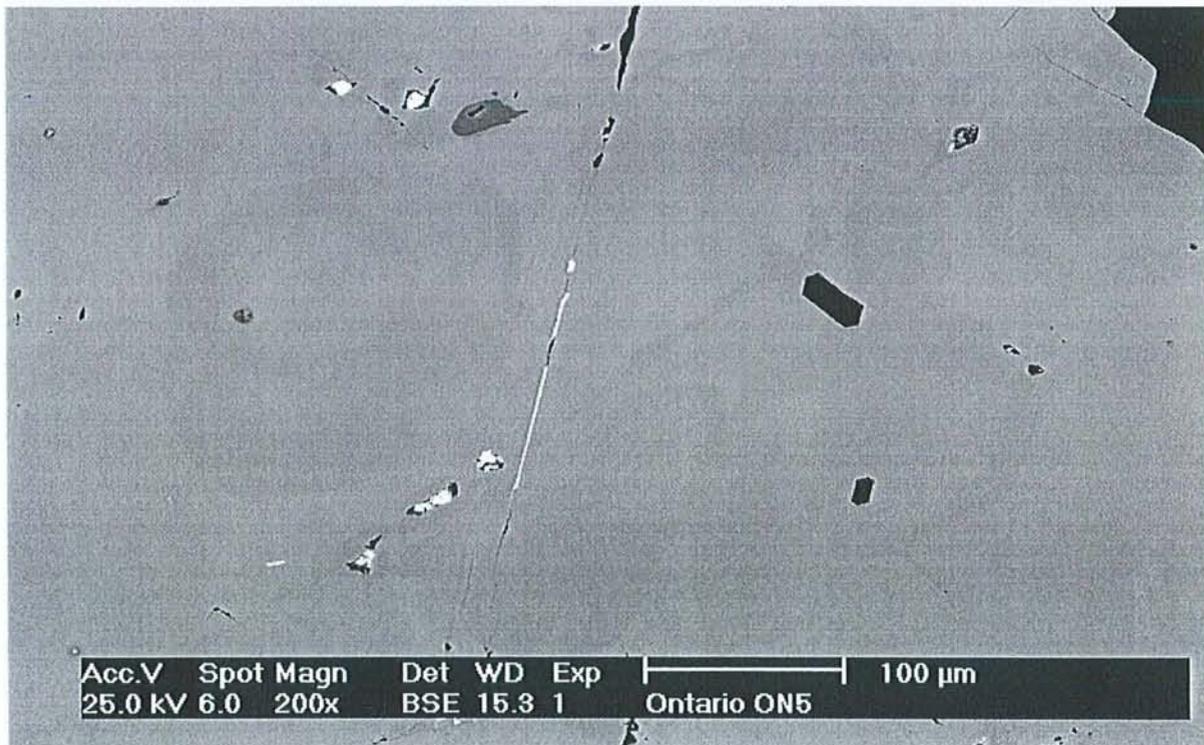
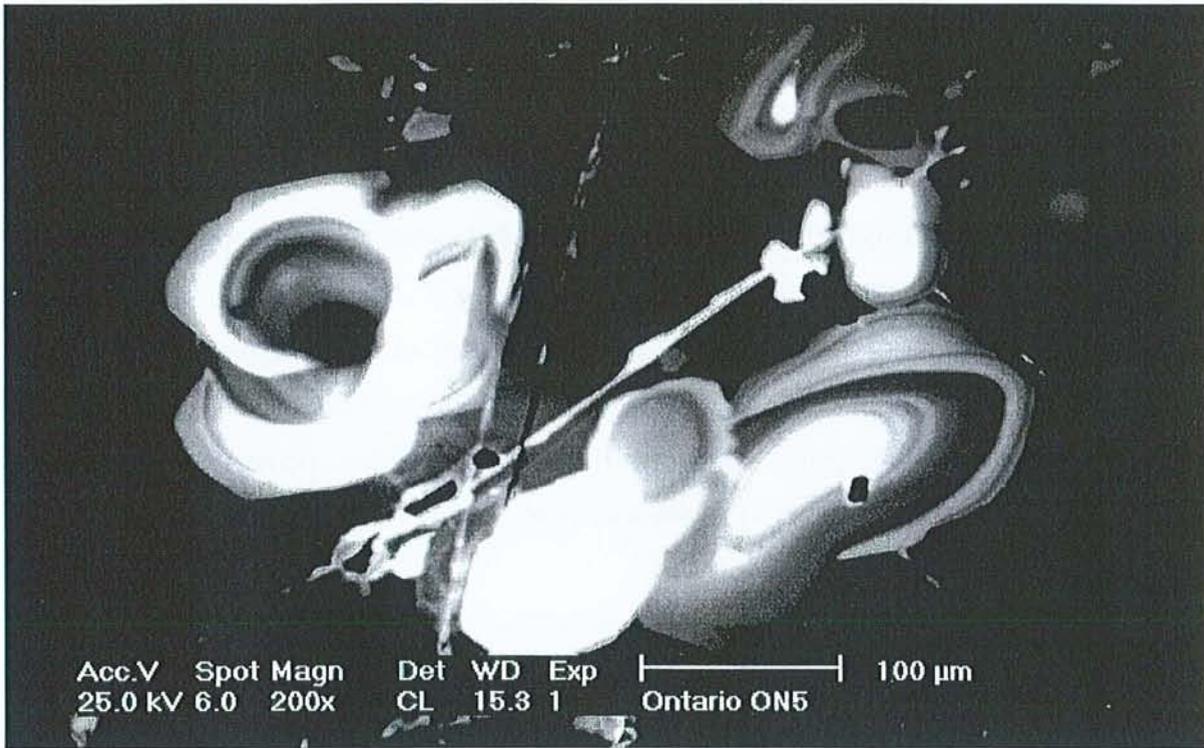


### Planche IV-7

Photo IV-13 : cristal d'apatite de l'échantillon Ontario ON5 observé au microscope électronique à balayage en image d'électrons rétrodiffusés. Des structures ovales plus sombres que la matrice peuvent être mises en évidence.

Photo IV-14 : cristal d'apatite de l'échantillon Ontario ON5 observé au microscope électronique à balayage en image de cathodoluminescence. Les structures précédentes sont parfaitement visualisées. Ces structures ovales zonées peuvent se recouper mutuellement et sont étroitement associées à un réseau de fractures. En fonction du contraste utilisé, les zones apparaissant sombres peuvent révéler l'existence de structures similaires.

---



La variabilité du signal peut être liée à la variation de teneur des centres luminescents mais aussi à des différences d'orientation cristalline (les spectres ont été réalisés sur des grains différents pour BR, DU et ON9).

Les deux échantillons les plus luminescents sont Durango et Panasqueira issus de concentrations hydrothermales respectivement de fer et de tungstène. Leurs spectres sont malgré tout très différents, constitués principalement de la bande UV pour Durango et de la bande de Mn pour Panasqueira. L'apatite de Durango est très riche en terres rares ( $\Sigma TR > 8000$  ppm) et relativement pauvre en MnO (0,1%) tandis que l'apatite de Panasqueira en moyenne est très pauvre en terres rares ( $\Sigma TR < 1000$  ppm) avec une forte anomalie positive en Eu et relativement riche en Mn ( $> 1,5\%$ ) (Knuston *et al.*, 1985) (Fig. IV-31).

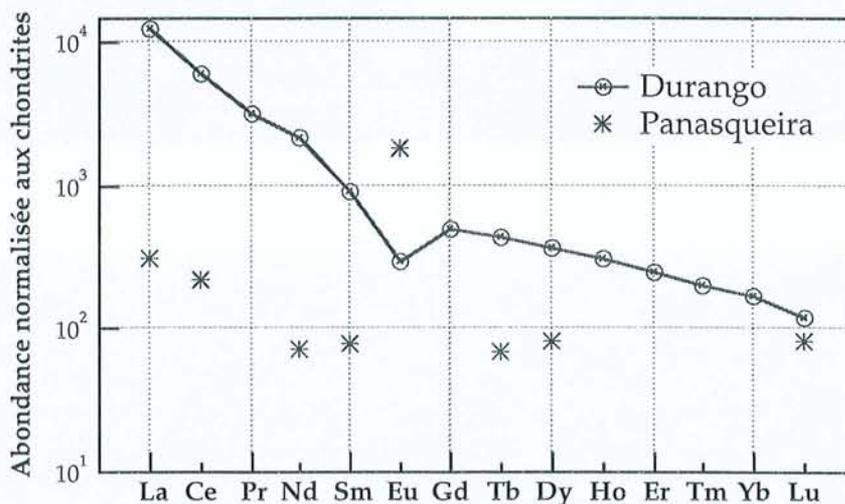


Figure IV-31 : spectres de terres rares des échantillons de Durango (Reed, 1986) et Panasqueira (Knuston *et al.*, 1985). Les données pour l'apatite de Panasqueira sont indicatives car l'étude par cathodoluminescence a montré que les zonations et le contraste chimique étaient très importants pour ces cristaux.

Les autres échantillons à l'exception de l'échantillon Ontario 9 ont des intensités inférieures à 10 mille photons comptés. Les spectres des échantillons Brésil et Haute-Vienne ne montent pas la bande UV.

Cinq échantillons (Brésil, Haute Vienne, Ontario 9, Panasqueira et Sibérie) présente la bande caractéristique de Mn<sup>2+</sup> alors que seuls les échantillons Brésil,

Haute Vienne et Panasqueira possèdent des teneurs en MnO détectables à la microsonde électronique. L'échantillon Sibérie possède une bande relative à  $Mn^{2+}$  de faible intensité ; la teneur en  $Mn^{2+}$  est inférieure au seuil de détection de la microsonde électronique (Tableau IV-7).

Quatre échantillons (Madagascar, Ontario 5 et 9 et Sibérie) présentent la bande UV d'intensité relativement faible (Durango présente également cette bande mais pour une intensité beaucoup plus forte). Ces quatre échantillons possèdent des ions  $CO_3^{2-}$  substitués aux groupements  $PO_4^{3-}$  générant un déficit de charge qui peut provoquer des changements dans le réseau pour conserver la neutralité électrique.

### Photoluminescence en temps résolu

Le spectre de l'échantillon du Brésil est constitué par la bande de  $Mn^{2+}$  sur laquelle se superposent les bandes de  $Dy^{3+}$ . Les bandes relatives à  $Ce^{3+}$  et à  $Eu^{2+}$  sont également présentes.

Le spectre de l'échantillon Haute-Vienne est constitué en très grande partie par  $Mn^{2+}$ .  $Ce^{3+}$  et  $Dy^{3+}$  sont représentés par des bandes de très faible intensité.

Le spectre de l'échantillon Madagascar est composé principalement par les bandes de  $Ce^{3+}$  et de  $Eu^{2+}$ . Les terres rares  $Tb^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$  sont également présentes. Deux activateurs à très long temps de décroissance sont mis en évidence :  $Mn^{2+}$  et un élément possédant un temps encore plus long situé à 432 nm.

Le spectre de l'échantillon Panasqueira est composé par une intense bande de  $Eu^{2+}$  et par les bandes de  $Mn^{2+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Tb^{3+}$ . La bande intense de  $Eu^{2+}$  est associée à une teneur importante en  $Eu^{2+}$  déterminée par microsonde ionique. Des études antérieures de photoluminescence sur l'apatite de Panasqueira ont bien montré que les deux activateurs principaux sont  $Eu^{2+}$  et  $Mn^{2+}$  (Leckebusch, 1979). Une autre bande située à 628 nm est également présente et pourrait correspondre à  $Gd^{3+}$ . Cet échantillon n'est pas le même que celui étudié en cathodoluminescence.

Le spectre de l'échantillon Sibérie est formé en grande partie par les bandes de  $Ce^{3+}$  et de  $Eu^{2+}$ .  $Dy^{3+}$  et  $Mn^{2+}$  sont exprimés par des bandes de très faible intensité entre 450 et 600 nm.

---

## B. RELATION ENTRE SPECTRES DE CATHODOLUMINESCENCE ET TENEURS POUR LES DIFFERENTS ACTIVATEURS

---

### 1) Les terres rares ( $Gd^{3+}$ , $Dy^{3+}$ , $Sm^{3+}$ et $Tb^{3+}$ )

Les relations entre les aires des bandes de cathodoluminescence pour les différentes terres rares mises en évidence par la CL et les teneurs déterminées par microsonde ionique sont examinées.

D'un point de vue qualitatif, la spectrométrie de CL est un bon indicateur de la présence ou de l'absence des terres rares  $Gd^{3+}$ ,  $Ce^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$ ,  $Tb^{3+}$  et  $Sm^{3+}$ . Par exemple, l'observation des spectres de l'apatite d'Arendal et de celle de Dandarragan montre que les terres rares sont présentes dans l'échantillon Arendal et sont absentes dans l'échantillon Dandarragan. L'analyse par microsonde ionique indique que les teneurs en terres rares lourdes, qui sont les principaux activateurs de la CL, sont de 772 et 8 ppm respectivement pour ces deux échantillons. Pour l'échantillon Planzollas, l'examen des spectres de CL indique que le grain b4 est plus riche en terres rares ( $Tb^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$ ) que le grain a1 et encore plus que le grain a3. Ceci est vérifié par l'analyse sonde ionique des teneurs en terres rares.

De même l'observation de l'échantillon Ødegårdens Verk par spectroscopie ou spectrométrie de CL montre que les différents grains ont des compositions chimiques variables ; ceci est vérifié par les analyses microsonde ionique où les teneurs en terres rares varient significativement et les aires des bandes de terres rares pour le grain O1 qui possède le plus de terres rares sont plus grandes que pour le grain O2.

Ce type d'observation peut être multiplié pour d'autres échantillons. Mais il est nécessaire pour obtenir des résultats plus précis d'individualiser les bandes propres à chaque activateur. La décomposition des spectres représente ainsi un outil précieux pour la quantification.

---

Les bandes de  $Gd^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$ ,  $Sm^{3+}$  et  $Tb^{3+}$  ont été systématiquement décomposées et leurs aires corrélées aux teneurs déterminées par microsonde ionique afin d'étudier la relation entre l'aire des bandes et la teneur (les relations avec  $Ce^{3+}$  sont traités à part dans le chapitre IV-C). Les aires des différentes bandes résultantes de la décomposition sont présentées dans le tableau IV-7 pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable et dans le tableau IV-8 pour l'échantillon 3 du bassin de Paris. Les deux séries d'échantillons sont traitées dans des figures séparées car les conditions de bruit de fond (vide, métallisation, position de l'échantillon par rapport au miroir) peuvent être différentes et générer des incertitudes supplémentaires.

Tableau IV-7 : aires des différentes bandes de cathodoluminescence après décomposition en gaussiennes et teneur des activateurs supposés pour les cristaux à rapport Cl/F variable.

	A1	A2	B1	B2	Da	Du	Fa1	G2	O1	O2	Sk1
Aire à 3,96 eV	7,63	5,63	3,85	2,85	-	4,68	5,00	10,87	7,62	4,19	12,18
Teneur en $Gd^{3+}$	81	79	37	37	2	100	107	61	194	160	116
Aire à 3,6 eV	0,60	0,38	13,49	0,94	-	11,68	1,64	7,42	3,29	0,66	16,49
Aire à 3,3 eV	-	-	3,56	0,75	0,48	5,19	1,25	12,16	1,00	0,65	3,01
Teneur en $Ce^{3+}$	47	48	1085	1073	39	3700	1096	1843	968	743	1777
Aire à 2,57 eV	2,02	1,09	0,62	0,55	-	1,48	0,98	1,32	1,07	0,36	4,03
Aire à 2,156 eV	6,27	2,75	1,18	0,95	-	0,55	2,00	1,70	1,39	0,67	4,52
Teneur en $Dy^{3+}$	239	241	29	27	2	90	127	42	192	167	107
Aire à 2,27 eV	4,73	1,87	15,78	5,40	-	-	6,96	-	2,93	2,36	28,80
Teneur en $Tb^{3+}$	16	16	3	3	0	16	15	6	19	15	10
Aire à 2,194 eV	-	-	1,39	1,39	-	-	0,89	-	0,36	0,09	2,23
Aire à 2,066 eV	-	-	0,20	1,30	-	1,24	1,56	3,21	1,07	0,30	5,37
Aire à 1,916 eV	-	-	0,62	0,39	-	0,75	0,88	1,56	0,58	0,08	2,18
Teneur en $Sm^{3+}$	29	29	57	64	3	135	118	112	212	195	159

Les unités d'aire pour les différentes bandes ne sont pas identiques ( $10^{31}$  pour  $Gd^{3+}$  et  $Tb^{3+}$ ,  $10^{32}$  pour  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$  et  $10^{33}$  pour le  $Ce^{3+}$ ).

### Gadolinium (3,96 eV - 313 nm)

La bande de  $Gd^{3+}$  apparaît particulièrement intéressante car elle se situe relativement isolée dans le spectre de CL, ne pouvant être affectée que par la

présence de  $\text{Er}^{3+}$  (comme dans le cas de l'échantillon 3 du bassin de Paris où cette bande est trop faible pour être décomposée) et celle de la bande UV.

Tous les cristaux à rapport Cl/F variable, à l'exception de Dandarragan, possèdent des teneurs importantes en  $\text{Gd}^{3+}$  et présentent des spectres où la bande à 3,96 eV est présente. Cette bande est très réduite dans le cas des échantillons Bamble B2, Durango et Gun-F dont les spectres sont caractérisés par une intense bande UV. Les cristaux Arendal A1 et A2 présentent une teneur en  $\text{Gd}^{3+}$  identique et des spectres de CL dont l'intensité de la bande de  $\text{Gd}^{3+}$  est assez différente bien que les spectres de CL et les points de microsonde ionique aient été réalisés au même endroit.

La relation entre la teneur en  $\text{Gd}^{3+}$  et l'aire de la bande à 3,96 eV n'est pas très bonne en considérant tous les échantillons (Fig. IV-32a). Cependant, les teneurs supérieures à 150 ppm de  $\text{Gd}^{3+}$  correspondent à l'échantillon Ødegårdens Verk qui montre une hétérogénéité importante (Photo IV-10, Planche IV-5) pouvant entraîner des différences entre CL et microsonde ionique. En excluant cet échantillon, la relation entre teneur et aire est linéaire jusqu'à une concentration de 100 ppm ; un seuil est ensuite atteint.

De plus, il demeure difficile de s'absoudre de l'influence de la bande UV qui pour les échantillons où elle est intense, rend la décomposition de la bande de  $\text{Gd}^{3+}$  moins précise. L'augmentation de l'intensité de cette bande se traduit par l'augmentation de sa largeur à mi-hauteur et par un certain recouvrement de la bande du  $\text{Gd}^{3+}$  ce qui entraîne une mauvaise estimation de l'aire de la bande de  $\text{Gd}^{3+}$  (une surestimation de l'aire de la bande de  $\text{Gd}^{3+}$  pour B2, G2 et Sk et une sous-estimation pour Du).

Pour l'échantillon 3 du bassin de Paris, la relation entre la teneur et l'aire est identique à la relation précédente en excluant trois grains (les grains c2, g4 et d3) : l'augmentation de l'aire est linéaire jusqu'à une concentration de 100 ppm ; les données sont insuffisantes pour se prononcer pour les concentrations supérieures (Fig. 32b). Les trois grains en dehors de la relation correspondent aux grains les plus riches en terres rares (Annexe IV). Il est à noter que l'échantillon Ødegårdens Verk est un échantillon possédant des teneurs en terres rares importantes.

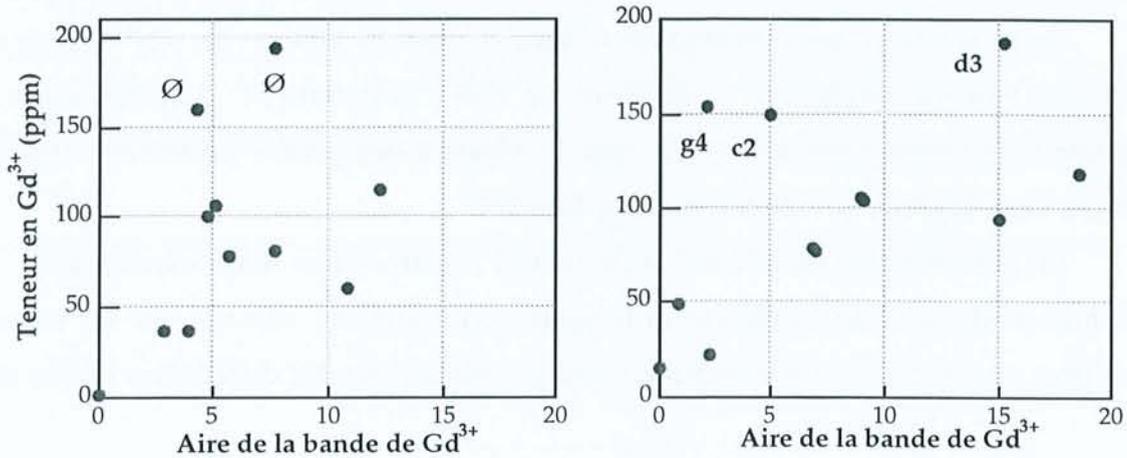


Figure IV-32 : relation entre la teneur en Gd<sup>3+</sup> et l'aire de la bande de Gd<sup>3+</sup> obtenue après décomposition. a) : cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable ; b) : grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris. La relation entre la teneur en Gd<sup>3+</sup> et l'intensité de la bande de Gd<sup>3+</sup> donne des résultats comparables.

De la même façon que pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable, l'influence de la bande UV sur le calcul de l'aire de la bande de Gd<sup>3+</sup> est grande. L'aire de la bande de Gd<sup>3+</sup> est plus importante quand l'aire de la bande UV est grande, à teneur en Gd<sup>3+</sup> constante (Fig. IV-33).

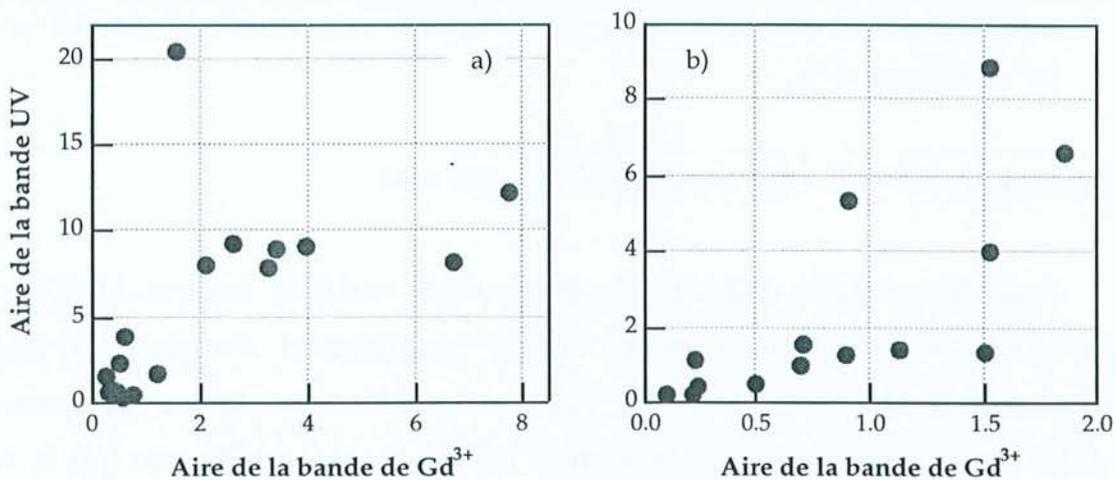


Figure IV-33 : relation entre les aires de la bande UV et de la bande de Gd<sup>3+</sup> obtenue après décomposition en gaussiennes pour les échantillons 1 (a) et 3 (b) du bassin de Paris. L'augmentation de l'aire de la bande UV entraîne une augmentation de celle de Gd<sup>3+</sup>.

Cette relation peut également traduire que la teneur en  $Ce^{3+}$  (activateur principal de la bande UV ; IV-C) et en  $Gd^{3+}$  augmentent parallèlement. Les spectres de terres rares montrent que la plupart des grains possèdent autant de terres rares légères que de terres rares lourdes.

Le lien entre bande UV et bande de  $Gd^{3+}$  trouve ainsi deux explications : une influence de la taille (intensité et largeur à mi-hauteur) des bandes les unes par rapport aux autres et un enrichissement parallèle pour les différentes terres rares.

Tableau IV-8 : aires des différentes bandes de cathodoluminescence après décomposition en gaussiennes et teneur des activateurs supposés pour l'échantillon 3 du bassin de Paris.

	a7	b4	c2	d3	e2	f3	f5	g4	g7	i4	i7	i8
Aire à 3,96 eV	0,69	0,91	0,49	1,53	0,89	0,69	1,51	0,21	0	0,09	0,22	1,86
Teneur en $Gd^{3+}$	79	104	149	188	105	77	95	154	15	50	22	118
Aire à 3,6 eV	1,02	5,36	0,50	4,05	1,26	1,58	1,36	0,23	27,10	0,24	1,14	6,63
Aire à 3,3 eV	2,96	8,27	3,18	14,95	5,18	11,85	6,08	1,25	27,72	2,36	4,37	24,00
Teneur en $Ce^{3+}$	419	1049	575	837	480	423	334	389	1275	628	387	1048
Aire à 2,57 eV	2,35	2,66	3,48	4,93	6,92	4,17	3,74	1,98	0	0,87	0,76	5,07
Teneur en $Dy^{3+}$	129	85	252	183	180	86	83	224	7	79	35	86

Les unités des aires ne sont pas identiques pour les différentes bandes ( $10^{31}$  pour  $Gd^{3+}$  et  $Dy^{3+}$  et  $10^{32}$  pour  $Ce^{3+}$ ).

#### Dysprosium (2,57 eV - 482 nm et 2,156 eV - 575 nm)

Tous les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable, excepté Dandarragan, possèdent des teneurs importantes en  $Dy^{3+}$  notamment Arendal (240 ppm) et Ødegårdens Verk (entre 167 et 211 ppm) et tous les échantillons présentent ses bandes caractéristiques. La relation entre teneur et aire, qu'elle que soit la bande, indique une mauvaise relation car l'ensemble des échantillons présentent des bandes d'aires comparables alors que la teneur en  $Dy^{3+}$  varie d'un facteur 10 (Fig. IV-34). Ceci peut s'expliquer par le fait que la bande à 2,156 eV se situe à l'intérieur de celle de  $Mn^{2+}$  et que la bande à 2,57 eV peut être associée à celles à 2,63 eV de  $Er^{3+}$  et à 2,53 eV de  $Tb^{3+}$ , augmentant ainsi l'aire de la bande du  $Dy^{3+}$  quand ces dernières ne sont pas individualisées. De la même façon que pour  $Gd^{3+}$ , les

échantillons Arendal où deux grains possèdent des teneur identiques et des aires différentes et Ødegårdens Verk où la variabilité est grande, posent problèmes.

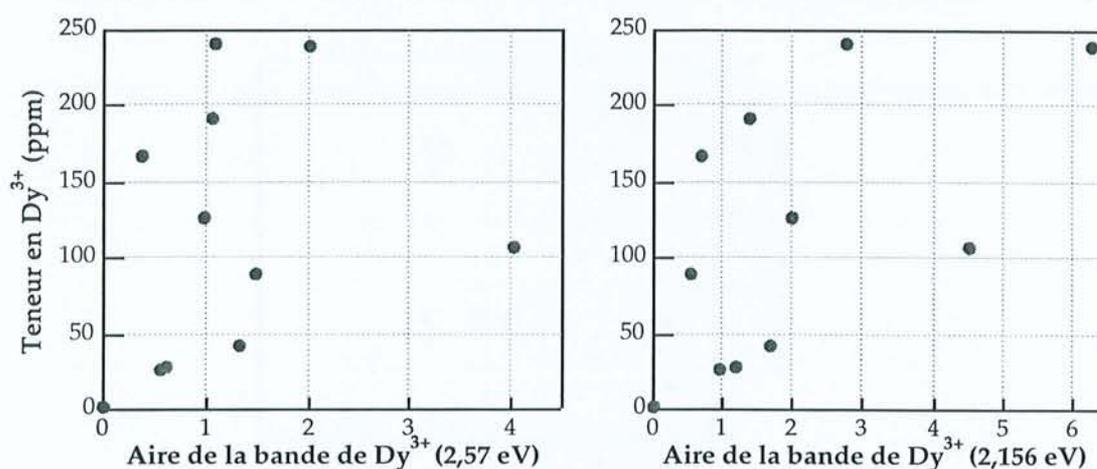


Figure IV-34 : relation entre l'aire des bandes de cathodoluminescence à 2,57 et 2,15 eV et la teneur en Dy<sup>3+</sup> déterminée à la microsonde ionique pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.

Le rapport entre l'aire de la bande à 2,156 eV et celle à 2,57 eV permet d'individualiser deux groupes d'échantillons : les échantillons présentant, ou non, la bande de Mn<sup>2+</sup>. Les échantillons dont les spectres CL ne montrent pas la bande de Mn<sup>2+</sup> (Durango, Ødegårdens Verk et Skaaland Mine) ont un rapport inférieure à 1,9 tandis que les échantillons dont les spectres sont marqués par la présence du manganèse ont un rapport supérieur ou égal à 1,9. Ceci peut montrer que la décomposition des spectres de CL en gaussiennes ne permet pas d'isoler correctement les bandes relatives aux terres rares comprises à l'intérieur de la bande de Mn<sup>2+</sup>.

Pour les grains de l'échantillons 3 du bassin de Paris, la relation est similaire à celle obtenue pour Gd<sup>3+</sup>. A condition de ne pas tenir compte des échantillons aux teneurs en terres rares les plus importantes (les grains g4, c2 et d3), la relation entre la teneur et l'aire est linéaire (Fig. IV-35). Il demeure l'incertitude liée à la présence de Tb<sup>3+</sup> et Er<sup>3+</sup>. Si l'influence de la bande de Tb<sup>3+</sup> (2,53 eV) est négligeable car sa teneur est faible, il n'en est pas de même de celle de l'Er<sup>3+</sup> (2,63 eV). La

décomposition en trois bandes de la bande à 2,55 eV reste très délicate car le "pouvoir discriminatoire" de la décomposition en gaussiennes n'est pas suffisant.

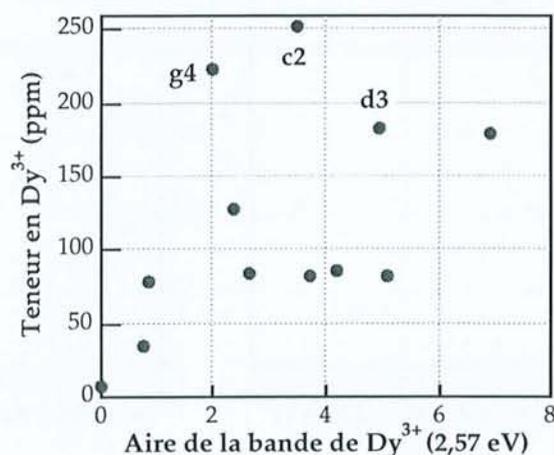


Figure IV-35 : relation entre l'aire de la bande de Dy<sup>3+</sup> et la teneur en Dy<sup>3+</sup> pour quelques grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris

#### Samarium (2,066 eV - 600 nm et 1,91 eV - 649 nm)

Tous les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable possèdent des teneurs en Sm<sup>3+</sup> supérieures à 100 ppm excepté Dandaragan et Arendal (29 ppm) et tous les échantillons présentent les bandes du Sm<sup>3+</sup> excepté Dandarragan et Arendal. Une bonne corrélation existe entre aire et teneur pour la bande à 1,91 eV qui peut être facilement mise en évidence par décomposition et pour la bande à 2,066 eV qui se situe à l'intérieur de la plus large bande de Mn<sup>2+</sup> (Fig. IV-36).

Les deux points de l'échantillon Ødegårdens Verk (autour de 200 ppm de Sm<sup>3+</sup>) sont discordants par rapport aux autres points ; ceci peut être lié à l'hétérogénéité des cristaux.

#### Terbium

La mise en évidence de la bande de Tb<sup>3+</sup> est délicate car elle est facilement cachée par celles de Ce<sup>3+</sup> ou Mn<sup>2+</sup>. Ainsi pour des teneurs comparables, les échantillons Arendal et Ødegårdens Verk montrent les bandes caractéristiques tandis que pour Durango et Faraday, elles ne sont pas observables. L'échantillon Arendal est significatif car les bandes à 3,25, 2,98 et 2,83 eV peuvent

individualisées en raison de l'absence de la bande de  $Ce^{3+}$ . Les teneurs en  $Tb^{3+}$  sont néanmoins trop faibles pour pouvoir établir des relations fiables.

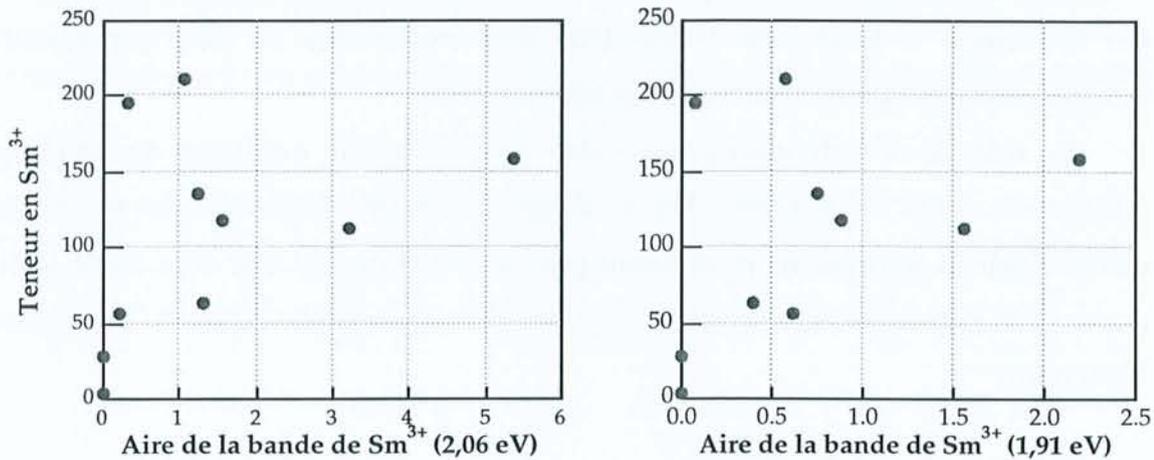


Figure IV-36 : relation entre l'aire des bandes de cathodoluminescence à 1,91 et 2,06 eV et la teneur en  $Sm^{3+}$  déterminée à la microsonde ionique pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable. La relation entre la teneur en  $Sm^{3+}$  et l'aire de la bande à 2,19 eV (566 nm) n'est pas présentée car cette bande n'a pas été mise en évidence pour tous les grains.

#### Prise en compte de l'orientation et de la teneur en terres rares

La meilleure corrélation pour les grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris entre la teneur en activateur et son aire de cathodoluminescence par rapport aux cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable peut s'expliquer par l'importance de l'orientation des cristaux (chapitre III-D-3). Tous les grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris ont été analysés selon leur face prismatique alors que l'orientation n'a pas pu être prise en compte pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable. Des orientations différentes pourraient être responsables de la non reproductibilité des spectres, en particulier pour l'échantillon Arendal où les teneurs en terres rares sont les mêmes.

L'orientation des cristaux n'est cependant pas la seule explication. La dispersion systématique des échantillons c2, g4 et d3 peut être liée à leur teneur en terres rares lourdes. En effet, ces trois grains sont ceux qui possèdent le plus de terres rares lourdes. Or, les principaux activateurs de CL se comptent parmi les terres rares lourdes (Gd, Tb, Dy, Er). Il est possible, par conséquent, que ces

activateurs de CL se comportent comme des inhibiteurs pour d'autres activateurs et que l'énergie ne soit pas transmise intégralement sous forme d'énergie radiative. Ceci a déjà été évoqué dans les semi-conducteurs pour les terres rares par Townsend & Rowlands (1999). Une telle explication ne peut cependant pas être présentée pour les cristaux d'apatite naturels.

Le rôle de co-activateurs peut être proposé pour expliquer les différences d'intensité entre les spectres. Les analyses chimiques réalisées par microsondes électronique et ionique ne permettent pas de trancher sur leur rôle. Seul le titane a pu être considéré et sa teneur ne semble pas jouer dans la variation de l'intensité.

## Conclusion

Ces résultats montrent qu'à condition d'utiliser la spectrométrie et de décomposer systématiquement les spectres de CL, la cathodoluminescence permet d'apporter des informations semi-quantitatives sur les teneurs en terres rares pour les éléments Gd, Dy et Sm. Le traitement des spectres ne permet pas de s'affranchir complètement de l'interaction des autres bandes de CL.

Ces résultats ont cependant été acquis pour des variations des teneurs en terres rares faibles pour lesquelles les relations sont difficiles à établir. Des échantillons plus riches en terres rares ou dont les teneurs sont plus contrastées seraient plus aisés à étudier.

## **2) Relation entre bande du manganèse et teneur en $Mn^{2+}$**

Les spectres des échantillons de la bordure ardéchoise, dont les concentrations en  $Mn^{2+}$  et en  $Fe^{2+}$  sont variables et représentatives du domaine compris entre 0 et 1% poids de  $MnO$  et de  $FeO$ , ont été systématiquement décomposés en gaussiennes. Les résultats en ce qui concerne la bande de  $Mn^{2+}$  sont présentés dans le tableau IV-9.

A l'exception de l'échantillon Planzolle, les grains des différents échantillons présentent des teneurs assez proches et une aire de la bande de  $Mn^{2+}$  comparable bien que les grains i1 et l1 de l'échantillon La Chastelle ou encore c5 et g2 de

l'échantillon Chavade ont des teneurs très proches et une aire de la bande de  $Mn^{2+}$  significativement différente. Pour l'échantillon Planzolles, la corrélation est assez mauvaise entre la teneur en MnO et en FeO et l'aire de la bande de  $Mn^{2+}$  en particulier pour les grains a3 et c3 qui ont la même composition en MnO et FeO et une aire très différente. L'échantillon La Chastelle présente une luminescence très faible et une teneur en FeO de 1% poids.

Tableau IV-9 : teneurs en MnO et en FeO et résultats de la décomposition de la bande du  $Mn^{2+}$  pour les échantillons Chavade, La Chastelle, Mercou, Planzolles et Pendu de la bordure ardéchoise.

	Grain	Bande de $Mn^{2+}$		MnO	FeO	Fe/Mn
		Centre	Aire	% poids	% poids	
<b>Chavade</b>	a2	2,19	12,73	0,38	0,31	0,82
	c5	2,19	7,15	0,3	0,22	0,73
	d3	2,17	20,69	0,34	0,29	0,85
	g2	2,17	18,29	0,33	0,33	1,00
<b>La Chastelle</b>	d1	2,15	7,06	0,48	0,98	2,04
	g1	2,15	4,85	0,58	1,04	1,79
	g3	2,15	6,87	0,39	0,96	2,46
	i1	2,14	4,27	0,43	1,27	2,95
	k2	2,15	11,95	0,32	1,16	3,63
	l1	2,15	8,13	0,43	1,24	2,88
<b>Mercou</b>	c4	2,14	5,18	0,07	0,05	0,71
	d5	2,09	4,87	0,06	0,02	0,33
	e1	2,16	6,91	0,02	0	0,00
	e7	2,14	5,84	0,08	0	0,00
<b>Planzolles</b>	a1	2,17	19,00	1,22	0,69	0,57
	a3	2,17	84,27	0,58	0,3	0,52
	b4	2,13	13,97	0,42	0,29	0,69
	c3	2,17	55,45	0,58	0,29	0,50
	f2	2,18	27,10	0,62	0,45	0,73
	g3	2,15	67,10	0,75	0,49	0,65
	g4	2,19	24,26	0,25	0,16	0,64
<b>Pendu</b>	a6	2,16	6,12	0,65	0,65	1,00
	b6	2,16	7,43	0,69	0,52	0,75
	e6	2,17	9,48	0,77	0,41	0,53

La décomposition a été réalisée en utilisant selon les échantillons entre 3 et 6 bandes : les positions de départ sont 2,27 eV ( $Tb^{3+}$ ), 2,194 eV ( $Sm^{3+}$ ), 2,17 eV ( $Mn^{2+}$ ), 2,156 eV ( $Dy^{3+}$ ), 2,066 eV ( $Sm^{3+}$ ) et 1,916 eV ( $Sm^{3+}$ ).

Les échantillons du Pendu et de Planzolles se situent dans le même domaine de teneur ( $0,55 < MnO \text{ \% poids} < 0,80$  et  $0,30 < FeO \text{ \% poids} < 0,65$ ) et présentent des

intensités très différentes. L'intensité de la bande de  $Mn^{2+}$  ne dépend pas par conséquent uniquement de la teneur en  $Mn^{2+}$ , ni du rapport Fe/Mn. La figure IV-37 présente l'aire de la bande de  $Mn^{2+}$  en fonction de la teneur en MnO (% poids) et le rapport Fe/Mn. Il apparaît que l'aire de la bande de  $Mn^{2+}$  est très mal corrélée à la teneur en MnO.

Il apparaît que l'effet inhibiteur du fer ne se manifeste pas dans l'apatite pour les conditions utilisées pour des concentrations de l'ordre de 1% poids bien que l'intensité soit réduite. Une concentration de 30-60 ppm (Machel, 1983) ou supérieure à 1000 ppm (El Ali *et al.*, 1993) est proposé comme seuil pour l'inhibition du signal de CL par le fer dans la calcite.

L'origine des grains peut être un facteur déterminant pour expliquer les variations de la luminescence du  $Mn^{2+}$ . En effet, il apparaît que les grains du grès de Planzolles montrent une luminescence plus importante que ceux du gneiss du Pendu alors que les échantillons ont été observés dans les mêmes conditions et possèdent le même rapport Fe/Mn.

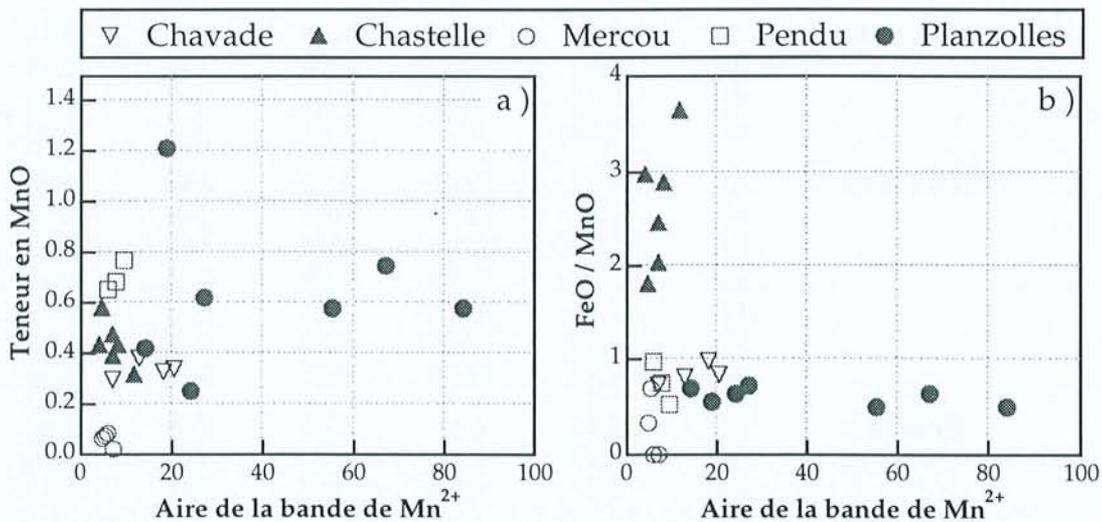


Figure IV-37 : échantillons de la bordure ardéchoise : a) relation entre la teneur en MnO déterminée par microsonde électronique et l'aire de la bande de  $Mn^{2+}$  ; b) relation entre le rapport Fe/Mn et l'aire de la bande de  $Mn^{2+}$ .

L'échantillon Planzolles dont l'aire de la bande de Mn varie d'un facteur 4 permet d'apporter une explication à cette mauvaise relation entre teneur et aire pour la bande de  $Mn^{2+}$ . Il apparaît que l'aire de la bande de  $Mn^{2+}$  est contrôlée par la teneur en terres rares (Fig. IV-38). De fortes teneurs en terres rares inhiberaient la luminescence de  $Mn^{2+}$ , par exemple en formant des transitions non-radiatives. Cette idée est en accord avec le comportement singulier des grains du bassin de Paris les plus riches en terres rares qui montrent systématiquement une petite aire pour leurs bandes de terres rares. Les données sont néanmoins pas suffisantes pour trancher.

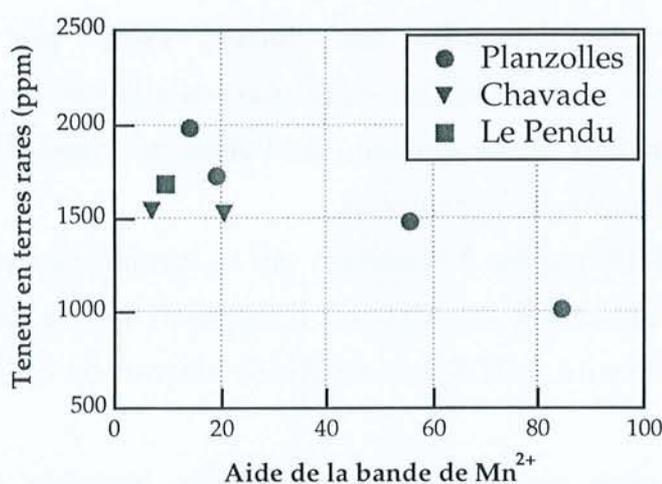


Figure IV-38 : relation entre la teneur en terres rares déterminée par microsonde ionique et l'aire de la bande de  $Mn^{2+}$  obtenue par décomposition pour quelques grains des échantillons Chavade, Pendu et Planzolles (bordure ardéchoise).

La mauvaise corrélation entre l'aire de  $Mn^{2+}$  et sa concentration peut être liée à un effet de seuil. El Ali *et al.* (1993) ont montré dans la calcite qu'il existait une relation linéaire entre l'intensité de luminescence et la teneur en  $Mn^{2+}$  uniquement pour des concentrations inférieures à 400 ppm. Le même phénomène peut se produire pour l'apatite.

Pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable, les teneurs en  $Mn^{2+}$  sont trop faibles pour établir des corrélations entre teneur et intensité de la bande de  $Mn^{2+}$  (Annexe III). Seuls les échantillons Arendal, Faraday et Gun-F possèdent

une teneur en MnO comprise entre 0,1 et 0,2 % poids et montrent une bande associée à l'activation par  $Mn^{2+}$  dans leurs spectres de cathodoluminescence. Les autres échantillons ne possèdent pas de MnO mais ne montrent pas de bande de  $Mn^{2+}$ . Le spectre du cristal Bamble B2 présente la bande de  $Mn^{2+}$  alors que la teneur en MnO est nulle. Ceci peut s'expliquer par une hétérogénéité du cristal, les points de sonde et les spectres n'ayant pas été réalisés exactement au même endroit du cristal.

### 3) Limites de détection

La limite de détection des terres rares par spectrométrie de cathodoluminescence dépend des conditions d'analyse et particulièrement de l'intensité du faisceau, de la tension, de l'élément considéré et de la présence d'autres activateurs dans l'échantillon.

La figure III-15 montre l'évolution de la luminescence pour une intensité différente dans un cristal de Balazuc. Il apparaît que si la bande du  $Gd^{3+}$  est présente dès l'intensité spot 5, son intensité augmente très fortement pour les spots 6 et 7.

Les terres rares possèdent des limites de détection différentes. Pour les conditions classiquement utilisées au cours de cette étude - c'est à dire une tension de 25 kV, une intensité spot 7, des fenêtres de 1 mm, 83% PMT, un temps de comptage de 500-1000 ms - la limite de détection de  $Gd^{3+}$  se situe autour de 20 ppm (entre 15 et 22 ppm pour les différents grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris), de  $Dy^{3+}$  entre 7 et 35 ppm (grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris), de  $Sm^{3+}$  entre 29 et 60 ppm (échantillons Arendal et Bamble) et autour de 10 ppm pour  $Tb^{3+}$  (cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable).

La présence des bandes d'autres centres lumineux en particulier les bandes UV et de  $Mn^{2+}$  occultent les bandes fines et peu intenses des terres rares et modifient les seuils de détection. La décomposition des spectres est à cet égard très utile pour isoler les bandes principalement de  $Dy^{3+}$  et de  $Sm^{3+}$  malgré la présence par exemple de  $Mn^{2+}$ . L'exemple de l'échantillon Arendal est significatif : la bande UV très réduite permet l'observation, par le biais de la décomposition, des quatre bandes de  $Tb^{3+}$ , des bandes de  $Er^{3+}$ . A l'opposé, la bande de  $Gd^{3+}$  dans l'échantillon

---

Durango, malgré une teneur en  $Gd^{3+}$  de 100 ppm, est difficile à mettre en évidence en raison d'une très intense bande UV.

La limite de détection des terres rares pour la spectrométrie de cathodoluminescence est par conséquent très basse, inférieure à quelques dizaines de ppm pour les éléments  $Gd^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$ ,  $Sm^{3+}$  et  $Tb^{3+}$ . De plus, elle apparaît très inférieure à celle de la microsonde électronique ou des électrons rétrodiffusés au M.E.B. comme le montre l'étude des auréoles de nourrissage autour des grains de Balazuc (Planche III-1).

La limite de détection du manganèse apparaît beaucoup plus élevée. L'échantillon du Mercou présente une très faible bande de  $Mn^{2+}$  alors que la teneur en MnO est de 0,1% et le rapport Fe/Mn est de 1. L'échantillon Durango pour une teneur de 0,1% poids MnO mais un rapport FeO/MnO égal à 5 ne montre pas la bande de  $Mn^{2+}$ .

## C. AFFECTATION DE LA BANDE UV

---

L'étude des cristaux d'apatite issus d'environnements variés montre que la bande UV située entre 3,02 et 3,87 eV (320-410 nm) joue un rôle important dans la définition des différences entre les grains pour un même échantillon. L'interprétation de cette bande est originale car les travaux réalisés jusqu'à présent n'avaient pas étudié la partie ultraviolette des spectres de cathodoluminescence. C'est pour ces deux raisons qu'elle est traitée à part.

Deux hypothèses ont été considérées sur l'origine de cette bande : l'activation par  $Ce^{3+}$  ou la luminescence intrinsèque (cf. chapitre III).

L'analyse des échantillons à la microsonde ionique et par photoluminescence et le recours à la décomposition des spectres a permis d'apporter des éléments décisifs pour trancher sur l'origine de cette bande et de l'associer à l'activation par  $Ce^{3+}$ .

---

## 1) Présentation de la bande UV

La décomposition systématique de cette bande montre qu'elle peut être expliquée par deux courbes gaussiennes dont les maxima sont en moyenne à 3,6 et 3,3 eV (344 et 375 nm). Ces deux bandes possèdent les paramètres (amplitude et intensité) compatibles avec les bandes associés à  $Ce^{3+}$ . D'autres terres rares (Tb, Tm) présentant des bandes entre 3 et 4 eV ne sont pas compatibles avec ces deux bandes.

Une troisième bande localisée à 3,75 eV (332 nm) a pu être également mise en évidence dans cette bande pour certains échantillons (Durango, Gun-F). Elle pourrait être associée à la présence de l'uranium qui possède une bande à 3,69 eV (336 nm) (Blanc *et al.*, 1995). Mais l'uranium présente également une bande à 4,13 eV (300 nm) qui n'a jamais été trouvée pour les spectres de ces échantillons. L'origine de cette bande reste inconnue. De plus, une mauvaise relation entre la teneur en U et l'aire de la bande indique que cette dernière n'est pas associée à la présence de l'uranium.

## 2) Corrélation entre teneur et aire de la bande UV

Les corrélations entre cette bande UV et la teneur en  $Ce^{3+}$  démontrent le lien de celle-ci avec  $Ce^{3+}$ .

Les teneurs en  $Ce^{3+}$  ont été déterminées par microsonde ionique pour quelques grains de l'échantillon 3 du bassin de Paris, pour les cristaux d'apatite à rapports Cl/F variables et quelques cristaux provenant de la bordure ardéchoise. L'échantillon 3 du bassin de Paris est intéressant car la teneur en  $Ce^{3+}$  est assez variable (comprise entre 334 et 1275 ppm) et la décomposition est plus facile car la bande présente une forme dissymétrique ce qui apporte à la décomposition en gaussiennes une plus grande assurance dans les résultats. Les aires des bandes à 3,6 et 3,3 eV sont présentées dans les tableaux IV-2 et IV-3.

Les échantillons sont traités dans des figures séparées car les conditions de bruit de fond (vide, métallisation, position de l'échantillon par rapport au miroir) peuvent être différentes et générer des incertitudes supplémentaires.

---

Les relations sont présentées dans la figure IV-39 pour les bandes à 3,6 et 3,3 eV. Pour l'échantillon 3 du bassin de Paris, l'aire de la bande à 3,6 eV est inférieure à 7 à l'exception du grain g7. La relation entre aire et teneur apparaît linéaire jusqu'à 1000 ppm environ puis s'infléchit. Cette relation se retrouve pour les cristaux d'apatite à rapports Cl/F variables ; pour des teneurs supérieures à 1000 ppm, l'aire de la bande augmente plus vite que la teneur. Un échantillon apparaît discordant dans cette relation : il s'agit de l'échantillon Durango qui possède une teneur en  $Ce^{3+}$  très importante par rapport aux autres échantillons.

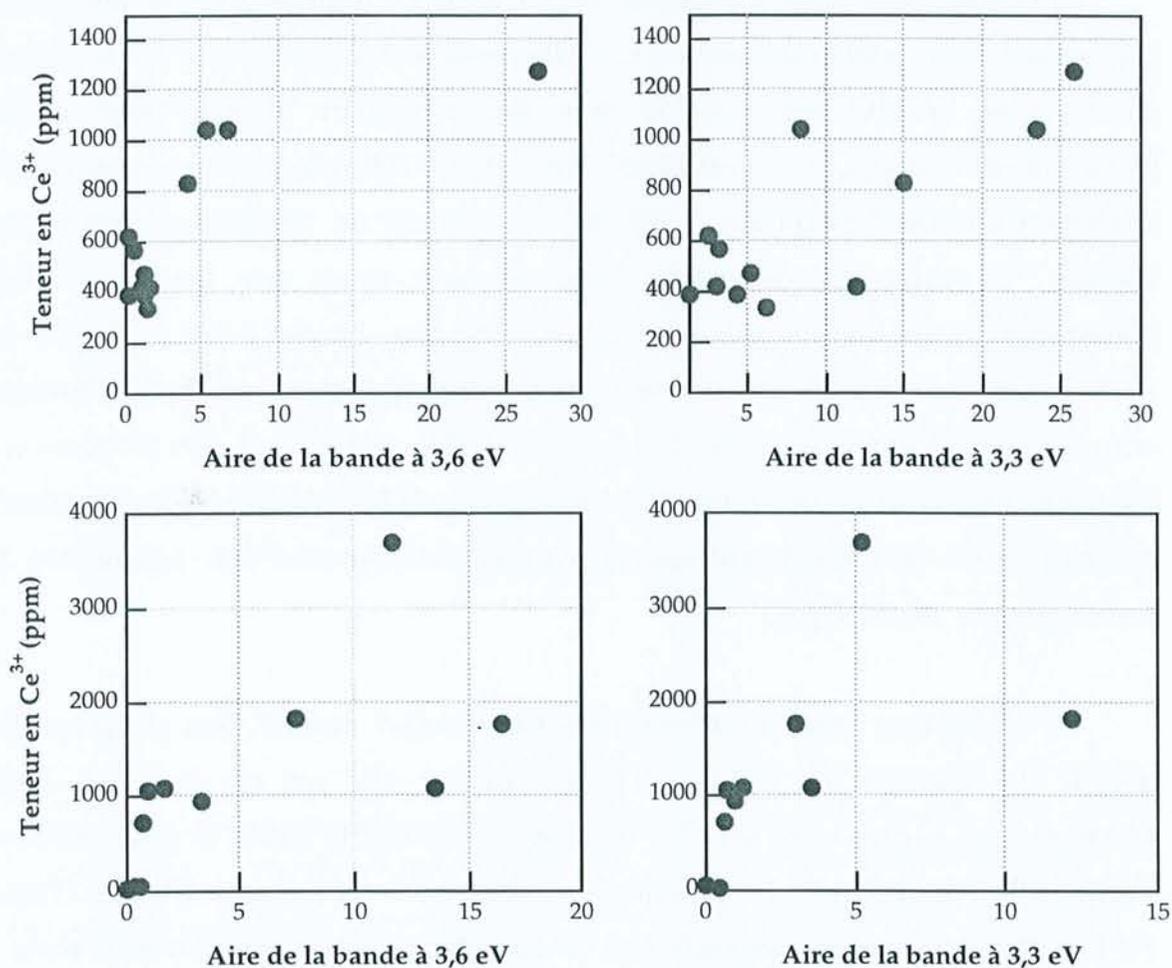


Figure IV-39 : relation entre la teneur en  $Ce^{3+}$  déterminée à la microsonde ionique et l'aire des bandes de cathodoluminescence à 3,6 et 3,3 eV pour l'échantillon 3 du bassin de Paris (en haut) et les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable (en bas). Les aires des bandes sont définies dans une unité arbitraire. Une corrélation apparaît nettement entre la teneur en  $Ce^{3+}$  et l'aire des bandes.

Pour la bande à 3,3 eV, la relation semble mal définie pour l'échantillon 3 du bassin de Paris mais est très comparable à la relation précédente pour les cristaux d'apatite à rapports Cl/F variables. Le lien entre aire et teneur est linéaire jusqu'à 1000 ppm puis devient hyperbolique pour les teneurs supérieures. L'échantillon Durango est toujours très discordant.

### 3) Les apports de la photoluminescence

La comparaison entre les spectres de CL et de PL indique que lorsque la bande UV possède une faible intensité en CL, elle possède également une faible intensité en PL bien qu'elle soit décalée vers des longueurs d'onde plus grandes (échantillons Arendal, Brésil ou Haute-Vienne). Ce décalage est lié au laser utilisé (longueur d'onde d'excitation = 337 nm) qui permet un rendement maximum à 400 nm. La réalisation de spectre avec un laser ayant une longueur d'onde d'excitation de 266 nm montre que  $Ce^{3+}$  possède deux bandes à 365 et 395-400 nm. La luminescence intrinsèque ne peut pas être évoquée pour expliquer l'émission entre 350 et 450 nm dans le cas des spectres de PL car l'énergie des photons n'est pas suffisante pour la produire. Par conséquent, il n'est pas nécessaire pour les spectres de CL de ces échantillons d'évoquer l'existence d'une bande liée à la luminescence intrinsèque.

La corrélation entre l'intensité des bandes  $Ce^{3+}$  et  $Eu^{2+}$  (car il est souvent délicat de dissocier les deux) et la teneur en  $Ce^{3+}$  et en  $Eu^{2+}$  est bonne. L'échantillon le plus riche en  $Ce^{3+}$  (Durango) possède la bande la plus intense et l'échantillon le moins riche (Arendal) présente une bande peu intense (Tableau IV-10). Pour les autres échantillons, la corrélation n'est pas parfaite mais les analyses n'ont pas été rigoureusement réalisées dans les mêmes conditions pour les différents échantillons. De plus, il est possible que les teneurs ne soient pas exactes car les points de sonde ont été réalisés au coeur du grain et les spectres de PL sont obtenus sur la périphérie des échantillons. Cette périphérie peut avoir une composition chimique différente de celle du coeur du grain.

Tableau IV-10 : relation entre l'intensité (hauteur) du signal de photoluminescence pour la bande composée par  $Ce^{3+}$  et  $Eu^{2+}$  et les teneurs en  $Ce^{3+}$  et en  $Eu^{2+}$  déterminées à la microsonde ionique pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.

Echantillon	Intensité des bandes $Ce^{3+} + Eu^{2+}$	Teneur en $Ce^{3+} + Eu^{2+}$ (ppm)	Gain
Arendal	$100 \times 10^3$	60	5
Bamble	$370 \times 10^3$	1100	5
Durango	$1200 \times 10^3$	3700	3
Gun-F	$310 \times 10^3$	1850	5
Skaaland Mine	$280 \times 10^3$	1800	5

Les spectres ont été obtenus avec un délai de 0 ns et une ouverture de porte comprise entre 16 et 100 ns.

#### 4) Prise en compte des défauts

L'augmentation parallèle de l'activation par  $Ce^{3+}$  et de la luminescence intrinsèque pourrait être envisagée en considérant que l'introduction de  $Ce^{3+}$  entraîne la création de défauts, de vacances et par conséquent l'augmentation de la luminescence intrinsèque.

Cette hypothèse peut être écartée car  $Ce^{3+}$  se substitue dans le site Ca(2) de la même façon que les terres rares légères La, Pr et Nd (Hughes *et al.*, 1991b). Il est par conséquent logique de considérer que l'introduction de ces terres rares produit les mêmes effets. Les teneurs de ces terres rares sont dans certains des échantillons étudiés très importantes (en particulier pour Durango). Or, il apparaît que seul  $Ce^{3+}$  produit dans les spectres de cristaux d'apatite dopés une luminescence importante dans l'intervalle 3-4 eV (Blanc *et al.*, 1995).

Il est possible de réaliser des corrélations assez bonnes entre les terres rares légères et l'aire de cette large bande car la teneur en terres rares légères peut être représentée en première approximation par la teneur en  $Ce^{3+}$  qui se substitue facilement dans la structure des cristaux d'apatite (Fleet & Pan, 1995b).

Cependant, il apparaît de manière particulièrement nette pour les grains d'apatite des échantillons du bassin de Paris que les spectres obtenus sur les faces prismatiques ont une large bande entre 3 et 4 eV pour laquelle le rapport des aires

des bandes la constituant sont variables. Ces variations sont difficilement compatibles avec un activateur unique.

Cette variation du rapport d'aire entre les deux bandes se produit par exemple pour l'échantillon Bamble où 1) l'intensité de la bande UV varie d'un facteur supérieur à 10 pour les spectres B1 et B2 ; 2) le rapport entre les deux bandes varie de 3,78 (B1) à 1,24 (B2) alors que la teneur en  $Ce^{3+}$  déterminée par microsonde ionique est pour les deux grains la même (1085 et 1073 ppm respectivement).

Un cristal de Durango a été étudié par spectrométrie de CL après qu'il ait été chauffé (550°C pendant 5 heures) et après qu'il ait été irradié (fluence de neutrons thermiques de  $1,47 \times 10^{16}$  neutrons/cm<sup>2</sup>). Il n'y a pas de modification significative de l'intensité du spectre de CL notamment au niveau de la bande UV par rapport à un échantillon non chauffé et non irradié. Ce protocole n'apporte pas ainsi d'argument en faveur d'une activation intrinsèque de la bande entre 3 et 4 eV.

## **D.      ROLE      DE      LA      CHIMIE      DANS L'ANISOTROPIE DE RECUIT**

---

### **1) Relation entre concentrations en terres rares et recuit des traces de fission dans les cristaux d'apatite**

Le rôle de la chimie des cristaux d'apatite dans les mécanismes de cicatrisation des traces de fission a été démontré pour le chlore et le fluor (Green *et al.*, 1986) ; il est proposé pour le manganèse (Ravenhurst *et al.*, 1993) et suggéré pour l'ion carbonate (Ben Ghouma, 1995). Le rôle des terres rares, qui sont fortement substituées dans les cristaux d'apatite, a été étudié par microsonde ionique et spectrométrie de cathodoluminescence.

L'étude de quelques cristaux d'apatite des échantillons 2 et 3 du bassin de Paris par microsonde ionique montre qu'il n'y a pas de relation entre la teneur en

---

terres rares et l'âge traces de fission (tableau IV-B, annexe IV). Pour l'échantillon 2, les grains f2, f7 et j7 représentent les écarts d'âge ( $f2 = 6,1 \pm 2,4$  Ma ;  $f7 = 12,9 \pm 2$  Ma ;  $j7 = 26,1 \pm 4,6$  Ma). Les teneurs en terres rares sont respectivement 2008, 2852 et 2022 ppm et n'apparaissent pas par conséquent corrélées aux âges traces de fission. Pour l'échantillon 3, l'âge traces de fission apparaît indépendant de la teneur en terres rares légères, lourdes ou totales (Fig. IV-40).

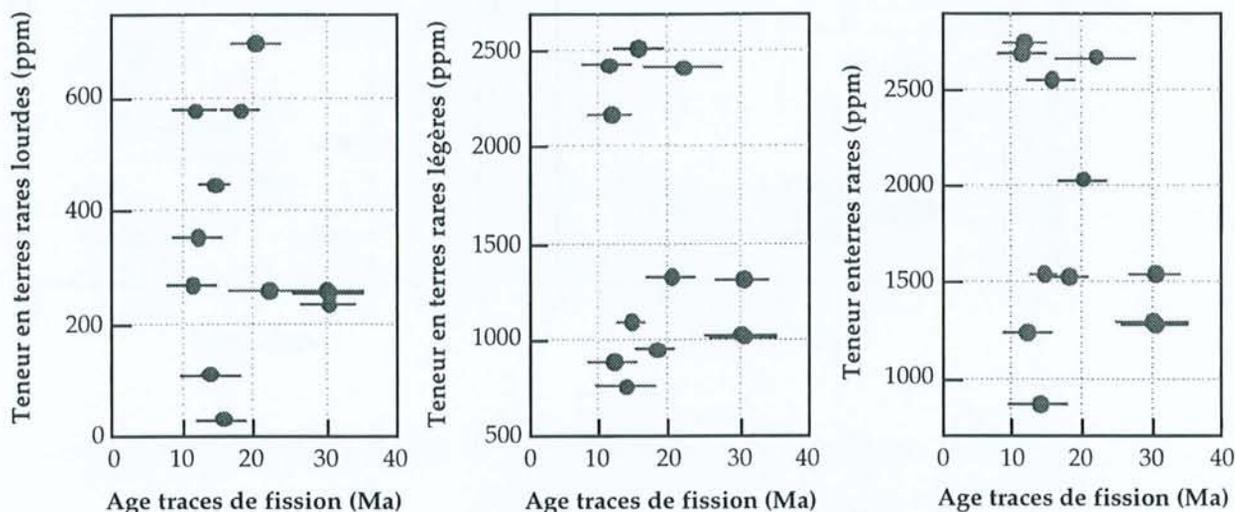


Figure IV-40 : relation entre la teneur en terres rares légères, lourdes et totales et l'âge traces de fission pour quelques cristaux d'apatite de l'échantillon 3 du bassin de Paris. La teneur en terres rares a été déterminée à la microsonde ionique.

Pour les échantillons 1, 2 et 3 du bassin de Paris, il n'y a pas de relation entre la somme des aires des bandes du  $Gd^{3+}$  et du  $Dy^{3+}$  et l'âge traces de fission (Fig. IV-41).

La conclusion est similaire pour les échantillons de la bordure ardéchoise considérés. Les quatre grains analysés par sonde ionique de l'échantillon Planzolle sont représentatifs des écarts d'âge entre les grains ( $a1 = 132,9 \pm 11,3$  ;  $b4 = 79,7 \pm 5,9$  ;  $a3 = 55,2 \pm 13,4$  et  $c3 = 50,1 \pm 7,4$  Ma). Les teneurs en terres rares sont respectivement 1731, 1974, 1023 et 1492 ppm. Le petit nombre de points analysés ne permet pas de conclure définitivement sur le lien entre la teneur en terres rares et l'âge traces de fission mais il ne semble pas y avoir de relation. Les deux grains de l'échantillon Chavade, représentatifs des écarts d'âge ( $c5 = 139,4 \pm 13,1$  Ma et  $d3 = 98,1 \pm 13,4$  Ma), présentent des teneurs en terres rares identiques (1539 et

1526 ppm). Il est à noter que l'échantillon Chavade possède une population de grains qui satisfait le test du  $\chi^2$ .

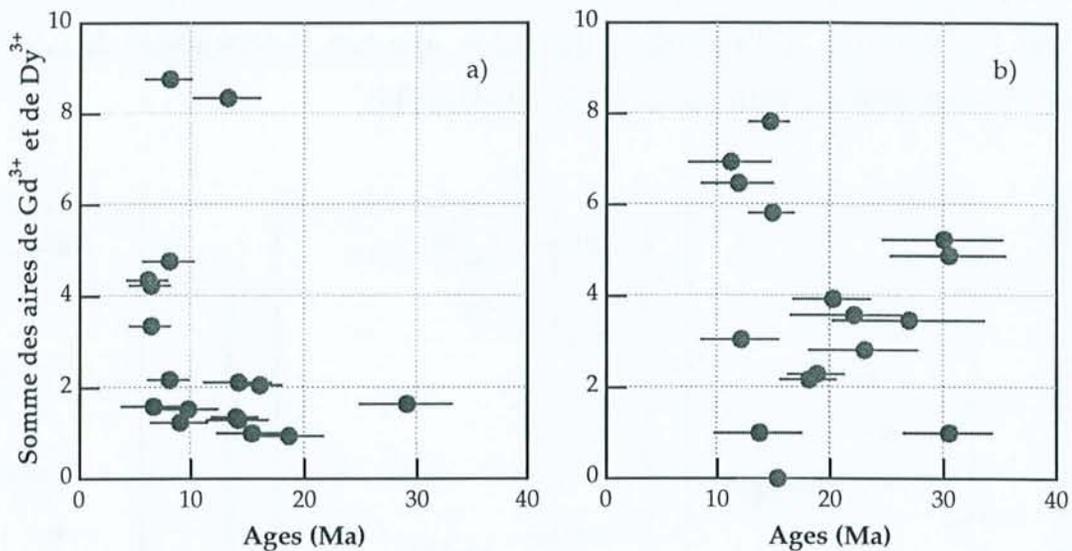


Figure IV-41 : relation entre la somme des bandes de Gd<sup>3+</sup> et de Dy<sup>3+</sup> et l'âge traces de fission pour les échantillons 1 et 3 du bassin de Paris.

Pour les échantillons X et E de la mer du Nord, il apparaît que les deux grains dont l'âge traces de fission est beaucoup plus petit que les autres, présentent des spectres de terres rares différents (Fig. IV-6). Le grain e3 pour l'échantillon X et le grain f5 pour l'échantillon E ont de teneurs en terres rares lourdes inférieures à 200 ppm alors que les autres grains ont des teneurs supérieures à 500 ppm (Fig. IV-42). La même distinction entre les deux catégories de grains peut être établie en considérant les bandes de CL du Gd<sup>3+</sup> et du Dy<sup>3+</sup> qui possèdent une aire plus petite que pour les autres grains. Les teneurs en terres rares apparaissent ainsi corrélées aux âges traces de fission.

Cette relation est interprétée en terme d'héritage. En effet, la température actuelle (99 et 130°C ; l'augmentation de la température a eu lieu en grande partie au Plio-Quaternaire) est la température maximale que les échantillons ont connue, ce qui n'a pas produit le recuit total des traces de fission spontanées. La distribution des terres rares renseigne sur l'origine des cristaux d'apatite et met en évidence deux sources d'apport : un pôle avec une teneur en terres rares <150 ppm et un autre pôle avec une teneur en terres rares >500 ppm. Ces deux pôles

seraient caractérisés par des âges de formation différents qui influeraient sur l'âge hérité des cristaux d'apatite détritiques et expliqueraient les variations d'âge traces de fission de ces cristaux.

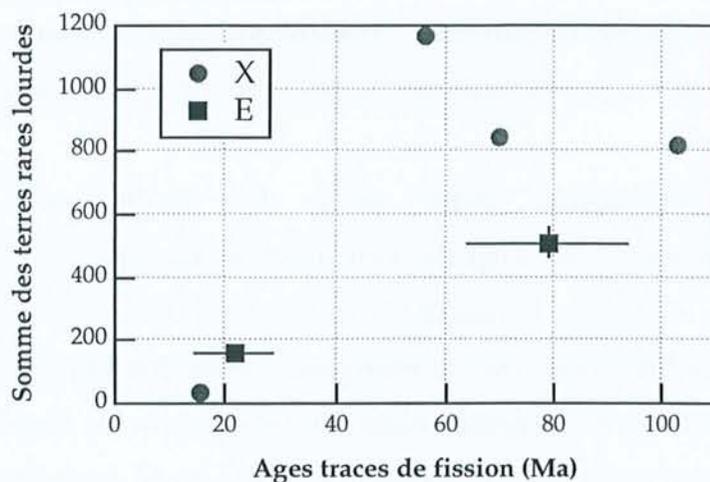


Figure IV-42 : relation entre l'âge traces de fission et les terres rares lourdes pour les échantillons de mer du Nord. L'erreur sur l'âge est de  $1\sigma$  et sur la teneur en terres rares lourdes de 10%.

Les différents échantillons étudiés ne permettent pas de mettre en évidence une relation entre la présence des terres rares mises en évidence par CL et la cinétique de cicatrization des traces de fission dans les cristaux d'apatite.

## 2) Relation entre bande de $Ce^{3+}$ et âge traces de fission

D'une manière générale, les échantillons possédant plusieurs populations d'âges traces de fission présentent une luminescence variable entre les grains.

Les exemples des échantillons du bassin de Paris ou de Mer du Nord sont à cet égard significatifs. La photo IV-1 (Planche IV-1) présente quelques grains de l'échantillon X de Mer du Nord. Certains grains apparaissent jaune lumineux tandis que d'autres sont très sombres et même éteints. Il apparaît en outre que les grains sombres ont des âges traces de fission inférieurs à 40 Ma (grains c6 -  $39,4 \pm 23,9$  Ma, c9 - 0 Ma, e8 - 0 Ma et e9 -  $42,7 \pm 18$  Ma) et les grains clairs des âges autour de 90 Ma (grains c8 -  $89,6 \pm 23,9$  Ma et e6 -  $94,1 \pm 22$  Ma). Les différentes

photographies d'ensemble des échantillons du bassin de Paris montrent que la luminescence est très variable selon les cristaux.

A l'opposé, les échantillons, possédant un âge groupé caractéristique d'une distribution des âges unimodale, présentent des cristaux à luminescence homogène (exemple des échantillons de Balazuc ou de Chavade).

Si la luminescence varie entre les grains sur les clichés de cathodoluminescence, il est difficile d'en tirer des conclusions car la couleur est la résultante de deux bandes, la bande UV et la bande liée à l'activation par  $Mn^{2+}$ . La diminution de la luminescence du manganèse entraîne l'apparition de la couleur violette sans qu'il y ait obligatoirement augmentation de l'intensité de la bande UV. Le lien entre l'intensité de la bande UV qui varie fortement entre les grains et la couleur est ainsi difficile à établir et il est nécessaire de réaliser des spectres pour pouvoir individualiser les deux bandes. Ceci rend l'étude beaucoup plus longue.

Certains échantillons présentent des relations claires entre la bande UV et l'âge traces de fission. C'est le cas des échantillons X de la Mer du Nord et Planzolles de la bordure ardéchoise.

Il apparaît que l'aire de la bande de  $Ce^{3+}$  croît avec l'âge traces de fission pour l'échantillon X de la mer du Nord (Fig. IV-43). Deux grains ne sont pas associés dans cette relation : le grain e6 et dans une moindre mesure le grain c5.

L'âge traces de fission des cristaux de l'échantillon Planzolles montre une bonne corrélation linéaire avec l'intensité de la bande de  $Ce^{3+}$  (Fig. IV-44). Cette relation est inverse par rapport à l'échantillon X de mer du Nord.

---

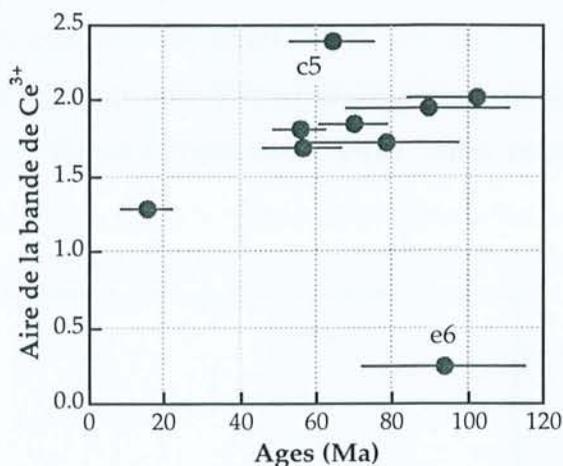


Figure IV-43 : échantillon X de la Mer du Nord : relation entre l'aire de la bande de  $Ce^{3+}$  à 3,6 eV obtenue par décomposition en gaussiennes et l'âge traces de fission.

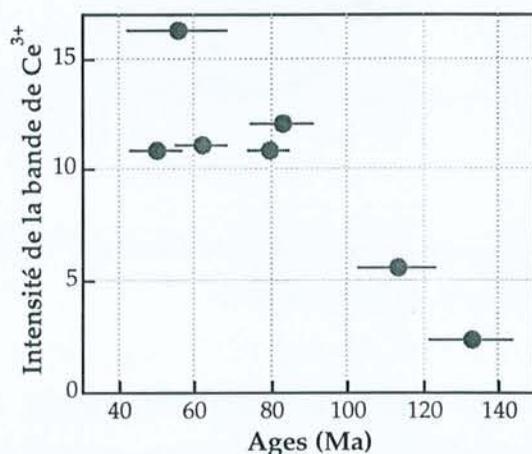


Figure IV-44 : échantillon Planzolles : relation entre l'aire des bandes de  $Ce^{3+}$  (3,6 et 3,3 eV) obtenues par décomposition en gaussiennes et l'âge traces de fission.

Pour l'échantillon 1 du bassin de Paris, la relation entre l'intensité de la bande UV et l'âge traces de fission permet de distinguer deux populations : un premier groupe où l'aire de la bande UV est inférieure à 15 et un second groupe où l'aire est supérieure à 15. Le premier groupe correspond aux grains présentant un âge traces de fission supérieur à 10 Ma et le second aux grains dont l'âge est inférieur à 10 Ma. Plusieurs grains (f6, i5, i7 et g5) possédant des intensités importantes ne s'intègrent pas dans cette relation (Fig. IV-45).

Ces deux populations de luminescence peuvent être associées aux deux populations d'âge mise en évidence par la représentation radiale (Fig. IV-10).

Pour l'échantillon 2 du bassin de Paris, les cristaux présentent une intensité de la bande UV variable. Pour les grains dont les spectres sont les plus intenses, il n'y a pas de corrélation entre l'aire de la bande de  $Ce^{3+}$  et l'âge traces de fission (Fig. IV-46a).

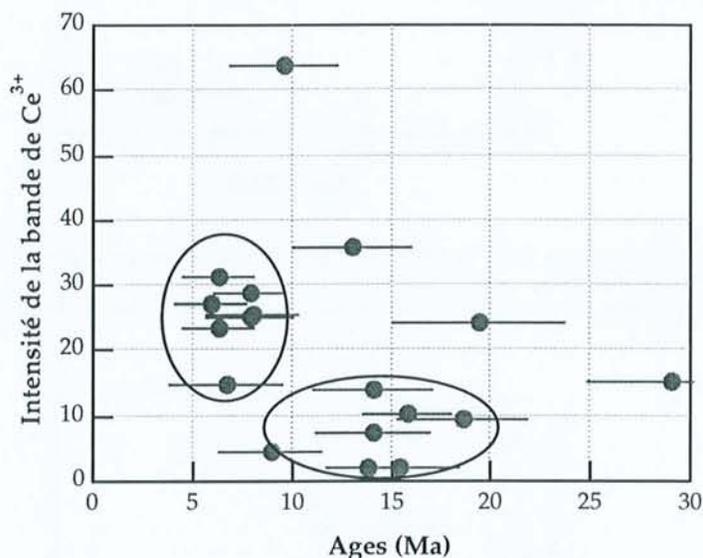


Figure IV-45 : relation entre l'intensité de la bande de  $Ce^{3+}$  et l'âge traces de fission pour les grains de l'échantillon 1 du bassin de Paris.

Pour l'échantillon 3 du bassin de Paris, l'ensemble des grains forment une tendance où l'âge traces de fission diminue avec l'augmentation de la bande de  $Ce^{3+}$  (Fig. IV-46b). Quelques grains ne se placent pas dans cette évolution.

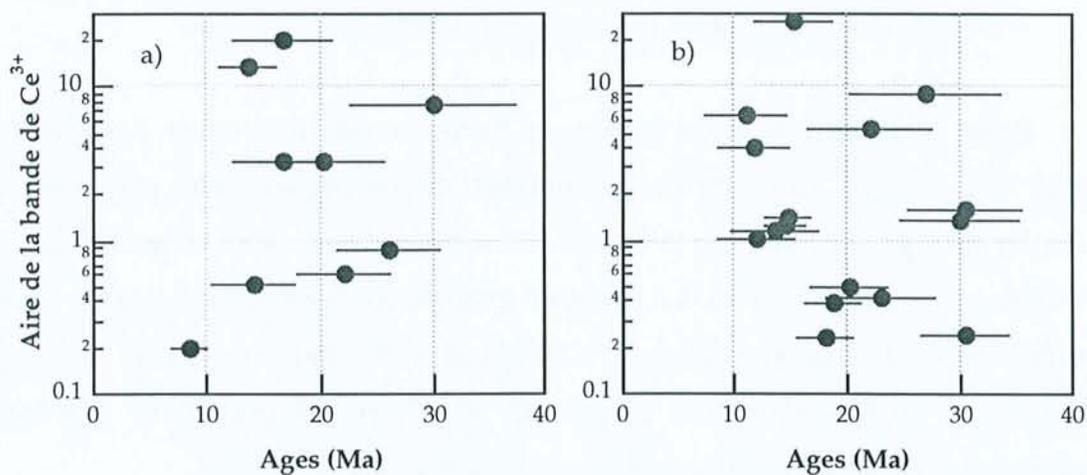


Figure IV-46 : relation entre l'aire de la bande de  $Ce^{3+}$  et l'âge traces de fission. a) échantillon 2 et b) échantillon 3 du bassin de Paris.

Cependant, l'ensemble des cristaux peut être divisé en trois domaines : les grains à faible moyenne et forte luminescence. Parmi cette dernière catégorie, se trouvent les grains i6, i8, g7 et i3 alors que leurs âges traces de fission couvrent l'ensemble des âges (respectivement 29,6 ; 11,1 ; 15,4 et 27,1 Ma). De même pour la catégorie moyenne, les grains b4, d3 et j3 ont des âges respectifs de 22, 11,8 et 30,5 Ma.

Les échantillons présentant une distribution unimodale des âges traces de fission de leurs grains ne montrent pas, comme pour les observations par spectroscopie de CL, de variation significative de l'aire de la bande de  $Ce^{3+}$ .

### 3) Relation entre les âges TF et d'autres éléments en substitution

Le comportement de  $Mn^{2+}$  n'a pas été étudié spécifiquement bien que Ravenhurst *et al.* (1993) évoquent une Mn-fluorapatite plus résistante au recuit que des fluorapatites. Il apparaît cependant qu'il n'y a pas de relation entre l'intensité de la bande de  $Mn^{2+}$  et l'âge traces de fission pour les échantillons du bassin de Paris étudiés.

De la même façon, les teneurs en Sr ont été déterminées par microsonde ionique pour l'échantillon 3 du bassin de Paris. La teneur en Sr est relative car le rendement ionique de Sr dans l'apatite n'a pas été considéré mais elle permet cependant de comparer les différents grains analysés dans les mêmes conditions. Aucune relation n'a été mise en évidence entre la teneur en Sr et l'âge traces de fission.

L'uranium présente également en substitution dans les cristaux d'apatite un comportement variable selon les échantillons. Ainsi, dans l'échantillon X de mer du Nord, la teneur en U n'est pas corrélée à l'âge TF (Fig. IV-3) tandis que pour l'échantillon Planzolles de la bordure ardéchoise, il est possible de dégager une tendance où les âges TF les plus vieux sont associés à une teneur en U supérieure (Fig. IV-47).

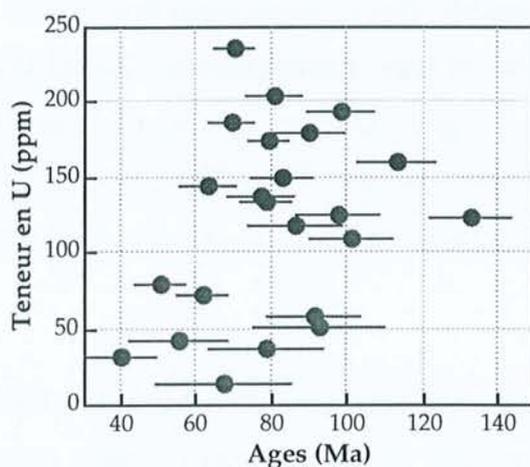


Figure IV-47 : relation entre la teneur en U et l'âge traces de fission pour l'échantillon Planzolles de la bordure ardéchoise.

## Conclusion

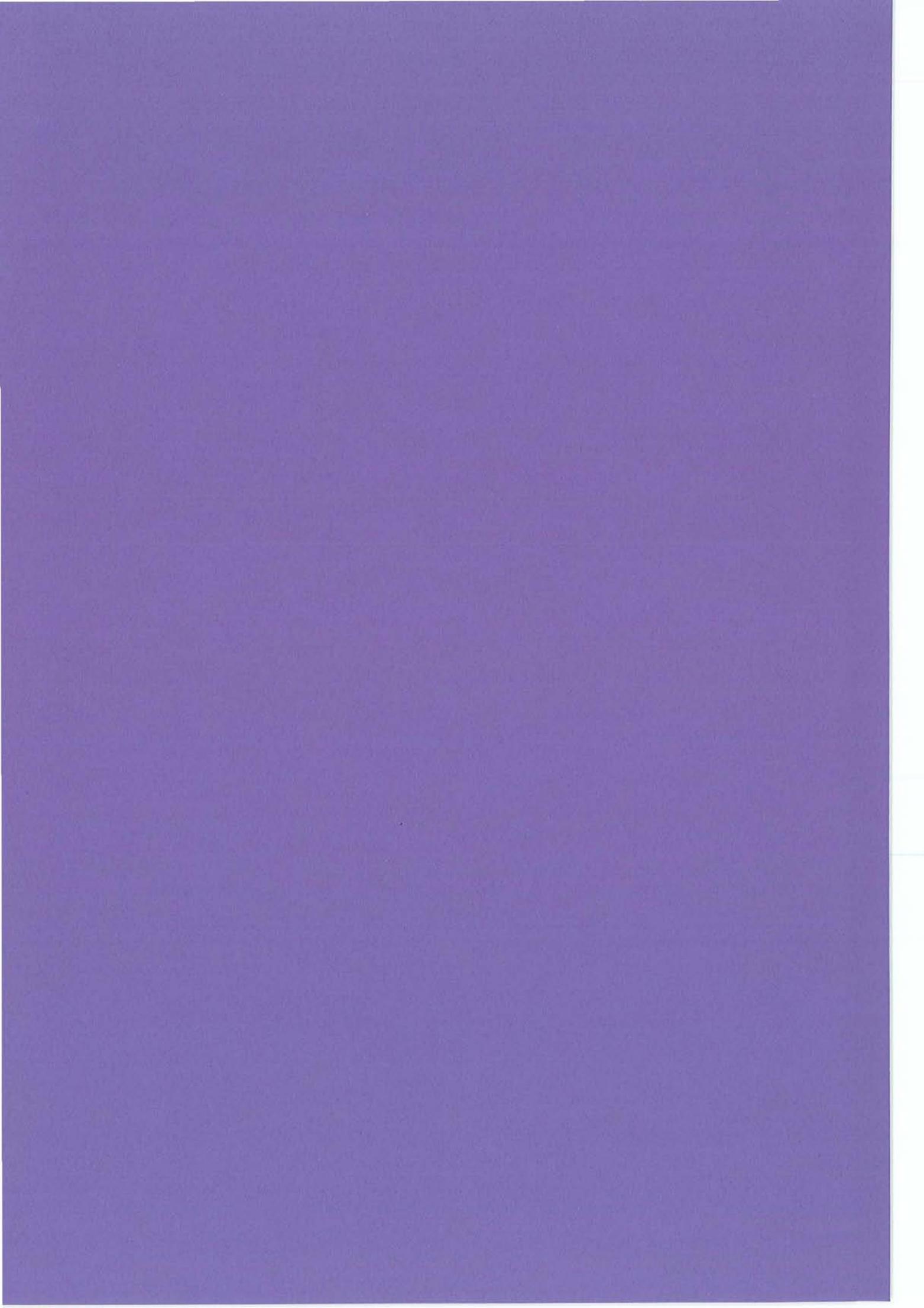
Il apparaît que la teneur en  $Ce^{3+}$  et par extension la teneur en terres rares légères ne jouent pas systématiquement un rôle dans la variation des âges traces de fission et qu'elles ne montrent pas une évolution univoque. Il semble que pour certains échantillons le facteur concentration en terres rares légères est important ; pour d'autres, il ne l'est pas.

Cette étude de cathodoluminescence permet d'établir que les variations d'âge mises en évidence dans les échantillons de mer du Nord sont liées à des populations de cristaux d'apatite différentes possédant des spectres de terres rares contrastés. Les échantillons du bassin de Paris présentent une luminescence variable selon les grains qui exprime la variabilité des âges traces de fission. Cependant, il n'existe pas clairement de lien direct entre les âges TF et les bandes de cathodoluminescence.

---

*ETUDE DE LA CINETIQUE  
D'EFFACEMENT DES TRACES DE  
FISSION DANS DES CRISTAUX  
D'APATITE DE COMPOSITION  
VARIEE ET MATURATION  
COUPLEE DE LA MATIERE  
ORGANIQUE*

---



## INTRODUCTION

---

Des expériences de recuit ont été réalisées pour des cristaux d'apatite de compositions variées afin d'étudier l'influence des différents paramètres jouant sur la cinétique de cicatrisation des traces mis en évidence dans le chapitre précédent. La cinétique de cicatrisation des traces de fission a été de plus comparée à l'évolution de la matière organique pour ces mêmes expériences.

Le recouvrement de la fenêtre à huile, intervalle de température dans lequel les hydrocarbures sont formés par maturation de la matière organique (Tissot *et al.*, 1987), et du domaine de stabilité partielle des traces de fission dans l'apatite est en effet pour beaucoup dans le développement de la méthode des traces de fission (Green *et al.*, 1989a). La géochimie organique étudie les transformations du kérogène et utilise un certain nombre d'indices optiques (réflectance de la vitrinite), chimiques (Tmax) ou physiques pour estimer le degré de maturation des roches mères et le potentiel d'un bassin. Ces indices ne permettent cependant pas directement de déterminer les paléotempératures (Tissot *et al.*, 1987). Ces indicateurs subissent des réactions irréversibles et enregistrent la température maximale. Ces marqueurs de la diagénèse auxquels il est possible d'ajouter les inclusions fluides, la cristalochimie des argiles ou la datation  $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$  doivent être utilisés conjointement pour définir au mieux l'histoire thermique d'un bassin ou d'une région. Les exemples d'études faisant appel aux différentes méthodes - y compris les traces de fission - sont malgré tout peu nombreuses (par exemple, Walgenwitz *et al.*, 1990 ; Burtner *et al.*, 1994 ; Kamp *et al.*, 1996 ; Pagel *et al.*, 1997).

## A. PROTOCOLE ANALYTIQUE

---

### 1) Préparation des échantillons

Deux cristaux centimétriques d'apatite de Durango et de Panasqueira et des fragments plus réduits d'apatite à rapport Cl/F variable présentés dans le chapitre

---

IV-A-5 (Arendal, Bamble, Faraday, Gun-F, Ødegårdens Verk et Skaaland Mine) ont été utilisés. Il est à noter que l'échantillon de Panasqueira ne correspond pas à l'échantillon étudié par Nadia Ben Ghouma et présenté dans le chapitre IV.

Les échantillons ont été emballés dans une feuille de papier d'aluminium qui n'est pas un capteur de neutrons dans les conditions d'irradiation utilisées. Les traces de fission spontanées ont été entièrement cicatrisées en plaçant les échantillons ainsi conditionnés dans un four chauffé à 550°C pendant 5 heures. Des échantillons chauffés non irradiés ont été attaqués selon les procédures standards et aucune trace n'a été révélée.

Les échantillons ont ensuite été irradiés afin de produire une nouvelle génération de traces de fission. Les expériences déjà réalisées utilisaient des fluences de  $10^{16}$  neutrons/cm<sup>2</sup> (Green *et al.*, 1986),  $8 \times 10^{15}$  neutrons/cm<sup>2</sup> (Donelick *et al.*, 1990) et  $2 - 3 \times 10^{16}$  neutrons/cm<sup>2</sup> (Crowley *et al.*, 1991). Le flux du réacteur Orphée Canal P1 étant de  $1,44 \times 10^{13}$  neutrons/cm<sup>2</sup>/s (Carpéna & Mailhé, 1987), un temps de 17 minutes (1020 secondes) a par conséquent été choisi afin de produire une fluence moyenne de l'ordre de  $1,5 \times 10^{16}$  neutrons/cm<sup>2</sup>.

Après l'irradiation, les échantillons ont été séparés entre les différents lots. Les cristaux de Durango et de Panasqueira ont été coupés en sections parallèles à la face prismatique avec une scie diamantée. Les différents morceaux ont été répartis de façon à réaliser 16 lots, 15 seront utilisés pour les expériences de recuit et 1 servira de témoin. Le tableau V-1 présente les différentes expériences réalisées. Des expériences à 10 jours ont été réalisées pour les cristaux d'apatite à rapports Cl/F variables afin d'étudier les variations de cicatrisation. Carpena (1998) montre que le comportement des échantillons vis à vis du recuit est sensiblement le même pour les différents paliers de température et que l'étude des variations pour une seule durée est significative.

Une matière organique de type III a été ajoutée aux cristaux d'apatite pour les différentes expériences. Il s'agit d'un charbon immature (80% vitrinite, 11% bituminite, 9% résinite) prélevé dans le delta de la Mahakam (Kalimatan, Indonésie) (Monthieux *et al.*, 1985). La profondeur de l'échantillon est 1844,5 mètres (échantillon HY 158). Après un dépôt Miocène (entre 14 et 12 Ma), les formations ont été rapidement (entre 12 et 7 Ma) enfouies jusqu'à des

---

profondeurs importantes. La profondeur actuelle du sommet de la zone à huile se situe à 2440 mètres (Tissot *et al.*, 1987).

Les couples temps-températures ont été choisis principalement à partir des travaux de Meyer (1990) sur l'apatite de Durango mais également en fonction des résultats de Green *et al.* (1986) et Crowley *et al.* (1991).

Tableau V-1 : couples temps - température et nature des échantillons pour les expériences de recuit réalisées.

Temps	Température (°C)	Matériel	
		apatite	charbon
3 jours	225	Du - Pn	oui
	245	Du - Pn - B - G - Ø	oui
	265	Du - Pn	oui
	285	Du - Pn - B - Ø	oui
	305	Du - Pn	oui
10 jours	215	Du - Pn - A - B - Fa - G - Ø - Sk	oui
	235	Du - Pn - A - B - Fa - G - Ø - Sk	oui
	250	Du - Pn - A - B - Fa - G - Ø - Sk	oui
	270	Du - Pn - A - B - Fa - G - Ø - Sk	oui
	290	Du - Pn - A - B - Fa - G - Ø - Sk	oui
30 jours	205	Du - Pn	oui
	225	Du - Pn	oui
	240	Du - Pn	oui
	255	Du - Pn	oui
	275	Du - Pn	oui

Echantillons : A : Arendal ; B : Bamble ; Du : Durango ; Fa : Faraday ; G : Gun-F ; Ø : Ødegårdens Verk ; Pn : Panasqueira et Sk : Skaaland Mine. Le charbon a été prélevé dans le delta de la Mahakam ; 150 mg ont été placés dans les capsules. Les expériences ont été réalisées pour une pression de 1 kbar.

## 2) Présentation du système expérimental

Les expériences de recuit ont été réalisées dans des capsules en or disposées dans un autoclave placé dans un four. L'installation se compose de deux circuits : un circuit de chauffage et un circuit de pression (Fig. V-1). Un système de pompe permet d'assurer à l'intérieur de l'autoclave une pression de 1 kbar à l'aide d'un mélange comprimé eau-huile. L'autoclave est ensuite introduit dans un four

contrôlé par un système de régulation. Un thermocouple placé à proximité de l'échantillon permet de contrôler la température. La précision de la température est difficile à déterminer car l'introduction d'un thermocouple de contrôle dans l'autoclave modifie le gradient de température et la fusion de matériaux au point de fusion connu fournit des résultats difficiles à interpréter.

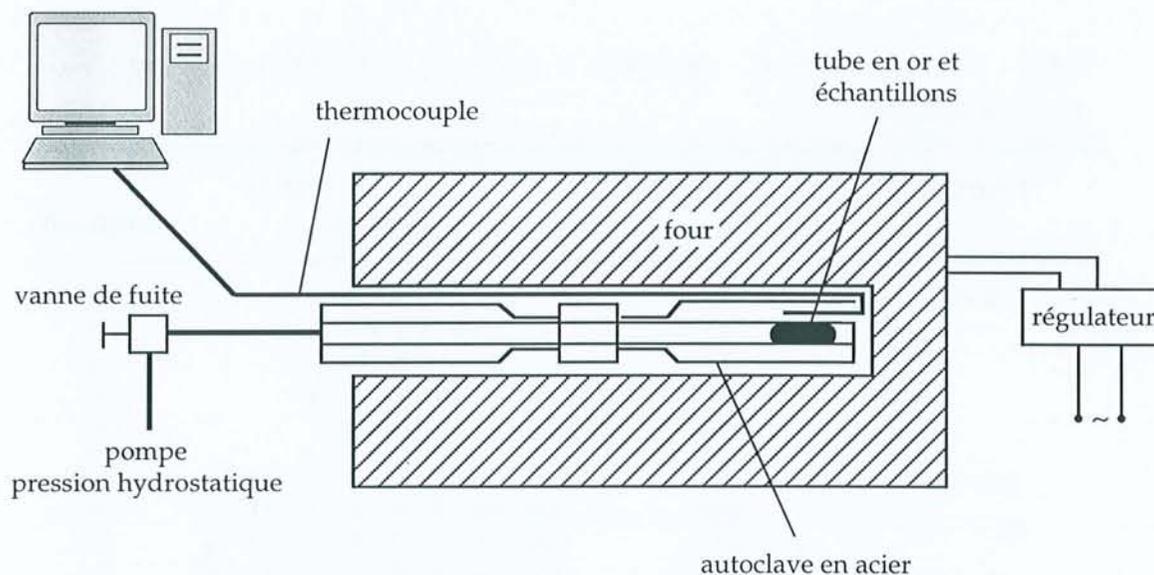


Figure V-1 : schéma du dispositif expérimental utilisé pour les expériences de recuit. Il est composé d'un autoclave à l'intérieur duquel la pression est instaurée et d'un four qui permet d'obtenir la température désirée.

Les morceaux de charbon ont été analysés par pyrolyse Rock-Eval. La pyrolyse Rock-Eval a été conçue au cours des années 70 pour fournir des informations à la fois sur le potentiel pétrolier des roches, sur leur quantité d'hydrocarbures libres, sur leur type de matière organique et sur l'état d'évolution de cette dernière (Espitalié *et al.*, 1985).

La méthode consiste à chauffer progressivement l'échantillon sous atmosphère inerte afin de déterminer quantitativement et de façon sélective les hydrocarbures libres sous forme de gaz et d'huile contenus dans l'échantillon et les composés hydrocarbonés et oxygénés qui sont expulsés lors du craquage de la matière organique non extractible de la roche (kérogène).

Le degré d'évolution de la matière organique est indiqué dans cette étude par la valeur du Tmax obtenue par pyrolyse Rock-Eval. La valeur du Tmax est la

température en °C atteinte au sommet du pic S2. Le pic S2 correspond à la quantité de composés hydrocarbonés provenant du craquage entre 300 et 600°C du kérogène et des composés extractibles lourds comme les résines et les asphaltènes. La valeur du T<sub>max</sub> croît lorsque l'état d'évolution des matières organiques augmente (Espitalié *et al.*, 1985).

### 3) Préparation des capsules

Les échantillons de cristaux d'apatite et de matière organique sont introduits à l'intérieur d'une capsule en or aux parois minces qui est placée dans l'autoclave. L'or est utilisé en raison de son inertie chimique, de sa bonne conductibilité thermique et de sa malléabilité (déformation sous la pression externe imposée). Le diamètre utile du tube est de 5 mm et ses parois font 0,4 mm d'épaisseur.

La taille des capsules est critique car elles doivent être suffisamment grandes pour permettre de placer tous les échantillons mais également les plus petites possibles pour limiter le gradient de température à l'intérieur du four. Il est de plus nécessaire de tenir compte des gaz libérés lors de la maturation de la matière organique et de l'augmentation de volume correspondante afin que les capsules n'explorent pas.

Les capsules sont coupées à la taille voulue à l'aide d'un coupe tube. Une extrémité est écrasée en étoile à l'aide d'un mandrin puis soudée. Les échantillons sont ensuite introduits à l'intérieur de la capsule qui est balayée par un courant d'argon. L'extrémité libre est écrasée à l'aide d'une pince et soudée. Pendant cette soudure, la capsule est refroidie à l'azote liquide afin de ne pas chauffer les échantillons et induire l'évolution de la matière organique et de ne pas provoquer la libération de vapeur d'eau entraînant une mauvaise soudure. Les capsules sont enfin pré-écrasées mécaniquement puis écrasées dans l'autoclave pour éviter qu'elles restent coincées à l'intérieur en fin d'expérience. La capsule est ensuite introduite dans l'autoclave rempli d'eau. Les caractéristiques de pression et de température sont imposées. La durée nécessaire pour porter les échantillons à la température désirée est d'environ 1h00.

#### 4) Conditionnement des échantillons après recuit

Après les expériences de recuit, les cristaux d'apatite sont montés sous la loupe binoculaire dans de la colle puis dans de la résine afin de constituer des plots. Après polissage, ces plots sont attaqués avec une solution d' $\text{HNO}_3$  à 0,8 M pendant 45 secondes à 22°C.

La matière organique est séparée puis analysée par la méthode Rock-Eval. Des quantités comprises entre 5 et 10 mg ont été utilisées pour les différents échantillons.

## B. RESULTATS

---

### 1) Réduction de la longueur moyenne des traces confinées de cristaux d'apatite de composition chimique variable

Les résultats pour les expériences de recuit à 10 jours réalisées avec les cristaux d'apatite naturels sont présentés dans le tableau V-2. Les résultats pour les échantillons Durango et Panasqueira sont présentés dans le tableau V-3.

100 traces confinées ont été mesurées pour les échantillons non chauffés et 50 traces ont été utilisées pour la majorité des expériences de chauffage. Le nombre de 50 traces apparaît significatif car l'histoire thermique correspond à une histoire simple constituée de l'augmentation de la température et du séjour à une température donnée. L'histogramme de distribution des traces est constitué par conséquent d'un seul mode. Pour de nombreux échantillons, plus de 50 traces ont été mesurées et il apparaît que la moyenne et l'écart-type sont identiques pour 50 et 100 traces confinées mesurées pour les premiers stades de recuit. Pour les stades plus poussés du recuit ( $L/L_0 < 0,7$ ), cette identité peut s'avérer fautive mais il est très difficile et long, notamment pour les échantillons fluorés, de mesurer plus de 50 traces. Afin de réfléchir sur des données similaires et d'harmoniser les résultats, le nombre de 50 traces (ou parfois moins) a été choisi pour tous les échantillons et tous les stades de recuit.

---

Pour la majorité des échantillons, seules les traces confinées révélées par le biais d'autres traces (TINT) ont été mesurées. En effet, les traces révélées par l'intermédiaire de clivages ou de fractures (TINCLE) semblent entraîner un biais en raison de l'absence systématique de ces traces parallèles aux fractures et aux clivages (Hurford, communication personnelle, 1998). Une orientation préférentielle est ainsi privilégiée par la mesure de ces traces. Il apparaît en outre que la longueur moyenne de ces traces est plus grande que celles des traces révélées par l'intermédiaire d'autres traces ; des différences allant jusqu'à  $1 \mu\text{m}$  ont été trouvées dans cette étude pour un nombre significatif de traces mesurées. Toutes les traces confinées ont été mesurées sur des sections prismatiques. Ces sections sont mises en évidence par l'alignement selon l'axe  $c$  des points d'attaque des traces. Cette reconnaissance est malgré tout assez délicate dans le cas des chlorapatites pour lesquelles les points d'attaque sont très ouverts et arrondis.

Pour les échantillons non chauffés, la longueur moyenne des traces induites confinées pour les différents échantillons varie entre  $15,25$  et  $16,42 \mu\text{m}$  (Fig. V-2). L'écart-type est inférieur à  $1 \mu\text{m}$ . Par comparaison, Gleadow *et al.* (1986a) obtiennent pour d'autres échantillons des longueurs moyennes comprises entre  $15,83$  et  $16,6 \mu\text{m}$  avec un écart-type inférieur à  $1 \mu\text{m}$  (conditions d'attaque : 20 secondes,  $\text{HNO}_3$  5M,  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ ).

Cette variation de la longueur initiale des traces confinées selon les échantillons implique que pour exprimer la cicatrisation des traces, il est nécessaire de rapporter leur longueur ( $L$ ) à la longueur initiale du même échantillon ( $L_0$ ). Le rapport à une valeur unique pour tous les échantillons fausserait les résultats.

Pour les échantillons chauffés, la longueur moyenne varie entre  $7,54$  et  $14,75 \mu\text{m}$  (tableaux V-2 et V-3). L'écart-type est du même ordre de grandeur que pour les échantillons non chauffés mais augmente pour les degrés de recuit importants ( $L/L_0 < 0,7$ ).

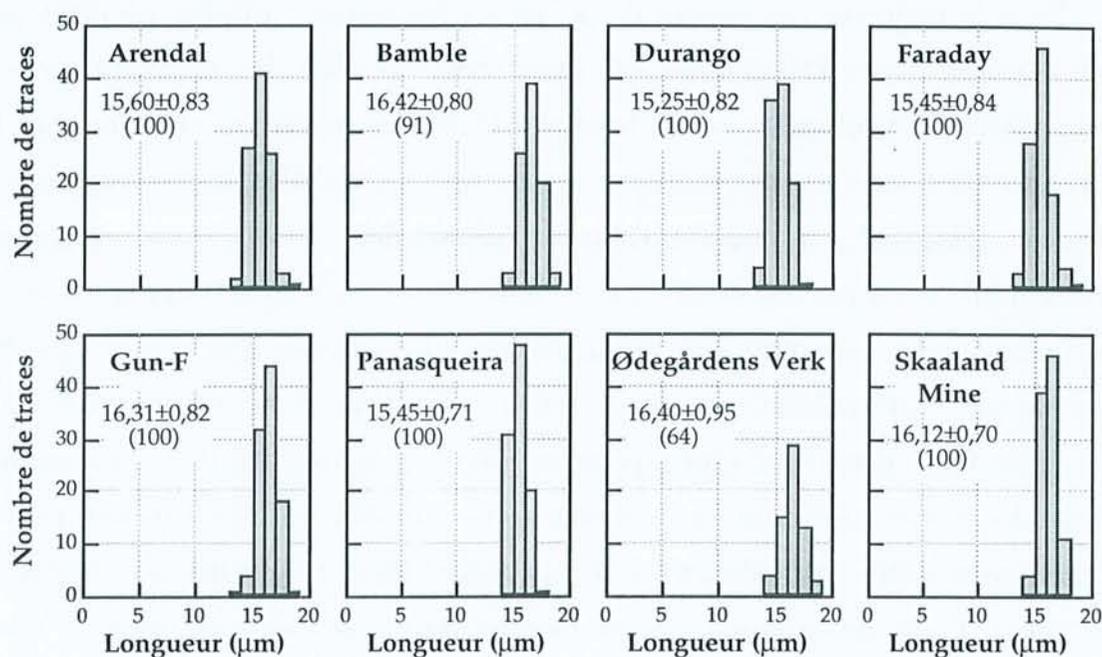


Figure V-2 : histogrammes de distribution des longueurs des traces confinées induites pour les échantillons non chauffés. Les longueurs des traces induites varient entre 15,25 et 16,42  $\mu\text{m}$ .

Tableau V-2 : longueurs des traces confinées et pourcentage de recuit pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable pour les expériences à 10 jours.

	Arendal				Bamble				Faraday			
	L	$\pm\sigma$	N	L/L <sub>0</sub>	L	$\pm\sigma$	N	L/L <sub>0</sub>	L	$\pm\sigma$	N	L/L <sub>0</sub>
<b>standard</b>	15,60	$\pm 0,83$	(100)	1*	16,42	$\pm 0,80$	(91)	1*	15,45	$\pm 0,84$	(100)	1*
<b>10/215</b>	13,38	$\pm 0,80$	(50)	0,86	14,28	$\pm 0,66$	(50)	0,87	13,00	$\pm 0,88$	(50)	0,84
<b>10/235</b>	12,12	$\pm 0,75$	(50)	0,78*	13,96	$\pm 0,79$	(50)	0,85	11,59	$\pm 0,78$	(50)	0,75
<b>10/250</b>	12,36	$\pm 0,75$	(50)	0,79	13,73	$\pm 0,82$	(50)	0,84	10,68	$\pm 0,87$	(50)	0,69
<b>10/271</b>	10,14	$\pm 1,44$	(50)	0,65	13,08	$\pm 0,86$	(50)	0,80	8,76	$\pm 1,45$	(50)	0,57*
<b>10/291</b>	8,80	$\pm 1,51$	(46)	0,56*	11,39	$\pm 0,80$	(50)	0,69	-	-	-	-
	Gun-F				Ødegårdens Verk				Skaaland Mine			
	L	$\pm\sigma$	N	L/L <sub>0</sub>	L	$\pm\sigma$	N	L/L <sub>0</sub>	L	$\pm\sigma$	N	L/L <sub>0</sub>
<b>standard</b>	16,31	$\pm 0,82$	(100)	1*	16,40	$\pm 0,95$	(64)	1*	16,12	$\pm 0,70$	(100)	1*
<b>10/215</b>	14,75	$\pm 0,84$	(50)	0,90	14,33	$\pm 0,84$	(50)	0,87*	14,44	$\pm 0,70$	(50)	0,90
<b>10/235</b>	14,07	$\pm 0,76$	(50)	0,86	13,85	$\pm 0,68$	(41)	0,84*	13,70	$\pm 0,90$	(50)	0,85
<b>10/250</b>	14,28	$\pm 0,62$	(50)	0,88	13,09	$\pm 0,93$	(47)	0,80	13,56	$\pm 0,68$	(50)	0,84
<b>10/271</b>	13,35	$\pm 0,85$	(50)	0,82	12,08	$\pm 1,03$	(42)	0,74*	12,71	$\pm 0,92$	(50)	0,79
<b>10/291</b>	12,68	$\pm 0,95$	(50)	0,78	11,03	$\pm 0,93$	(50)	0,67*	12,16	$\pm 0,94$	(50)	0,75

10/215 correspond au temps en jours (10) et à la température en °C (215) ; N représente le nombre de traces mesurées ; L<sub>0</sub> est la longueur standard. Quelques traces révélées par des clivages ont été également mesurées pour les échantillons marqués par \* (la part de ces traces est majoritaire pour les échantillons Arendal 235 et 290°C et Faraday 271°C).

Les distributions sont caractérisées par un histogramme unimodal à l'exception du dernier stade de recuit (Fig. V-3). Pour le dernier stade de recuit, les histogrammes, principalement pour les fluorapatites, sont larges, avec une part importante de traces courtes ( $< 6 \mu\text{m}$ ) pour les échantillons Durango et Panasqueira (Fig. V-4). La présence de ces traces très courtes pourrait être associée à l'existence de zones de défauts ponctuels qui ne permettent pas une révélation continue de la totalité de la trace et engendrent des traces discontinues (Hejl, 1995).

Tableau V-3 : longueurs des traces confinées et pourcentage de recuit pour les cristaux d'apatite de Durango et Panasqueira.

	Durango				Panasqueira			
	L	$\pm \sigma$	(N)	L/L <sub>0</sub>	L	$\pm \sigma$	(N)	L/L <sub>0</sub>
<b>standard</b>	15,27 $\pm$ 0,80		(100)	1	15,45 $\pm$ 0,71		(100)	1
3/225	13,67 $\pm$ 0,65		(50)	0,90	13,40 $\pm$ 0,58		(50)	0,87
3/245	12,90 $\pm$ 0,78		(50)	0,85	11,82 $\pm$ 0,96		(50)	0,77
3/265	11,84 $\pm$ 0,71		(50)	0,78	11,00 $\pm$ 1,32		(50)	0,71
3/285	9,80 $\pm$ 1,32		(50)	0,64	10,52 $\pm$ 1,14		(50)	0,68
3/305	7,54 $\pm$ 2,01		(14)	0,49*	-	-	-	-
10/215	13,97 $\pm$ 0,76		(50)	0,92	13,15 $\pm$ 0,89		(50)	0,85
10/235	12,76 $\pm$ 0,68		(50)	0,84	12,71 $\pm$ 0,85		(50)	0,82
10/250	12,13 $\pm$ 0,82		(50)	0,79	11,47 $\pm$ 0,70		(50)	0,74
10/271	10,59 $\pm$ 0,95		(50)	0,69	10,24 $\pm$ 0,94		(50)	0,66
10/291	7,71 $\pm$ 2,45		(50)	0,51	8,08 $\pm$ 2,35		(50)	0,52
30/205	13,61 $\pm$ 0,61		(50)	0,89	-	-	-	-
30/225	12,78 $\pm$ 0,84		(50)	0,84	-	-	-	-
30/240	12,19 $\pm$ 0,78		(50)	0,80	-	-	-	-
30/255	11,05 $\pm$ 0,91		(50)	0,72	-	-	-	-
30/275	8,15 $\pm$ 2,12		(50)	0,53	-	-	-	-

Dès les premiers stades de recuit, le rapport L/L<sub>0</sub> varie selon les échantillons mais cette différence augmente avec le degré de recuit. L'anisotropie du recuit est par conséquent la plus forte pour les températures de recuit les plus grandes. Néanmoins, des écarts existent déjà pour les faibles niveaux de recuit.

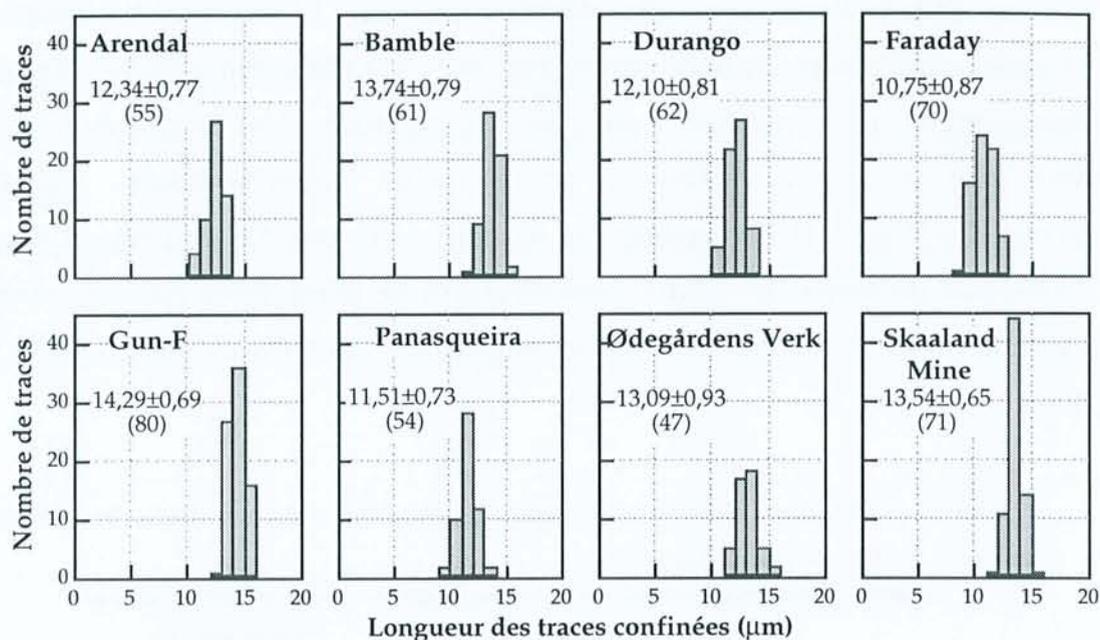


Figure V-3 : histogrammes de distribution des traces des échantillons étudiés pour le stade de recuit à 250°C pendant 10 jours. Le degré de cicatrisation varie entre 0,69 et 0,88 ; les histogrammes sont unimodaux.

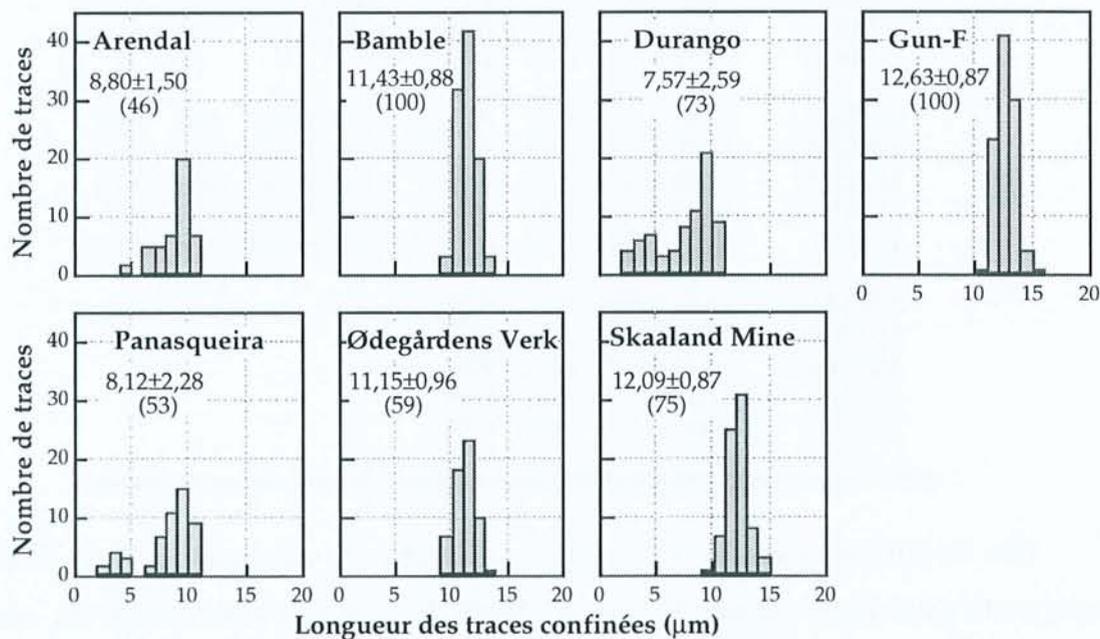


Figure V-4 : histogrammes de distribution des traces des échantillons étudiés pour le stade de recuit à 290°C pendant 10 jours. Le degré de cicatrisation varie entre 0,51 et 0,78 et l'écart type entre 0,87 et 2,59 μm. Les échantillons Durango et Panasqueira possèdent une part importante de traces inférieures à 6 μm.

La figure V-5 représente l'évolution du paramètre  $L/L_0$  en fonction de la température pour les différents échantillons. Il apparaît que l'échantillon possédant les traces les moins réduites est Gun-F.

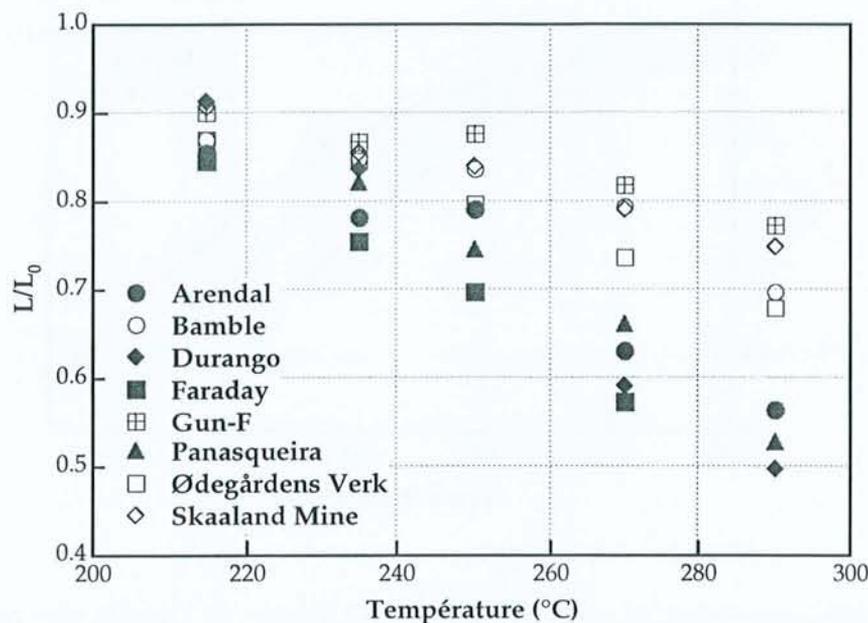


Figure V-5 : évolution de la réduction de la longueur des traces confinées induites en fonction de la température (expériences à 10 jours).

Les échantillons possédant les traces les plus facilement réduites sont Faraday et Arendal pour les premiers stades de recuit et Arendal, Durango, Faraday et Panasqueira pour le dernier stade de recuit. Ce changement de comportement pour Durango et Panasqueira est dû à l'existence de traces très courtes ( $< 6 \mu\text{m}$ ) qui pourrait être liée à un problème de révélation. Ødegårdens Verk et Bamble ont un comportement intermédiaire.

Pour l'expérience à  $250^\circ\text{C}$ , les résultats sont contrastés selon les échantillons : les cristaux Arendal et Gun-F présentent des rapports  $L/L_0$  supérieurs à ceux de l'expérience à  $235^\circ\text{C}$  alors que les autres échantillons se situent dans une logique de diminution du rapport  $L/L_0$ . Le résultat de la maturation de la matière organique est également anormal car le  $T_{\text{max}}$  est inférieur à celui du charbon non chauffé. Un problème d'expérimentation doit par conséquent être évoqué pour cette capsule. Les recuits des cristaux de Durango et de Panasqueira et du charbon ont été par conséquent réalisés à nouveau mais pas ceux des cristaux de composition variable car les quantités n'étaient pas suffisantes.

Il apparaît que les expériences de recuit réalisées pour des temps différents montrent des évolutions comparables (échantillon Durango, Fig. V-6).

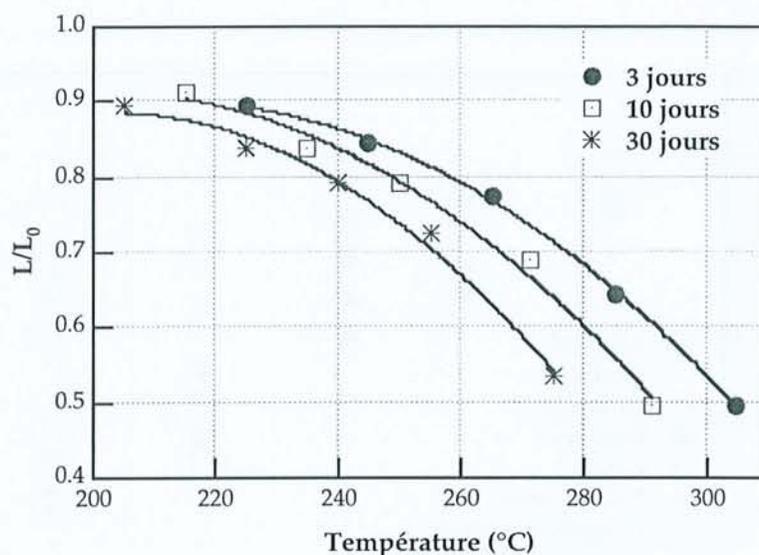


Figure V-6 : expériences de recuit isochrone pour l'apatite de Durango pour trois temps différents (3, 10 et 30 jours).

Les températures nécessaires pour le même degré de réduction des traces sont décroissantes pour des durées croissantes. Cela traduit le rôle complémentaire joué par le temps et la température dans l'effacement des traces de fission.

Les données de ces expériences isochrones peuvent être représentées dans un diagramme d'Arrhénius (Fig. V-7). Les degrés de réduction représentatifs des couples temps-température peuvent être répartis en plusieurs groupes, chaque groupe correspondant à une valeur de réduction moyenne de la longueur des traces. Ces valeurs forment des droites d'isoredution dont l'équation est du type :

$$A(r) = \ln(t) - B(r)T^{-1}$$

$A(r)$  est la fonction inconnue définissant la variation de  $r$  ( $L/L_0$ ) et  $B(r)$  représente  $E_a/k$  [ $E_a$  : énergie d'activation et  $k$  : constante de Boltzmann ( $8,62 \times 10^{-5}$  eV/K)] (Laslett *et al.*, 1987). Il est possible de calculer en première approximation une énergie d'activation moyenne de 2 eV, valeur compatible avec les données de la littérature (Carlson, 1990).

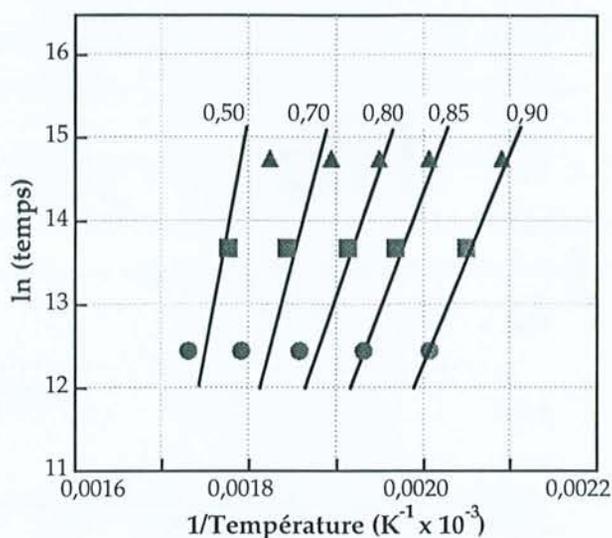


Figure V-7 : représentation des données des expériences de recuit pour l'apatite de Durango dans le diagramme d'Arrhénius. Le temps est donné en secondes et la température en degré Kelvin. Les valeurs caractéristiques des mêmes degrés de recuit s'alignent selon des droites dont la pente augmente pour un recuit croissant.

## 2) Maturation de la matière organique - valeur du Tmax

Les Tmax pour les différents temps de recuit (3, 10 et 30 jours) montrent des valeurs croissantes comprises entre 418 et 442 °C (Tableau V-4). Le Tmax du charbon non chauffé expérimentalement est de 415°C.

Tableau V-4 : Tmax obtenus par pyrolyse Rock-Eval pour les échantillons de charbon du delta de la Mahakam chauffés expérimentalement.

<b>Temps</b>	-	3	3	3	3	3	10	10	10	10	10	30	30	30	30	30
<b>Temp (°C)</b>	-	225	245	265	285	305	215	235	250	270	290	205	225	240	255	275
<b>Tmax</b>	415	418	422	425	433	442	421	422	412	433	435	420	419	424	428	434

L'augmentation du Tmax pour chaque temps se réalise en deux étapes (Fig. V-8) : un premier stade où la valeur du Tmax varie peu en fonction de la température ; le second stade correspond à une augmentation rapide du Tmax et traduit la maturation du charbon. La température limitant ces deux domaines se situe autour de 250°C.

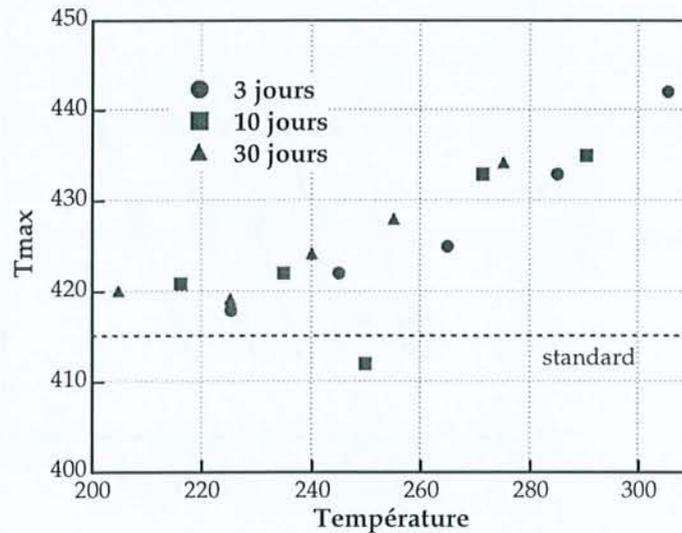


Figure V-8 : évolution du Tmax d'un charbon du delta de la Mahakam pour les différentes expériences réalisées.

L'existence du premier stade est liée à l'histoire thermique préalable du charbon : cet échantillon est prélevé à une profondeur importante et la matière organique a déjà connu des modifications irréversibles. Les premiers stades de recuit effectués ne sont pas suffisants pour faire évoluer davantage cette matière organique.

## C. INTERPRETATION DES RESULTATS

### 1) Paramètres contrôlant la cinétique d'effacement des traces de fission

#### Longueurs initiales

Les longueurs initiales ( $L_0$ ) des traces confinées sont variables selon les échantillons. Ces variations apparaissent très bien corrélées à la teneur en chlore ou en fluor des cristaux d'apatite : les échantillons les plus riches en chlore possèdent les traces les plus longues tandis que les échantillons les plus riches en fluor présentent les traces les plus courtes (Fig. V-9).

Le contrôle des teneurs en CaO et en  $P_2O_5$  est moins net surtout si l'échantillon Durango (54% poids CaO et 40,7% poids  $P_2O_5$ ) est considéré (Fig. V-9 et Tableau V-5). Les variations des deux teneurs se situent dans une gamme relativement limitée ce qui ne permet pas d'obtenir des résultats sans équivoque.

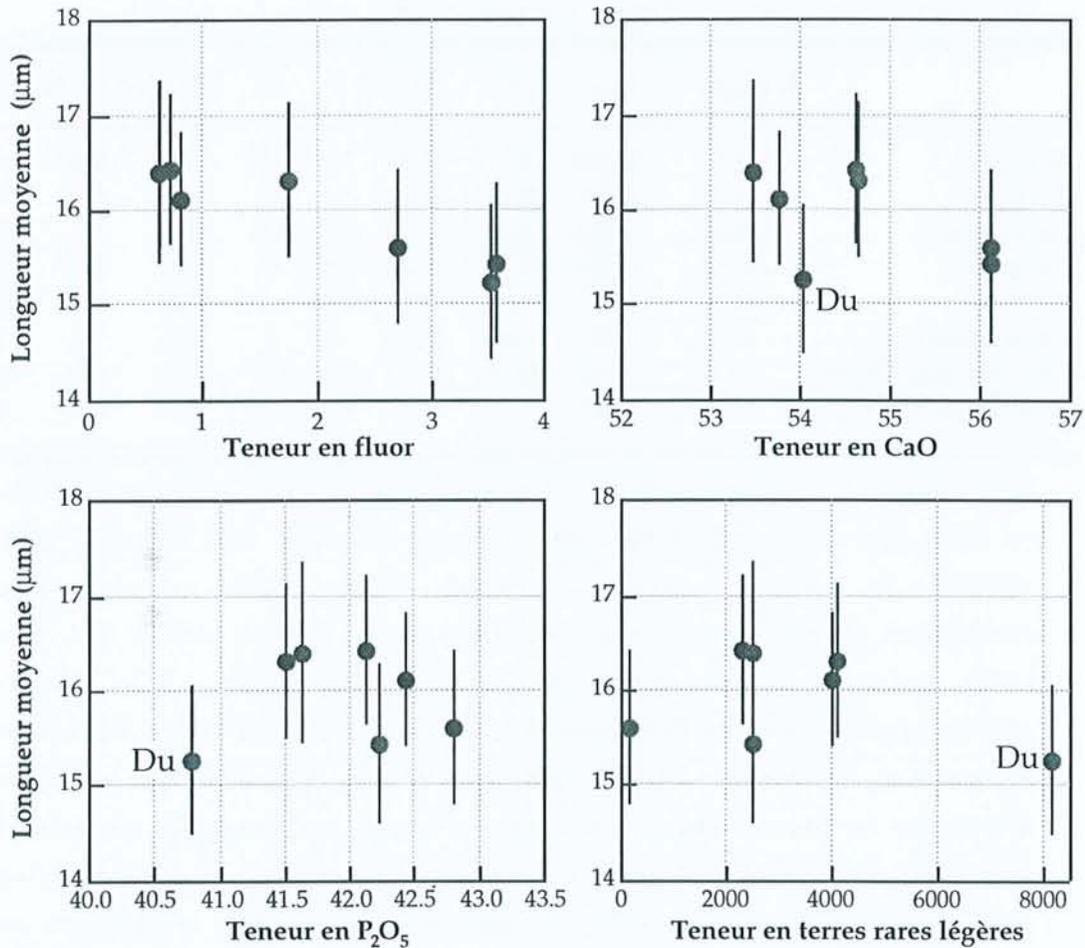


Figure V-9 : relation entre la teneur en fluor, en CaO, en  $P_2O_5$  ou en terres rares et la longueur moyenne des traces confinées pour les différents échantillons étudiés. L'incertitude sur la longueur correspond à l'écart-type. La longueur moyenne des traces apparaît contrôlée principalement par la teneur en fluor. Le contrôle des teneurs en CaO et  $P_2O_5$  est plus difficile à établir, de même que pour les terres rares légères. L'échantillon Durango (54% poids CaO et 40,7% poids  $P_2O_5$ ) ne possède pas le même comportement que les autres échantillons vis à vis du degré de substitution.

Ces observations peuvent refléter le rôle de la chimie sur les phénomènes de révélation des traces de fission. Le contrôle de la chimie sur la cinétique de

révélation des traces de fission a en effet été mis en évidence par Ben Ghouma (1995). Elle montre que les cristaux d'apatite les plus substitués possèdent les traces les plus facilement révélables (les substitutions seraient autant de points d'attaque préférentiels).

Tableau V-5 : longueur des traces confinées induites avant recuit et teneurs des principaux éléments pour les cristaux d'apatite étudiés.

	Longueur $\pm 1\sigma$	CaO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	F	Cl	$\Sigma$ ITR	$\Sigma$ LTR	$\Sigma$ TR	
<b>Arendal</b>	15,60	$\pm 0,83$	56,11	42,79	2,7	0,16	170	840	1010
<b>Bamble</b>	16,42	$\pm 0,80$	54,62	42,13	0,7	3,4	2300	100	2400
<b>Durango</b> <sup>(1)</sup>	15,25	$\pm 0,82$	54,02	40,78	3,53	0,41	8152	298	8450
<b>Faraday</b>	15,45	$\pm 0,84$	56,13	42,22	3,58	0	2500	400	2900
<b>Gun-F</b>	16,31	$\pm 0,82$	54,64	41,51	1,75	1,54	4100	150	4250
<b>Panasqueira</b> <sup>(2)</sup>	15,45	$\pm 0,71$	54	42,70	4	0	355	30	385
<b>Ødegårdens Verk</b>	16,40	$\pm 0,95$	53,46	41,63	0,6	4,27	2500	600	3100
<b>Skaaland Mine</b>	16,12	$\pm 0,70$	53,75	42,42	0,8	3,82	4000	350	4350

Les teneurs pour les éléments majeurs sont exprimées en pourcentage poids d'oxyde et pour les terres rares en ppm.  $\Sigma$ ITR représente la somme des terres rares légères et  $\Sigma$ LTR représente la somme des terres rares lourdes. (1) les analyses chimiques pour l'échantillon Durango sont de Young et al. (1969) pour les éléments majeurs et de Reed (1986) pour les terres rares déterminées par microsonde ionique. (2) les analyses chimiques pour l'échantillon Panasqueira sont de Kelly & Rye (1979) pour les éléments majeurs et de Knuston et al., (1985) pour les terres rares déterminées par activation neutronique. Les teneurs en terres rares légères et lourdes sont distinguées car les terres rares légères sont substituées dans le site Ca(1) tandis que les terres rares lourdes le sont préférentiellement dans le site Ca(2). Les analyses de l'échantillon Panasqueira sont données à titre indicatif car les variations des éléments à l'intérieur des cristaux d'apatite apparaissent très importantes (cf. photo IV-12, planche 6).

La teneur en CaO est utilisée pour donner une indication de l'ampleur de la substitution car les éléments substitués (Fe, Mg, Sr, terres rares) remplacent principalement Ca, leurs teneurs sont faibles et les erreurs analytiques sur la mesure de ces teneurs par microsonde électronique sont importantes. Les échantillons les plus substitués sur le site de Ca et de PO<sub>4</sub> possèdent par conséquent les longueurs des traces confinées induites les plus longues. Les teneurs en terres rares légères qui se substituent à Ca dans le site Ca(2)

n'apparaissent cependant pas bien corrélées aux longueurs initiales des traces induites.

### Cinétique d'effacement

Les cinétiques de cicatrisation des traces de fission apparaissent différentes selon les échantillons (Fig. V-5). Les cristaux se définissent par ordre de résistance au recuit : Faraday, Arendal, Panasqueira, Durango, Ødegårdens Verk, Bamble, Skaaland Mine et Gun-F. Les relations entre le degré de cicatrisation ( $L/L_0$ ) et les teneurs en F, CaO,  $P_2O_5$  et en terres rares indiquent que le recuit des traces de fission dans les cristaux d'apatite est contrôlé par plusieurs paramètres (Fig. V-10).

Le recuit apparaît dépendant de la teneur en F et en Cl ; ceci est en accord avec les nombreux travaux réalisés jusqu'à présent. Les chlorapatites présentent des pourcentages de réduction plus faibles que les fluorapatites pour le même degré de recuit. Ce contrôle est particulièrement net car les échantillons étudiés possèdent des teneurs en chlore très élevées ( $> 3\%$  poids). Il est à noter que de telles concentrations sont très rares dans la nature mais que l'étude de telles variations facilite la reconnaissance du rôle joué par ces éléments.

Ces résultats montrent cependant que la teneur en chlore ne semble pas être le seul paramètre contrôlant la cicatrisation des traces. En effet, l'échantillon dont les traces se cicatrisent le moins rapidement (Gun-F) ne possède pas la teneur en chlore la plus forte car il s'agit d'une apatite possédant autant de Cl que de F. De plus les trois échantillons de chlorapatites (Bamble, Ødegårdens Verk et Skaaland Mine) présentent des résultats assez variables : pour le degré de recuit le plus fort ( $290^\circ\text{C}$ ), les pourcentages de réduction varient entre 0,68 et 0,75. Cette différence est significative et pourrait s'accroître pour des degrés de recuit encore plus élevés. Les cristaux de fluorapatites ne se comportent pas non plus comme un groupe homogène ; l'apatite de Durango apparaît par exemple beaucoup plus résistante au recuit que celle de Faraday. Au fur et à mesure des degrés de recuit croissants, l'écart entre les deux groupes (fluorapatite et chlorapatite) augmente (cf. Fig. V-5).

---

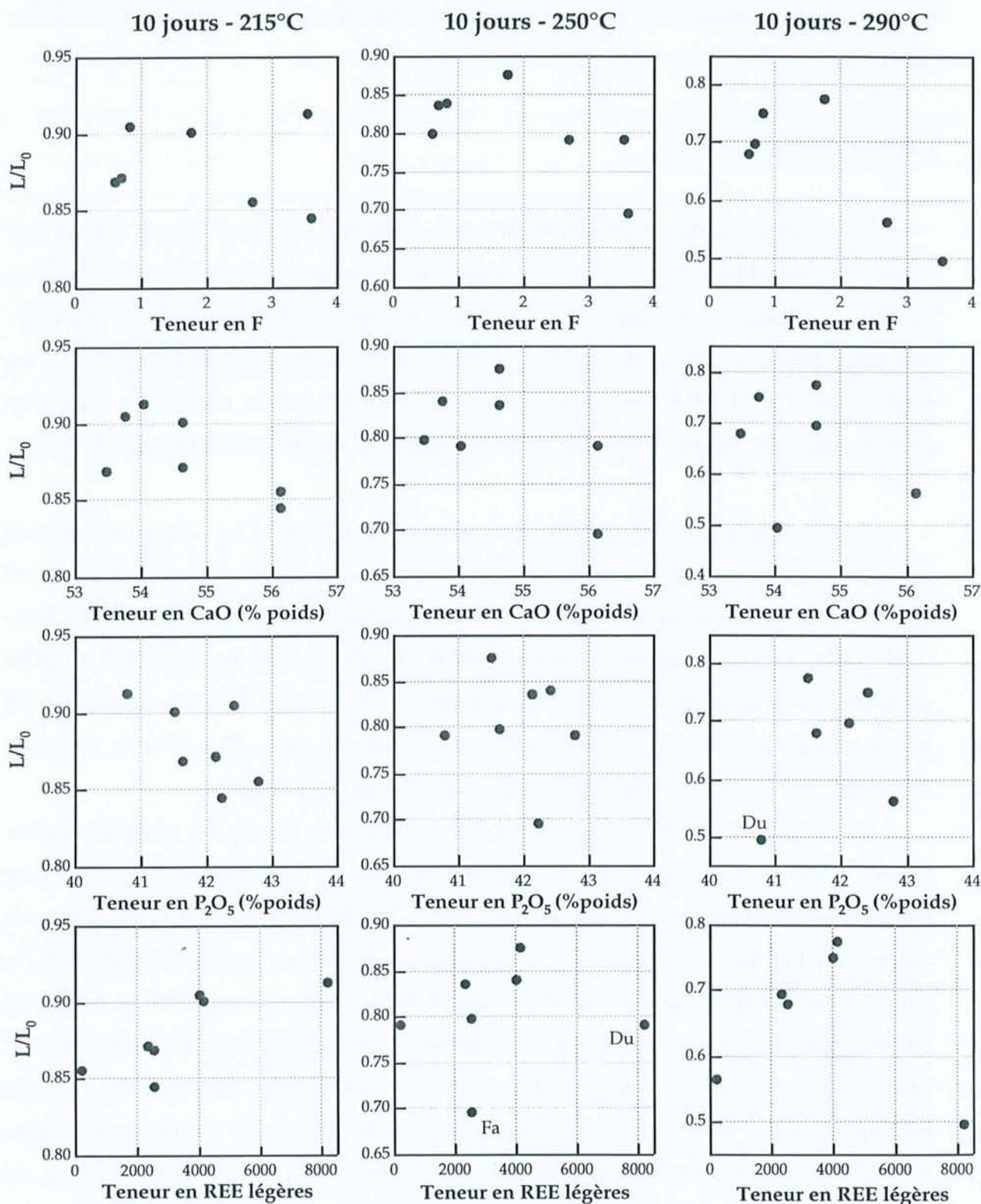


Figure V-10 : relation entre le degré de cicatrisation des traces de fission ( $L/L_0$ ) et les teneurs en F, CaO,  $P_2O_5$  et en terres rares pour les stades de recuit à 215, 250 et 290°C pour les expériences de recuit à 10 jours.

Le contrôle de la substitution exprimée par les teneurs en CaO et en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> n'est pas très net (Fig. V-10). En fonction de la teneur en CaO, deux groupes peuvent être isolés : les échantillons les plus fortement substitués (CaO < 55% poids) montrent des taux de cicatrisation plus élevés que ceux qui le sont moins. Il en est de même pour la teneur en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : les échantillons les plus fortement substitués possèdent les cinétiques d'effacement les plus rapides.

Ces relations ne sont pas parfaites car la variation des teneurs est faible et la substitution prend en compte de nombreux éléments qui peuvent avoir des contrôles sur le recuit variables. Les variations de la teneur en CaO et en P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sont respectivement environ de 3 et 2 % poids et ne représentent par conséquent que de faibles modifications. L'étude d'échantillons possédant des teneurs en substituants plus élevées permettrait peut être de mettre en évidence un contrôle plus franc. De plus, les éléments en substitution n'ont pas à priori les mêmes effets sur la cinétique de cicatrisation : ils ne possèdent pas les mêmes caractéristiques de rayon ionique, de charge ou de site de substitution. Considérer la teneur en CaO revient à une simplification de l'importance de la substitution qui peut oblitérer partiellement le contrôle des éléments sur le recuit. Il est difficile cependant de considérer ces éléments séparément car ils sont présents en faible quantité et ont été analysés par microsonde électronique qui possède une erreur analytique importante sur les faibles teneurs.

Les terres rares légères ont été analysées de manière plus précise par microsonde ionique. Elles forment de plus un groupe homogène substitué dans le même site de Ca (Ca(2), Hughes *et al.*, 1991b). La teneur en terres rares légères apparaît assez bien corrélée au degré de cicatrisation des traces (Fig. V-10). Les échantillons les plus riches en terres rares légères sont ceux qui présentent les taux de recuit les plus faibles. L'échantillon Gun-F est particulièrement intéressant car il présente un taux de cicatrisation peu élevé et apparaît discordant si seule la teneur en chlore/fluor est considérée. Avec les données de terres rares légères, son faible recuit apparaît tout à fait explicable par une teneur en terres rares légères importante. Les teneurs en terres rares lourdes montrent une relation inverse : les échantillons possédant les traces les plus résistantes possèdent le moins de terres rares lourdes. Cette relation est cependant limitée car les teneurs en terres rares lourdes sont faibles et l'incertitude est grande.

---

Le contrôle de la substitution de Ca et P sur la cinétique d'effacement des traces a été proposé par Carpena (1998) qui montre par l'étude des densités de traces que les échantillons les plus riches en éléments en substitution ont les cinétiques de cicatrisation des traces les moins rapides. Cette étude va dans le même sens mais met en évidence le rôle des terres rares légères dans le contrôle de la cicatrisation.

Pour la plupart de ces relations, l'échantillon Durango ne s'intègre pas dans l'évolution générale et semble devoir être considéré seul. Il s'agit d'un échantillon anormalement riche en terres rares légères (près de 8000 ppm) avec de faibles teneurs pour les éléments fréquemment en substitution dans les apatites (Mn, Fe, ...). La raison de ce comportement singulier est difficile à cerner.

L'échantillon Panasqueira a été systématiquement écarté pour établir ces relations car les spectres de cathodoluminescence et la cartographie de l'uranium montrent une grande hétérogénéité des éléments traces qui pourrait également avoir lieu pour les éléments majeurs. La comparaison entre les données ponctuelles d'analyse chimique et les réductions des longueurs déterminées pour la totalité des grains n'aurait alors pas de sens.

La bonne relation entre l'aire des bandes de Ce et le degré de cicatrisation montre que la cathodoluminescence fournit des informations semi-quantitatives valables qui permettent d'obtenir des renseignements sur les terres rares (légères pour ce cas précis) dans les échantillons (Fig. V-11). Les échantillons dont les traces sont les plus facilement cicatrisées possèdent l'aire des bandes de Ce les plus petites. De la même façon que pour les relations précédentes, l'échantillon Durango se situe à l'écart dans cette évolution.

---

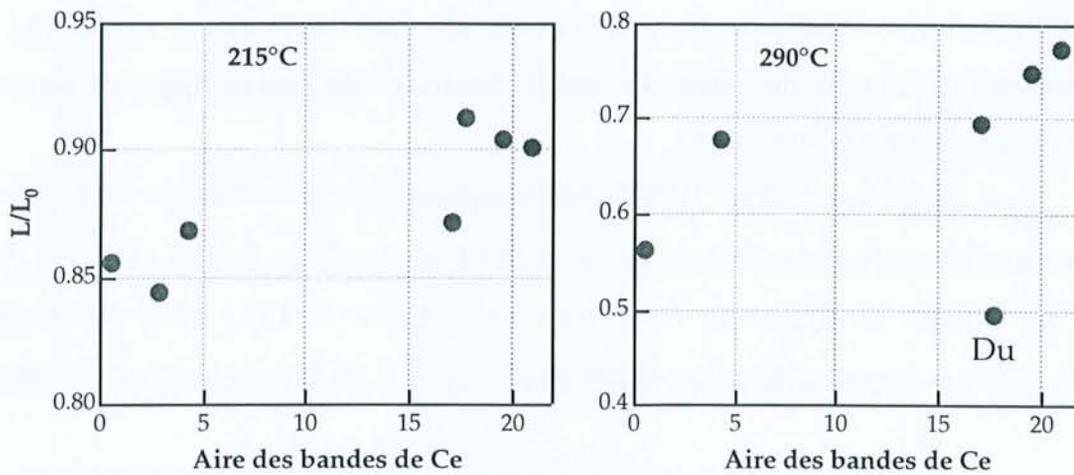


Figure V-11 : relation entre le degré de cicatrisation des échantillons étudiés et l'aire de la bande de  $Ce^{3+}$ . La relation obtenue à la microsonde ionique en considérant toutes les terres rares légères est mise en évidence par la luminescence de  $Ce^{3+}$  car cet élément possède la plus forte teneur et représente ainsi le groupe des terres rares légères.

## 2) Relation entre la cicatrisation des traces de fission et la maturation de la matière organique

La matière organique étudiée possède une histoire thermique préalable : il s'agit en effet d'un charbon prélevé à une profondeur importante qui a connu par conséquent une évolution irréversible non négligeable de sa structure. Les traces de fission correspondent à des traces fraîchement induites qui possèdent leur longueur maximale. Il n'est pas par conséquent possible de considérer le couple  $T_{max} = 415^{\circ}C$  et  $L/L_0 = 1$  comme point de départ de l'évolution combinée de la cicatrisation des traces de fission et de la maturation de la matière organique.

Les deux paramètres évoluent systématiquement dans le même sens : la maturation de la matière organique matérialisée par l'augmentation du  $T_{max}$  est associée à la cicatrisation des traces de fission marquée par la diminution du rapport  $L/L_0$ . Cette relation entre  $L/L_0$  et  $T_{max}$  est linéaire pour ce domaine de température étudié (Fig. V-12). La pente de ces droites diminue pour des temps d'expérimentation croissant. Ceci traduit que l'évolution du  $T_{max}$  et de la cicatrisation des traces de fission possèdent des vitesses de cinétique différentes. Les temps plus courts sont caractérisés par des températures plus fortes. Barker

(1985) montre l'importance sur l'évolution de la matière organique de la température maximale seule. Le recuit des traces de fission apparaît contrôlé par le couple temps-température.

Les travaux de Meyer (1990) établis également sur le charbon de la Mahakam en considérant la réduction de densités des traces sont en accord avec ces relations si les valeurs de  $\rho/\rho_0$  sont converties en valeurs de  $L/L_0$  grâce au diagramme unissant ces deux paramètres défini pour l'apatite de Durango (Green, 1988).

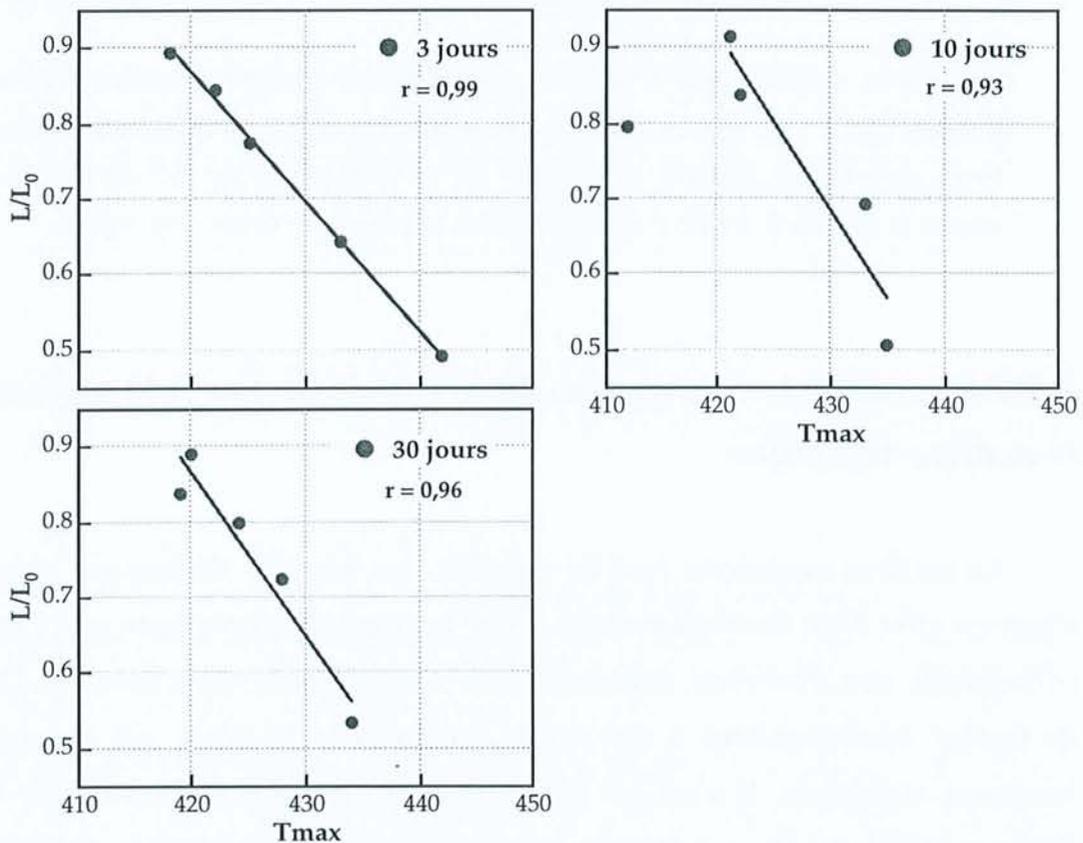


Figure V-12 : relation entre le degré de cicatrisation des traces de fission ( $L/L_0$ ) et la valeur du  $T_{max}$  pour les expériences de recuit réalisées à 3, 10 et 30 jours. Les équations des droites de corrélation sont pour 3 jours :  $L/L_0 = 8,00 - 0,017 T_{max}$  et pour 30 jours :  $L/L_0 = 9,97 - 0,022 T_{max}$ .

Il est très intéressant de comparer ces données de laboratoire à celles obtenues pour des cas géologiques. L'exemple du delta de la Mahakam a été étudié.

L'histoire thermique des échantillons du delta de la Mahakam est bien définie (Oudin, 1984 ; Tissot *et al.*, 1987). Après un dépôt Miocène (13 Ma), les

sédiments ont été enfouis rapidement (8 Ma environ) à des profondeurs importantes puis ont séjourné à des températures de l'ordre de 90°C jusqu'à la situation actuelle (95°C). L'histoire d'un échantillon situé actuellement au sommet de la zone à huile (2440m, 95°C) a été modélisée par Monte Trax afin d'obtenir la longueur moyenne et le degré de cicatrisation des traces de fission (Fig. V-13). Il apparaît que le degré de cicatrisation des traces est égal à 0,78 en considérant la longueur moyenne standard des traces confinées de l'échantillon Durango (14,56  $\mu\text{m}$ ). Les mesures du Tmax et du pouvoir réflecteur de la vitrinite de cet échantillon sont évalués respectivement à 429°C et 0,52 (Tissot *et al.*, 1987).

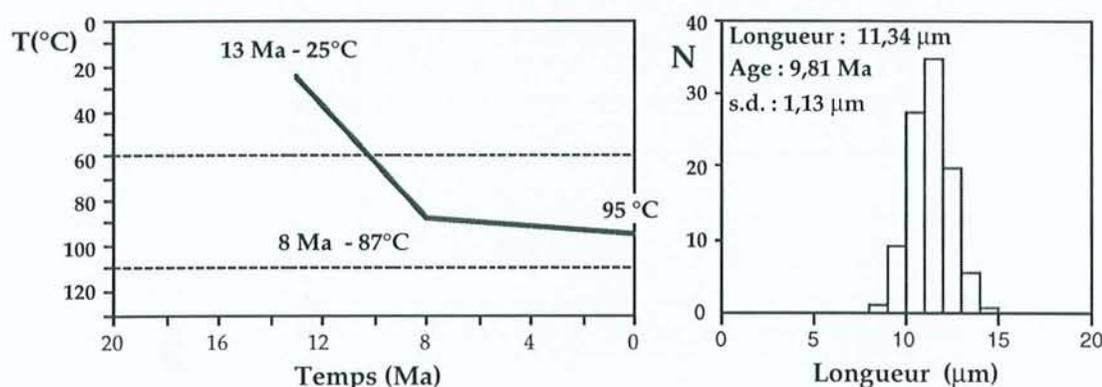


Figure V-13 : modélisation de l'histoire thermique d'un échantillon du delta de la Mahakam à l'aide de Monte Trax. L'histoire thermique de cet échantillon est définie par les courbes de subsidence (Tissot *et al.*, 1987). Le modèle utilisé est celui de Laslett *et al.*, (1987) sur l'apatite de Durango. Le degré de cicatrisation est de 0,78 (11,34/14,56) et la valeur de la réflectance de la vitrinite est de 0,56 calculée à partir de la deuxième équation de Burnham et Sweeney (1989). La valeur modélisée de la réflectance de la vitrinite est également plus forte que la valeur mesurée mais ces valeurs demeurent cependant dans la courbe enveloppe définie dans le bassin.

Les relations définies expérimentalement donnent pour un Tmax de 429°C un degré de cicatrisation proche de 0,70. L'accord entre la valeur prédite à l'aide des relations expérimentales et celle obtenue grâce à l'histoire thermique apparaît bon et encourageant compte tenu des imprécisions sur la valeur du Tmax et de la simplification générée par la modélisation de la matière organique.

Ce type de comparaison devra être multiplié pour des échantillons ayant connu des histoires thermiques variées. L'exemple du delta de la Mahakam est en effet un cas facilement comparable car son histoire thermique correspond à une

simple augmentation de la température comme pour les échantillons étudiés expérimentalement.

Les résultats expérimentaux disponibles sont insuffisants pour définir un lien entre la cicatrization des traces de fission et l'évolution de la matière organique. La réalisation de nouvelles expériences en particulier pour des temps plus longs est nécessaire. les résultats présentés sont néanmoins encourageants pour déterminer dans l'avenir une relation entre les deux indicateurs thermiques.



---

*RECONSTITUTION  
DE L'HISTOIRE THERMIQUE  
DE LA BORDURE SUD-EST  
DU MASSIF CENTRAL*

---



## **INTRODUCTION**

---

La bordure cévenole du Massif Central possède deux caractéristiques encore mal expliquées : la présence de nombreuses concentrations métalliques à l'interface entre le socle et les formations mésozoïques et sa morphologie caractéristique d'un retrait d'escarpement.

L'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite apparaît pertinente pour étudier ces deux problèmes car elle précise l'histoire thermique basse température et fournit des informations pour la quantification des mouvements verticaux.

La bordure sud-est du Massif Central constitue une province métallogénique majeure avec la présence de nombreux gisements parmi lesquels Largentière (450000 tonnes Pb-Zn) et Les Malines (1 million de tonnes Pb-Zn). Les minéralisations se développent à l'interface du socle et de la couverture sédimentaire, principalement dans ou à proximité des formations triasiques. L'origine de telles concentrations est à rechercher dans la circulation de saumures.

La morphologie de la bordure cévenole peut laisser supposer qu'elle a été ou est contrôlée par la faille des Cévennes. En effet, la ligne de crête est parallèle à la faille des Cévennes et est caractéristique d'un retrait d'escarpement. Pour étudier les relations entre la faille, la dynamique de la zone et la construction du massif, il est nécessaire d'obtenir des informations sur l'âge et l'amplitude des mouvements verticaux. L'analyse des traces de fission permettra d'apporter quelques informations.

---

## A. PRESENTATION DE LA ZONE D'ETUDE

---

### 1) Localisation de la zone d'étude

#### Présentation géographique

La bordure sud-est du Massif Central correspond essentiellement au massif des Cévennes dont le sommet est le Mont Lozère à 1699m et aux plateaux du Vivarais. Plusieurs massifs granitiques orientés schématiquement Est-Ouest forment les points culminants : Lingas (1445m), Mont Aigoual (1565m), Montagne de Bougès (1421m ; massif granitique et schisteux), Mont Lozère (sommet de Finiels, 1699m) et Tanargue (1458m). Le massif des Cévennes est isolé de l'Ouest du Massif Central par le bassin des Causses dont l'altitude minimale se situe autour de 700 mètres. A l'Est, la bordure ardéchoise correspond à l'extension du bassin du sud-est et possède une altitude minimale d'environ 100 mètres. L'axe du massif est grossièrement N20°. La ligne de crête unissant les sommets correspond à la limite de partage des eaux entre les bassins Méditerranée et Atlantique et le massif est l'origine de nombreux cours d'eau importants, le Tarn, le Lot et l'Allier pour le bassin Atlantique et l'Ardèche, le Gardon d'Alès et l'Hérault pour le bassin Méditerranée.

Les Monts du Vivarais, au Nord, constituent une chaîne orientée N40° séparée de la vallée du Rhône par les plateaux du Vivarais.

Les principales villes sont Valence, Privas, Aubenas et Alès à l'Est de la bordure, le Vigan au Sud et Langogne à l'Ouest.

#### Présentation géologique

L'essentiel des terrains constituant la bordure SE du Massif Central sont des schistes, les schistes des Cévennes, formés pendant l'orogénèse hercynienne et des granitoïdes post métamorphiques, pour la plupart post-viséens supérieur (Fig. VI-1). Le Nord de la zone constitue le massif anatectique du Velay-Forez qui possède des panneaux enclavés de granites disloqués témoins des massifs

---

intrusifs dans les séries pré-existantes (Tournon, Chavade) et des granites tardifs (Quatre Vios-Pont de Chervil, St Cierge). Les schistes des Cévennes sont intrudés par deux ensembles de granites tardifs : le massif du Pont de Montvert-Mont Lozère et celui de St Guiral Liron. Le granite du Mont Lozère dont le prolongement constitué par le granite de la Borne est décalé par le décrochement de Villefort, est associé aux granites de Bougès et de Finiels. A l'Ouest, le granite de la Margeride forme un vaste ensemble monzogranitique porphyroïde.

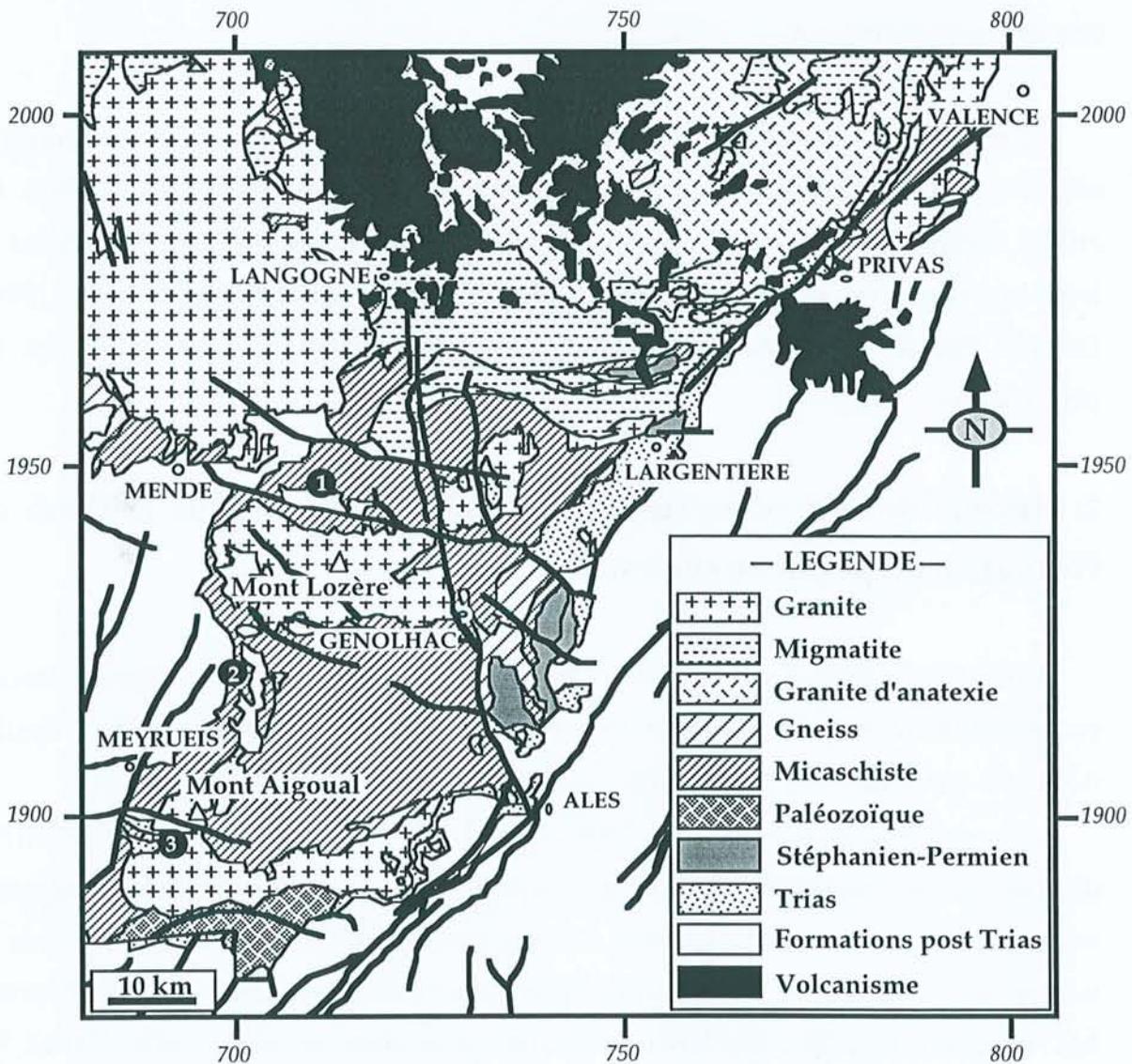


Figure VI-1 : carte géologique de la bordure sud-est du Massif Central (d'après la carte géologique de la France au 1/1000000). Les principaux affleurements de terrains jurassiques sur le socle sont Le Bleybard (1), Florac (2) et Camprieu (3).

Des faisceaux de failles parallèles, complexes, orientées NE-SW (N30°) et d'extension régionale limitent à l'Est les formations hercyniennes et forment les failles des Cévennes et de Nîmes plus à l'Est. La faille des Cévennes correspond à une dislocation profonde du substratum, probable décrochement tardihercynien, qui modèle la marge occidentale du bassin du sud-est pendant tout le Mésozoïque. Le jeu de la faille des Cévennes semble avoir cessé à l'Oligocène même si des déplacements récents faibles sont enregistrés dans un secteur situé au Sud de la zone étudiée (Lacassin *et al.*, 1998) bien que cette interprétation soit très discutée (Sébrier *et al.*, 1998).

Les données géophysiques mettent en évidence une anomalie de Bouguer négative sous les Cévennes comprise entre -60 et -35 mGal (Milési *et al.*, 1997). La croûte apparaît amincie (< 30 km) ce qui résulte des distorsions mésozoïques et tertiaires (mise en place des grabens Oligocène) (Debrand-Passard *et al.*, 1984). Dans le Bas Rhône (Orange-Avignon), le Moho se situe à près de 15 km de profondeur.

## **2) Histoire de la bordure sud-est du Massif Central dans le cadre de l'évolution du bassin du sud-est**

L'histoire mésozoïque et cénozoïque de la bordure sud-est du Massif Central est marquée principalement par l'ouverture et la fermeture de l'océan ligure, dont elle constitue une paléomarge, et par la constitution des Pyrénées.

L'essentiel des terrains de la bordure sud-est du Massif Central est constitué des roches métamorphiques et magmatiques mises en place lors de l'orogénèse varisque. Elle se manifeste par une tectonique tangentielle en chevauchements et nappes avec la mise en place d'unités plissées et métamorphisées entre 465 et 330 Ma. De nombreux granites tarditectoniques se mettent en place entre 330 et 300 Ma. Au Stéphanien, la chaîne hercynienne est en cours de démantèlement. Deux familles de décrochements associées à une compression NW-SE se mettent en place recoupant l'ensemble des structures hercyniennes y compris les granites : des accidents majeurs dextres N90°E à N110°E à N135°E et des décrochements de second ordre senestres N30°E à N50°E. Au Permien, de nombreux bassins

---

réceptacles de l'érosion se mettent en place. Au début du Trias, la chaîne hercynienne forme une pénéplaine où la distribution des dépôts est homogène. Cette régularité est cependant perturbée par le jeu d'accidents tectoniques associés à une distension ENE-WSW puis WNW-ESE (Bergerat & Martin, 1993). A partir de cette époque, la bordure sud-est du Massif Central constitue une marge passive en bordure d'un rift dont l'évolution aboutira à la constitution de l'océan ligure (Lemoine, 1984). Les premiers blocs basculés apparaissent au Carnien mais c'est véritablement à partir du Lotharingien et surtout du Carixien que s'individualise la marge (Bergerat & Martin, 1993). Entre le Lotharingien et l'Aalénien, l'ensemble de la marge est constitué de blocs basculés limités par des failles bordures. La structure de la couverture post-hercynienne est contrôlée par le passage du faisceau d'accidents de la faille des Cévennes. Entre l'Aalénien supérieur et le Callovien, les failles les plus proches de la bordure voient leur activité cesser. Ainsi, la faille d'Uzer est scellée au Bathonien supérieur tandis que les failles situées plus à l'Est (failles de l'Ardèche ou de La Gorce) sont toujours actives (Giot *et al.*, 1991). Entre le Callovien moyen et le Portlandien, l'activité de la marge cesse brutalement. Cet arrêt semble correspondre à la fin du rifting continental et à la fin de l'océanisation de l'océan liguro-piémontais. La marge connaît alors au Crétacé une subsidence thermique avec des dépôts uniformes dans l'ensemble du bassin (Bonijoly *et al.*, 1996). Du Trias au Jurassique et à un degré moindre au Crétacé se distinguent de part et d'autre du faisceau de failles des Cévennes une plate-forme à l'Ouest et un bassin à série épaisse à l'Est.

Au Crétacé inférieur s'ouvre la baie de Biscay avec des répercussions importantes dans le bassin du sud-est et l'ouverture du bassin Vocontien. Dans le bassin du sud-est, le Crétacé inférieur est marqué par des dépôts argilo-calcaires épais (2500m) caractéristiques d'une plate-forme externe. A partir du Barrémien (115 Ma), des faciès bio-calcaréniques sub-récifaux progradant sur les bordures marquent le rétrécissement et le début de comblement du bassin profond (Curnelle & Dubois, 1986). Au Crétacé moyen se développent sur les bordures d'importants dépôts détritiques (sables-grès). Au Crétacé supérieur (du Turonien au Sénonien), le domaine de sédimentation du bassin se réduit de manière continue. La réduction dès le début du Crétacé supérieur et la fermeture du bassin

---

sont la conséquence de la compression liée à la collision des ensembles ibérique, africain et européen (Curnelle & Dubois, 1986). Du Crétacé supérieur à l'Eocène inférieur se déroule la compression pyrénéenne qui se manifeste par des plis Est-Ouest dans le Languedoc et en Provence et une extension N110°. Cet épisode se caractérise également par la réactivation en décrochement sénestre de la faille des Cévennes (Arthaud & Séguret, 1981). A l'Eocène terminal (Ludien) et au début de l'Oligocène, entre 36 et 27 Ma, se manifeste la grande phase tectonique distensive qui voit s'ouvrir à la périphérie du Massif Central les grands bassins d'effondrements des Limagnes, du bassin rhodanien, du golfe du Lion et du fossé d'Alès. Cette extension Oligocène n'a pas d'effet sur la faille d'Uzer mais sur la faille de l'Ardèche et sur celles situées plus à l'Est (Bonijoly *et al.*, 1996). Une deuxième phase d'extension Oligocène (28-20 Ma) voit le rifting de la marge continentale du golfe du Lion. Dans le granite de St Guiral Liron, la compression pyrénéenne se manifeste par des microfailles et des microdécrochements reprenant des accidents existants (Alabouvette, 1988). Le Massif Central est marqué par un volcanisme alcalin qui se met en place du Tertiaire jusqu'à une époque récente mais dont le paroxysme se situe entre 10 et 5 Ma et qui est associé à un soulèvement généralisé en dôme initié dès le début du Crétacé (Granet *et al.*, 1995). Au Néogène, la fermeture de l'océan ligure qui aboutit à la création des Alpes se traduit par une compression Est-Ouest sur la paléomarge ardéchoise attestée par des observations microstructurales (Bergerat & Martin, 1993) et se caractérise par l'inversion d'anciennes structures en extension à l'Est de la vallée du Rhône. La crise de salinité messinienne se caractérise par une importante phase d'érosion repérée dans les sondages du golfe du Lion et marquée par le surcreusement des principales paléo-vallées (Rhône, Durance, Var, ...) (Clauzon *et al.*, 1996). Dans le golfe du Lion, les dépôts plio-quatérnaires (5-0 Ma) sont épais et caractérisés par un taux de sédimentation rapide, de l'ordre de 1000 mètres par million d'années (Burrus, 1989).

### 3) Données sur l'histoire thermique

L'histoire thermique de la bordure sud-est du Massif Central peut être précisée à l'aide de tous les travaux réalisés sur les différents sites miniers répartis

---

principalement le long de l'interface entre le socle et le bassin (Largentière, La Croix de Pallières, Durfort, Les Malines, Trèves) et ceux effectués sur les gisements d'U des Pierres Plantées et de Lodève. Ils correspondent par conséquent à des données ponctuelles liées aux études sur les minéralisations auxquels s'ajoutent les travaux réalisés dans le cadre des forages scientifiques, Balazuc et Morte Mérie, du programme Géologie Profonde de la France (GPF).

Pour les différents sites, les températures d'homogénéisation des inclusions fluides sont supérieures aux températures actuelles (Tableau VI-1). Chi *et al.* (1997) définissent le site de Largentière comme un dépôt épigénétique formé à partir de saumures chaudes issues du bassin. Trois phases fluides dont deux ont des  $T_h$  de l'ordre de 150°C (Charef & Sheppard, 1988) sont reconnues pour le gisement des Malines qui s'est développé à partir de deux stades de circulation d'eaux hydrothermales issues du bassin du sud-est (Ramboz & Charef, 1988). Sabouraud *et al.* (1980) interprètent les données de l'étude des inclusions fluides comme une cristallisation à basse température (< 50°C) suivie d'un réchauffement à des températures de 60-130°C à partir de solutions salines.

Tableau VI-1 : données de l'étude des inclusions fluides pour les sites miniers de la bordure sud-est du Massif Central.

Gisement	Th (°C)	Minéral	Références
Largentière	92 ± 18	sphalérite	Chi <i>et al.</i> (1997)
	84 à 224 °C	barytine	Chi <i>et al.</i> (1997)
St Laurent les Bains	100-120 et 165	fluorine	Sabouraud <i>et al.</i> (1980)
Durfort	120	dolomite	Sabouraud <i>et al.</i> (1980)
La Croix de Pallières	120 à 160	dolomite	Aubagne <i>et al.</i> (1982)
Les Malines	70 et 150	Q, D, S et B	Charef & Sheppard (1988)
	130 à 380	barytine	Ramboz & Charef (1988)
Trèves	80 à 130	dolomite	Sabouraud <i>et al.</i> (1980)
Lodève	80 à 280	Q et D	Mendez-Santizo <i>et al.</i> (1991)

(Q : quartz ; D : dolomite ; S : sphalérite et B : barytine).

D'autres marqueurs thermiques mettent en évidence des températures importantes : l'étude de la matière organique à Trèves indique des températures de l'ordre de 150°C (Ghautier & Disnar, 1984) et l'indice de cristallinité des illites fournit des températures comprises entre 100-200°C à Lodève (Lancelot *et al.*, 1984).

Les âges obtenus par K/Ar ou U/Pb fournissent des âges permien, jurassiques et crétacés (Tableau VI-2). Le Guen *et al.* (1991) montrent que la signature isotopique du Pb est la même pour les formations du granite de St Guiral Liron et les minéralisations environnantes de même qu'elle est identique pour les différents gisements cévenols à l'exception de ceux situés le long de la faille des Cévennes. Cette signature des gisements le long de la faille serait liée à des circulations importantes.

Tableau VI-2 : données des datations U/Pb et K/Ar pour les différents sites miniers de la bordure sud-est du Massif Central.

Gisement	Âges (Ma)	Méthode	Références
Largentière	217-210	K/Ar	Bonhomme <i>et al.</i> (1987)
Les Malines	271 et 211	K/Ar	Bonhomme <i>et al.</i> (1987)
Montdardier	298 et 177	K/Ar	Orgeval <i>et al.</i> (1997)
Lodève	173±6 et 108±5	U/Pb	Lancelot <i>et al.</i> (1984)
	183±4		Lancelot & Vella (1989)
	248±8 et 173±5	K/Ar	Conrad <i>et al.</i> (1986)
	250, 180 et 100	K/Ar	Mendez-Santizo <i>et al.</i> (1991)
Gatuzières	188	K/Ar	Bonhomme <i>et al.</i> (1987)
Pierres Plantées	269±9, 188±12 et 100	U/Pb	Respaut <i>et al.</i> (1991)
	161±9	K/Ar	Lancelot <i>et al.</i> (1995)

Le site de Montdardier se situe dans le district des Malines.

Ces différents sites présentent une histoire thermique semblable alors qu'ils sont distants parfois de plusieurs dizaines de kilomètres. Lancelot *et al.* (1995) définissent ainsi trois phases majeures de circulation de fluides dans le sud-est du Massif central à partir de l'étude des gisements d'Uranium de Lodève, Pierres Plantées et Bertholène. Après une préconcentration située entre 295 et 240 Ma, l'uranium est remobilisé entre 170-190 Ma et entre 120-90 Ma. Un quatrième épisode est présent dans le gisement de Bertholène entre 30 et 40 Ma.

L'étude du forage de Balazuc (BA1) a mis en évidence, à l'aide de nombreux marqueurs thermiques, l'existence de paléotempératures beaucoup plus importantes que les températures actuelles (Renac & Meunier, 1995 ; Disnar *et al.*, 1997 ; Pagel *et al.*, 1997). Ces paléotempératures élevées peuvent être expliquées par un paléocouvrement estimé entre 1600 et 2000 mètres à l'aide des

températures maximales d'enfouissement (Disnar *et al.*, 1997) et supérieur à 1900 mètres à partir de l'analyse des traces de fission (Pagel *et al.*, 1997).

Les analyses traces de fission sur le Massif Central sont rares. Carpena (1980-81) donne des âges traces de fission sur cristaux d'apatite par la méthode des âges plateaux isochrones pour la Montagne Noire compris entre 63 et 225 Ma. Pagel *et al.* (1993) obtiennent, sur le bassin de Lodève, des âges traces de fission sur apatite compris pour les échantillons de surface (150m) entre 95 et 111 Ma ( $51 \pm 5$  Ma à 600 mètres de profondeur). Enfin, Siddall *et al.* (1996) ont mis en évidence, à partir de l'analyse de 100 échantillons répartis sur la totalité du Massif Central, une érosion importante à la fin du Mésozoïque et au Tertiaire des zones périphériques à l'exception du Morvan.

#### 4) Les indices de l'érosion

La bordure triasique ardéchoise correspond à une limite d'érosion et les différents travaux traitant de l'histoire géologique du bassin du sud-est envisage le recouvrement d'une partie du Massif Central. Ainsi, "toute la région a du être largement recouverte par la mer du Mésozoïque" (notice de la carte géologique de Largentière) et "il est clair qu'au moment du dépôt des formations pélagiques du Kimméridgien-Portlandien, la mer avait du envahir assez profondément l'Est du Massif Central, mais on ne peut fixer ses limites : le soulèvement Tertiaire des Cévennes a provoqué l'érosion de ce qui pouvait avoir été déposé sur elles" (Debrand-Passard *et al.*, 1984). Les cartes isopaques de la couverture mésozoïque (Debrand-Passard *et al.*, 1984 ; Curnelle & Dubois, 1986) définissent l'existence de sédiments mésozoïques, principalement triasiques et liasiques sur le socle hercynien notamment au niveau du granite de St Guiral Liron, impliquant la présence du socle hercynien en surface. Elmi (1983) envisage sur la bordure ardéchoise l'existence probable de sédiments liasiques à l'Est d'un axe cévenol Mas de l'Ayre-Langogne. Les témoins de la transgression de la mer Mésozoïque se retrouvent sur le socle, représentatifs de l'Oxfordien moyen dans la région du Bleynard, du Domérien à Florac et du Toarcien à Camprieu (Debrand-Passard *et al.*, 1984). Il n'y a pas de sédiment Jurassique supérieur ou Crétacé sur le socle. De

---

plus, la reconstitution de la paléomarge ardéchoise à l'aide des sections équilibrées indique que le maximum de la subsidence a lieu au Crétacé moyen (Bonijoly *et al.*, 1996).

Les affleurements de Trias localisés à proximité ou sur le socle hercynien sont nombreux. La masse principale de terrains se situe entre Privas et St Paul le Jeune ou le Trias forme une bande continue d'orientation N30° en bordure du granite (d'où l'appellation de bordure ardéchoise). Les altitudes de ces terrains peuvent être importantes, jusqu'à 1070m dans la région de l'Escrinet, autour de 500m dans la région de Largentière, plus de 500m dans la gouttière d'Aujac, autour de 500m dans la région de Ste Croix de Caderle, 1300m au sommet de la montagne du Suquet ou entre 900 et 1240m dans la région de Camprieu (SW de l'Aigoual). Des placages de Trias existent sur le socle bien que leur affectation soit parfois délicate car les trois termes du Trias ardéchois ne sont pas reconnus et les faunes caractéristiques sont absentes : Vernoux en Vivarais, Serres de Planèze, Alboussières, Montselgues, Col du Mas de l'Ayre et Cabrillac. Le Trias est absent à l'affleurement dans la partie Nord du bassin des Causses.

De la même façon, les buttes témoins de Jurassique existent et démontrent la présence de la mer liasique sur le socle hercynien : Eyrieux, Camprieu, Pont de Montvert, Montbel et à l'Ouest du granite de la Borne.

Entre Alès et Privas (plateau des Garrigues jusqu'au Bas-Vivarais), deux buttes témoins Crétacé caractérisent l'érosion de la bordure Ouest du bassin du sud-est : Dent de Bez (719m, Barrémien inférieur faciès Urgonien) et Mont Bouquet (629m, Barrémien supérieur faciès Urgonien).

Des arguments morphologiques et sédimentologiques attestent de l'existence de phases d'érosion importantes sur la bordure sud-est du Massif Central.

La bordure sud-est est marquée par la présence de dépôts détritiques qui se retrouvent à l'affleurement dans le bassin d'Alès et qui traduisent un important épisode d'érosion. Le bassin d'Alès correspond à une dépression allongée, remplie par des dépôts essentiellement Oligocène (Roure *et al.*, 1992).

Le volcanisme des Coirons dont le paroxysme est daté à 7 Ma correspond à

---

l'empilement de coulées dans un réseau hydrographique qui forme aujourd'hui par une inversion de relief des points culminants. Ces coulées témoignent de l'érosion de quelques centaines de mètres en fossilisant le relief qui existait entre le socle cristallin du Massif Central et les terrains mésozoïques.

Les rivières sillonnant le massif présentent pour la plupart d'entre elles des vallées encaissées : par exemple, 700 mètres pour l'Ardèche, 400 mètres pour le Gardon St Jean, 1000 mètres pour l'Hérault au niveau de l'Aigoual et 500 mètres pour le Tarn au niveau du Pont de Montvert. Des terrasses alluviales perchées témoignent de l'encaissement des cours d'eau.

## **B. PRESENTATION DES ECHANTILLONS**

---

### **1) Stratégie d'échantillonnage**

L'échantillonnage a été réalisé en trois étapes : 1) un aperçu régional avec le prélèvement d'une quarantaine de cibles sur l'ensemble de la bordure sud-est du Massif Central dans un triangle Valence - Le Vigan - Langogne, 2) la focalisation sur le massif granitique de St Guiral Liron et 3) le retour sur les forages GPF MM1 et BA1.

L'échantillonnage régional a été réalisé selon des profils perpendiculaires à la paléomarge à partir des villes de Privas, St Julien, Largentière (Fig. VI-2), St Paul Le Jeune et Lasalle. L'objectif était d'étudier l'évolution des paramètres traces de fission en fonction de l'éloignement au bassin du sud-est et de son influence supposée. L'échantillonnage a privilégié la bordure triasique, les grès triasiques en placage sur le socle, les points culminants formés par les principaux massifs granitiques (Pont de Chervil, Tanargue, Borne, Pont de Montvert...). La sélection des échantillons a privilégié les points hauts afin de s'abstraire de l'érosion ayant formé les fonds de vallée.

Tous les échantillons ont été collectés à l'Est de la ligne de partage des eaux entre Atlantique et Méditerranée à l'exception de l'échantillon du granite de la Margeride (Lestrezes) qui correspond au point le plus lointain par rapport à la

---

paléomarge. 22 échantillons ont été traités afin de récupérer des cristaux d'apatite et quatre d'entre eux n'en ont pas révélés.

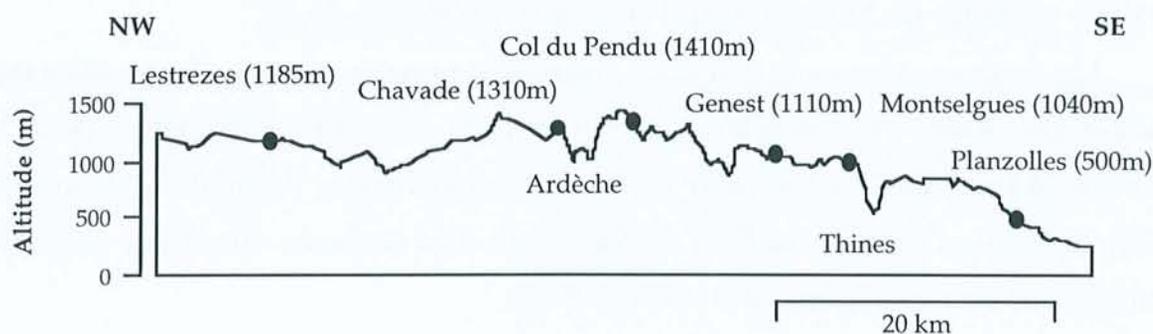


Figure VI-2 : exemple d'un profil d'échantillonnage réalisé au niveau de Largentière et localisation des échantillons.

L'étude du granite de St Guiral Liron a été entreprise dans le cadre d'un projet DBT "Fleuves et Erosion" en collaboration avec Francis Lucazeau et Michel Seranne. 15 échantillons ont été prélevés à intervalle régulier sur la plus grande différence d'altitudes possible (de 200m jusqu'à 1565m) afin d'obtenir des informations sur la plus grande période de temps.

En complément, 4 échantillons répartis sur le forage GPF de Morte Mérie (MM1) et un nouvel échantillon du forage GPF de Balazuc (BA1) ont été analysés. Deux échantillons n'ont pas livré de cristaux d'apatite. Les forages GPF constituent l'unique fenêtre permettant d'obtenir des informations sur le bassin car les forages de Villeneuve de Berg et Valvignères, situés plus à l'Est, n'ont pas recoupé les formations du Trias ou correspondent au domaine actuel de cicatrisation totale des traces. Le forage de Balazuc (BA1) possède des formations porteuses potentielles de cristaux d'apatite à partir de -1090m. Le forage de Morte Mérie (MM1) permet d'avoir des données sur des profondeurs plus faibles comprises entre -10 et -818m. Le flux actuel dans le forage de Balazuc est de  $85 \text{ mW/m}^2$  ( $35^\circ\text{C/km}$  ; Demongodin & Vasseur, 1992) et dans le forage de Morte Mérie, le gradient géothermique est de  $37,5^\circ\text{C/km}$  (Perrin, 1993).

Tous les échantillons correspondent par conséquent à des échantillons de surface à l'exception des 5 échantillons des forages GPF. La température actuelle à la profondeur de l'échantillon de Balazuc est de  $63^\circ\text{C}$  (Pagel *et al.*, 1997).

La localisation des échantillons est précisée dans la figure VI-3 et le tableau VI-3 fournit pour chacun des échantillons étudiés les coordonnées, la lithologie, l'âge ainsi que le contenu en cristaux d'apatite.

La zone d'étude est couverte par les cartes géologiques au 1/50000 de Lamastre, Valence, Langogne, Burzet, Largentière, Génolhac, Bessèges, Meyrueis, St André de Valborgne, Nant et Le Vigan et par la carte géologique au 1/80000 de Privas.

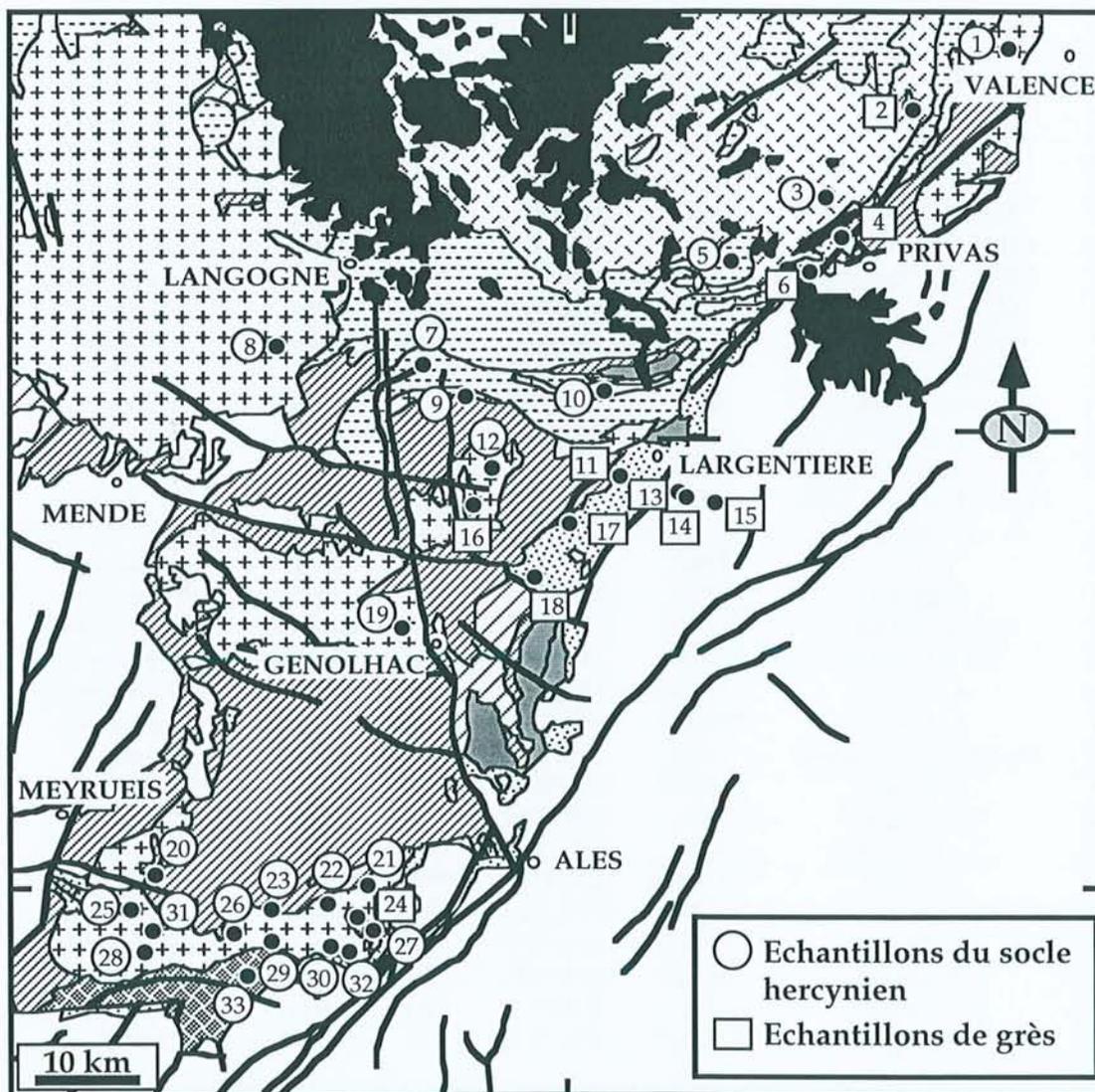


Figure VI-3 : localisation des échantillons étudiés. Le fond géologique correspond à celui de la figure VI-1.

Tableau VI-3 : présentation des échantillons analysés.

Ech	Localité - Forage	X	Y	Z	Type	Unité	Ap
1	Vergomas	793,95	295,27	440	Granite	Carbonifère	+++
2	Vernoux en Vivarais	782,85	292,5	585	Grès	Trias moyen et sup	-
3	La Chastelle	770,4	286,15	1060	Granite	Stéphanien	++
4	Chambon de Bavas	781,05	279,05	445	Grès	Trias	+
5	4 Vios	763,45	277,65	1070	Granite	Stéphanien	+++
6	Escrinet	770,8	272,6	1070	Grès	Trias	--
7	La Chavade	734,45	267,67	1310	Granite	Dévonien	+++
8	Lestrezes	713,78	264,85	1185	Granite	Carbonifère	+++
9	Col du Pendu	735,55	263,35	1410	Gneiss	Cambrien	+++
10	Col de la Croix Millet	750,75	258	760	Granite	Carbonifère	+++
11	Ailhon	757,75	257,3	435	Grès	Trias moyen	--
12	Genest	734	251,4	1110	Granite	Stéphanien	+++
12b	Sanilhac	749,95	250,05	530	Grès	Trias moyen	0
13	MM1 229-229,25	758,978	248,937	-66,5	Grès	Trias sup	+
13b	MM1 404,70-404,90	758,978	248,937	-242	Grès	Trias moyen	0
14b	MM1 602,91-603,23	758,978	248,937	-440	Grès	Paléozoïque sup	0
14	MM1 977,7-977,9	758,978	248,937	-815	Grès	Paléozoïque sup	--
15	BA1 1547,7-1547,9	759,98	248,43	-1288	Grès	Trias sup	-
16	Montselgues	733	246,4	1040	Grès	Trias	-
17	Planzolles	744,95	244,3	500	Grès	Trias sup	++
18	Payzac	743,25	238,45	260	Grès	Trias sup	--
18b	Col du Mas de l'Ayre	731,35	238	850	Grès	Trias	0
19	Col du Pre de la Dame	725,35	232,7	1415	Granite	Stéphanien	+++
19b	Le Mazel	743,35	230,85	410	Grès	Trias inf et moyen	0
20b	Aujac	734,2	229,37	540	Grès	Trias sup	0
20	Aigoual	699,5	1903,1875	1565	Granite	Stéphanien	++
21	St Jean du Gard	723,4	1901,2375	212	Granite	Stéphanien	++
22	Col du Mercou	718,63	198,9	565	Granite	Stéphanien	+++
23b	Asclier 1	712,8	1898,2500	905	Schiste	Cambro-ordovicien	-
23	Asclier 2	712,975	1897,9500	880	Granite	Stéphanien	++
24	Ste Croix de Caderle	722,5	197,5	540	Grès	Trias sup	+
25	Montals	699,225	1896,9625	1305	Granite	Stéphanien	++
26	Le Gasquet	708	1896,5000	300	Granite	Stéphanien	++
27	La Fiourne	723,6	1895,7250	200	Granite	Stéphanien	++
28	Grimal	700,6875	1894,4500	691	Granite	Stéphanien	++
29	Tribale	711,1625	1893,2500	612	Granite	Stéphanien	+
30	Le Ranc	721,675	1891,9750	350	Granite	Stéphanien	++
31	Perriers	698,875	1891,9125	950	Granite	Stéphanien	++
32	Le Berquet	722	1891,0750	280	Granite	Stéphanien	++
33	Clède	709,6875	1888,7000	430	Granite	Stéphanien	++

Les unités des formations magmatiques ou métamorphiques sont attribuées selon les informations tirées de la carte géologique de la France au 1/1000000, édition 1996. La quantité de cristaux d'apatite présente (Ap) est excellente (+++), très bonne (++), bonne (+), faible (-), très faible (--) ou absente (0). X = longitude ; Y : latitude et Z : altitude ou profondeur (en mètres).

## 2) Age des formations échantillonnées

La plupart des massifs granitiques échantillonnés ont fait l'objet d'étude de datations approfondies. Les principaux résultats sont donnés dans le tableau VI-4. Les formations dont l'âge absolu n'est pas connu ont été rapportées à une unité selon la carte géologique de la France au 1/1000000 (édition 96).

Tableau VI-4 : données radiochronologiques sur les granitoïdes échantillonnés.

Granitoïdes	Âges (Ma) et références
Toumon	337 ± 13 (1)
Quatre Vios - Pont de Chervil	300 (1)
Margeride	323 ± 12 (2)
Chavade	349 ± 36 (3)
Borne	314 (1)
Mont Lozère - Pont de Monvert	310-300 (4)
Bougès et Finiels	298, 295 et 291 (1)
St Guiral Liron	298 ± 9 à 279 ± 15 (1) ; 324 à 310 (4) 320 à 280 (5) ; 328 ± 3 à 279 ± 15 (6) 280 (7)

Références et méthode utilisée : (1) : Debrand-Passard et al., 1984 ; (2) : Couturié et al., 1979 ( $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ) ; (3) : Abdelghaffar et al., 1996 (Rb/Sr sur RT) ; (4) Najoui et al., 1996 ( $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ) ; (5) Vialette & Sabourdy, 1977 ; (6) : Alabouvette, 1988 et (7) Hamet & Mattauer, 1977 (Rb/Sr).

Les échantillons de grès échantillonnés sur le socle ou le long de la bordure ardéchoise correspondent à des grès triasiques mis en place entre 250 et 200 Ma.

L'âge triasique de l'échantillon de Montselgues est cependant mal défini et repose uniquement sur son caractère de grès. Ainsi, les grès situés sur le granite de la Borne apparaissent dans des sites structuraux particuliers et l'appartenance de ces terrains au Trias est par conséquent incertaine (notice de la carte géologique de Largentièrre au 1/50000). Pour l'échantillon de Vernoux en Vivarais, la présence d'une butte de calcaire organogène d'Hettangien inférieur confirme l'appartenance au Trias bien que la notice de la carte géologique de Lamastre au 1/50000 parle de terrains rapportés "compréhensivement" au Trias moyen et supérieur.

## C. RESULTATS DE L'ANALYSE TRACES DE FISSION

---

### 1) Présentation des résultats

Les échantillons ont été préparés et les cristaux d'apatite séparés et montés conformément aux procédures décrites dans le paragraphe II-C. Les préparations ont été attaquées à l'acide nitrique  $\text{HNO}_3$  pendant 45-55 secondes à  $22 \pm 1^\circ\text{C}$  et irradiées dans le canal P1 du réacteur Orphée pendant 240-250 secondes correspondant à un flux de  $3,46\text{-}3,6 \times 10^{15}$  neutrons/cm<sup>2</sup>. Les détecteurs externes ont ensuite été attaqués dans une solution de H.F. 48% pendant 20 minutes à  $20 \pm 1^\circ\text{C}$ .

Les échantillons ont été datés selon la technique du détecteur externe en utilisant la méthode de la calibration zêta avec un facteur  $\zeta$  de  $359 \pm 11$  (cf. paragraphe II-D).

Les résultats de l'analyse traces de fission sont donnés dans les tableaux VI-5 et VI-6. Les échantillons ont été regroupés en fonction de leur localisation géographique et de leur nature : les échantillons du socle à l'exception du granite de St Guiral Liron (socle ardéchois), les échantillons de grès triasiques et les échantillons du massif de St Guiral Liron. Les feuilles de détermination de l'âge sont présentées en annexe II.

L'âge traces de fission des différents échantillons varie entre  $25 \pm 1$  et  $208 \pm 14$  Ma. La longueur moyenne des traces confinées est comprise entre 10,71 et 13,76  $\mu\text{m}$  et l'écart type varie de 1,13 à 2,14  $\mu\text{m}$  (Fig. VI-4). Les traces les plus longues sont associées sensiblement aux échantillons dont les âges sont les plus grands si les deux échantillons dont l'âge est supérieur à 150 Ma sont exclus. L'écart type est négativement corrélé à la longueur des traces confinées ce qui est lié à la cicatrisation des traces (Gleadow *et al.*, 1986a).

L'observation des âges traces de fission permet d'isoler deux catégories d'échantillons parmi les autres échantillons : les échantillons du Vivarais et les échantillons des forages GPF.

---

Tableau VI-5 : résultats de l'analyse des traces de fission pour les échantillons du socle ardéchois et de la bordure ardéchoise.

Ech	Localité Forage	$\rho_s$	$\rho_i$	$\rho_d$	$P(\chi^2)$ %	Age (Ma)	Longueur ( $\mu\text{m}$ )	$1\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )
<b>Socle ardéchois</b>								
1	Vergomas	18,68 (2587)	17,99 (2491)	5,61 (25120)	>20	104 ± 4 (19)	12,53 ± 0,19 (100)	1,94
3	La Chastelle	46,72 (5693)	22,28 (2716)	5,61 (25120)	> 10	208 ± 7 (20)	12,43 ± 0,19 (103)	1,96
	2° irradiation	42,37 (5611)	15,97 (2115)	4,337 (26022)	>10	203 ± 7 (15)		
5	4 Vios	35,05 (5753)	29,04 (4767)	5,61 (25120)	> 30	120 ± 4 (22)	12,82 ± 0,13 (110)	1,37
7	La Chavade	15,43 (2838)	12,93 (2377)	5,61 (25120)	>50	119 ± 4 (20)	13,04 ± 0,18 (101)	1,84
8	Lestrezes	45,41 (7277)	38,25 (6129)	5,61 (25120)	< 1	120 ± 13 (20)	13,71 ± 0,14 (110)	1,42
9	Col du Pendu	23,42 (5072)	18,30 (3964)	5,61 (25120)	< 1	129 ± 19 (20)	13,25 ± 0,15 (106)	1,53
10	Col de la Croix Millet	44,67 (7959)	39,27 (6997)	5,61 (25120)	> 5	114 ± 3 (20)	12,23 ± 0,14 (104)	1,46
12	Genest	14,81 (2223)	13,59 (2041)	5,61 (25120)	>10	109 ± 4 (22)	12,57 ± 0,17 (102)	1,70
19	Col du Pré de la Dame	11,10 (2027)	10,19 (1861)	5,61 (25120)	> 30	109 ± 4 (25)	12,70 ± 0,15 (101)	1,55
<b>Grès triasiques et paléozoïques</b>								
2	Vernoux en Vivarais	61,16 (8116)	30,16 (4003)	4,337 (26022)	< 1	167 ± 33 (22)	12,06 ± 0,17 (91)	1,66
4	Chambon de Bavas	27,28 (3498)	21,37 (2740)	4,337 (26022)	< 1	96 ± 27 (27)	12,52 ± 0,18 (85)	1,62
6	Escrinet	15,06 (241)	15,18 (243)	4,337 (26022)	> 90	77 ± 7 (2)	13,36 ± 0,40 (3)	0,7
11	Ailhon	20,95 (440)	24,71 (519)	4,337 (26022)	> 90	66 ± 5 (3)	10,83 ± 0,63 (5)	1,4
13	MM1 229-229,25	22,72 (3798)	36,27 (6061)	4,337 (26022)	< 1	49 ± 8 (23)	12,30 ± 0,17 (105)	1,71
14	MM1 977,7-977,9	10,70 (366)	22,71 (777)	4,337 (26022)	> 10	37 ± 3 (7)	11,83 ± 1,3 (3)	2,26
15	BA1 1547,7-1547,9	9,526 (2252)	29,13 (6888)	4,337 (26022)	> 5	25 ± 1 (30)	10,71 ± 0,39 (20)	1,74
16	Montselgues	40,73 (1764)	34,10 (1477)	5,61 (25120)	> 50	119 ± 5 (7)	12,35 ± 0,27 (27)	1,39
17	Planzolles	45,05 (3897)	53,79 (4653)	5,61 (25120)	< 1	81 ± 21 (23)	12,80 ± 0,16 (132)	1,86
18	Payzac	40,66 (1106)	46,58 (1267)	4,337 (26022)	< 2	70 ± 14 (7)	12,34 ± 0,28 (40)	1,8
24	Ste Croix de Caderle	29,38 (5174)	37,24 (6558)	4,337 (26022)	< 1	62 ± 12 (23)	12,12 ± 0,21 (102)	2,14

Les densités des traces spontanées ( $\rho_s$ ), induites ( $\rho_i$ ) et dans le dosimètre ( $\rho_d$ ) sont exprimées en  $10^5$  traces/cm<sup>2</sup>. Entre parenthèses, nombre de traces comptées pour les densités ou la longueur et le nombre de grains comptés pour l'âge. L'âge groupé est indiqué si  $P(\chi^2) > 5\%$  ; si  $P(\chi^2) < 5\%$ , il s'agit de l'âge moyen.

Tableau VI-6 : résultats de l'analyse des traces de fission pour les échantillons du massif de St Guiral Liron.

Ech	Localité	$\rho_s$	$\rho_i$	$\rho_d$	$P(\chi^2)$ %	Age (Ma)	Longueur ( $\mu\text{m}$ )	$1\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )
<b>Granite de St Guiral Liron</b>								
20	Aigoual	18,82 (1952)	15,80 (1639)	4,889 (29334)	< 1	110 ± 24 (21)	13,76 ± 0,14 (68)	1,13
21	St Jean du Gard	6,885 (1333)	13,32 (2580)	4,889 (29334)	> 20	45 ± 2 (24)	12,91 ± 0,16 (101)	1,60
22	Col du Mercou	13,18 (2322)	19,32 (3403)	5,61 (25120)	> 5	68 ± 3 (20)	11,85 ± 0,24 (78)	2,10
23	Asclier 2	12,27 (1540)	13,11 (1646)	4,889 (29334)	> 50	82 ± 4 (21)	12,44 ± 0,16 (99)	1,61
25	Montals	12,60 (1464)	12,96 (1505)	4,889 (29334)	> 10	85 ± 4 (21)	12,77 ± 0,21 (62)	1,69
26	Le Gasquet	12,51 (1483)	15,99 (1895)	4,889 (29334)	> 5	68 ± 3 (20)	11,96 ± 0,26 (58)	1,95
27	La Fiourne	7,951 (1386)	13,75 (2398)	4,889 (29334)	> 90	51 ± 2 (25)	12,30 ± 0,25 (71)	2,11
28	Grimal	13,68 (1962)	14,10 (2022)	4,889 (29334)	> 5	85 ± 3 (22)	11,63 ± 0,20 (91)	1,95
29	Tribale	6,915 (843)	10,70 (1305)	4,889 (29334)	< 1	55 ± 20 (21)	12,01 ± 0,33 (15)	1,29
30	Le Ranc	10,91 (1696)	16,08 (2499)	4,889 (29334)	> 20	59 ± 2 (26)	12,30 ± 0,16 (86)	1,52
31	Perriers	14,13 (1884)	14,05 (1874)	4,889 (29334)	> 90	88 ± 4 (21)	12,45 ± 0,15 (105)	1,49
32	Le Berquet	10,71 (1176)	16,32 (1792)	4,889 (29334)	< 5	57 ± 12 (21)	11,86 ± 0,34 (34)	1,96
33	Clède	12,85 (2040)	12,84 (2039)	4,889 (29334)	> 50	87 ± 4 (23)	12,61 ± 0,16 (103)	1,62

Les densités des traces spontanées ( $\rho_s$ ), induites ( $\rho_i$ ) et dans le dosimètre ( $\rho_d$ ) sont exprimées en  $10^5$  traces/cm<sup>2</sup>. Entre parenthèses, nombre de traces comptées pour les densités ou la longueur et le nombre de grains comptés pour l'âge. L'incertitude sur la longueur est l'erreur standard ( $\pm 1\sigma$ ).

### Echantillons du Vivarais

Deux échantillons, La Chastelle et Vernoux en Vivarais, présentent des âges traces de fission supérieurs aux âges des autres échantillons, respectivement  $208 \pm 14$  et  $167 \pm 33$  Ma. Une deuxième détermination de l'âge pour une nouvelle irradiation a été réalisée pour l'échantillon La Chastelle et fournit un âge de  $203 \pm 8$  Ma. La statistique du  $\chi^2$  et la représentation radiale montrent que l'échantillon La Chastelle possède une seule population de grains bien que l'histogramme de distribution des âges soit assez hétérogène avec 4 grains

beaucoup plus jeunes que les autres (170-180 Ma) et que l'échantillon Vernoux en Vivarais possède une population hétérogène caractérisée par un histogramme de distribution des âges large (92-217 Ma). Trois grains de l'échantillon Vernoux en Vivarais présentent un âge traces de fission égal à l'âge stratigraphique, suggérant que la cicatrisation totale des traces n'a pas eu lieu pour cet échantillon. La longueur moyenne des traces confinées est assez réduite, comprise entre 12,06 et 12,43  $\mu\text{m}$ . Les histogrammes de distribution des traces sont comparables entre les deux échantillons avec une composante de traces comprises entre 8 et 11  $\mu\text{m}$  importante. Des traces de longueurs inférieures à 5  $\mu\text{m}$  n'ont pas été mesurées.

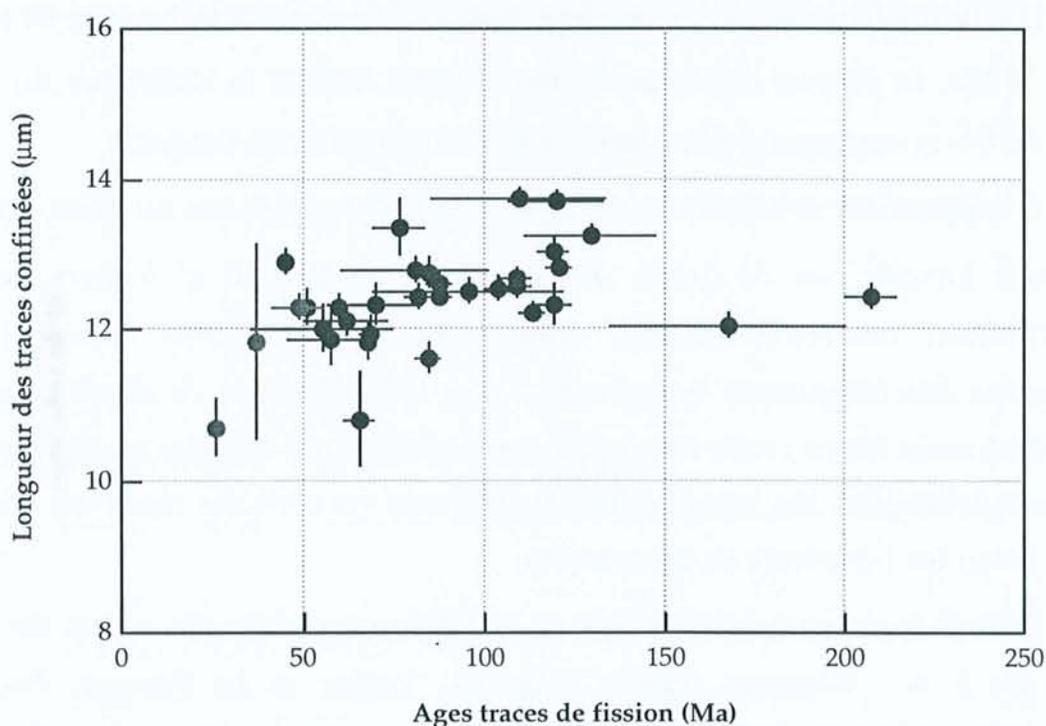


Figure VI-4 : relation entre la longueur des traces confinées et l'âge traces de fission pour les échantillons étudiés. Les échantillons Ailhon et Escrinet, pour lesquels la longueur moyenne est contrainte par un très petit nombre de traces, n'ont pas été représentés. Les incertitudes sur l'âge et la longueur sont à  $\pm 1\sigma$ .

### Echantillons des forages GPF

Les échantillons des forages GPF correspondent à des altitudes beaucoup plus basses que les autres échantillons et ne peuvent pas dans un premier temps

être traités avec les échantillons de surface. Les âges traces de fission varient entre  $25 \pm 1$  et  $49 \pm 8$  Ma et correspondent à une population homogène de grains pour l'échantillon le plus profond (BA1 1547,8) avec un histogramme étroit et une population hétérogène pour l'échantillon le moins profond (MM1 229). La longueur des traces confinées est comprise entre 10,71 et 12,30  $\mu\text{m}$  ce qui caractérise un fort degré de cicatrisation des traces. A l'exception de l'échantillon MM1 229, le nombre de traces mesurées est faible.

#### Echantillons de la bordure sud-est

Les autres échantillons ont des âges traces de fission compris entre  $62 \pm 12$  et  $129 \pm 19$  Ma. La plupart des échantillons du socle satisfait la statistique du  $\chi^2$  au seuil de 5% et correspond par conséquent à une population unique.

A l'opposé, les échantillons de grès ne satisfont pas le test du  $\chi^2$  au seuil de 1% sauf lorsque peu de grains ont été datés (le test du  $\chi^2$  a alors peu de signification). Les représentations radiales de ces échantillons montrent une dispersion très importante des valeurs. Leurs histogrammes de distribution des âges sont assez larges ; cette disposition peut traduire des origines variées pour les cristaux détritiques, des comportements différents vis à vis du recuit ou bien les deux selon les températures rencontrées.

Pour le socle, cinq échantillons ne satisfont cependant pas le test du  $\chi^2$  au seuil de 5 % : Lestrezes, Pendu, Aigoual, Tribale et Le Berquet. Pour les échantillons Mercou, Tribale ou Le Berquet, un ou deux grain(s) très différent(s) des autres grains crée(nt) une dispersion des âges. Les représentations radiales traduisent très bien ce fait : un ou deux grain(s) est (sont) isolé(s) des autres grains. L'échantillon Aigoual présente également un test négatif ; ceci peut être lié à la présence dans cette échantillon de nombreux grains présentant des défauts ressemblant à des traces et qui ont peut-être été comptés, faussant ainsi le calcul. L'élimination de ces grains permettrait d'obtenir un test positif et un âge peu différent de l'âge obtenu ( $104 \pm 5$  Ma). Seuls les échantillons Lestrezes et Pendu possèdent ainsi une distribution hétérogène des âges.

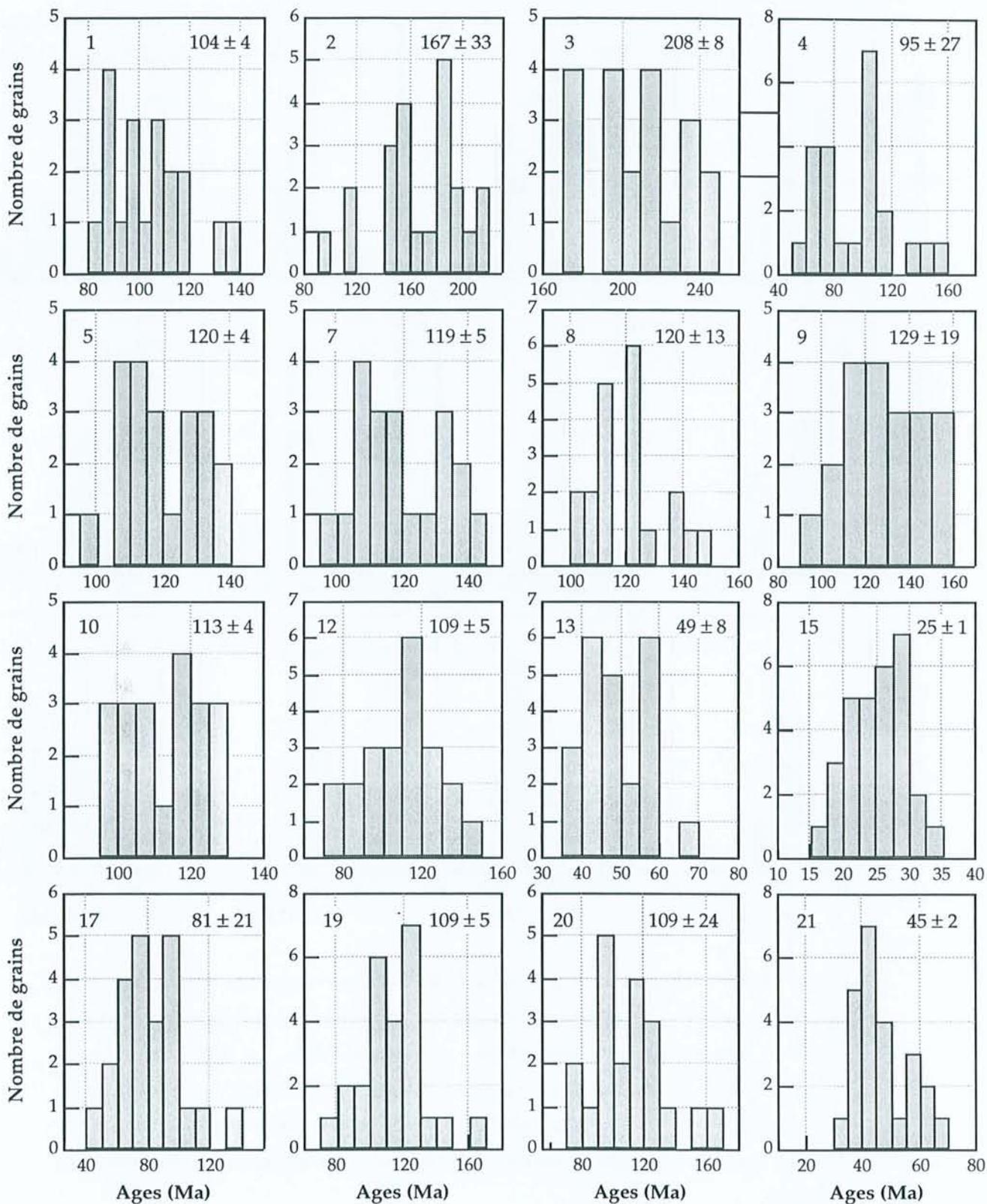


Figure VI-5a : histogrammes de distribution des âges traces de fission pour les échantillons étudiés.

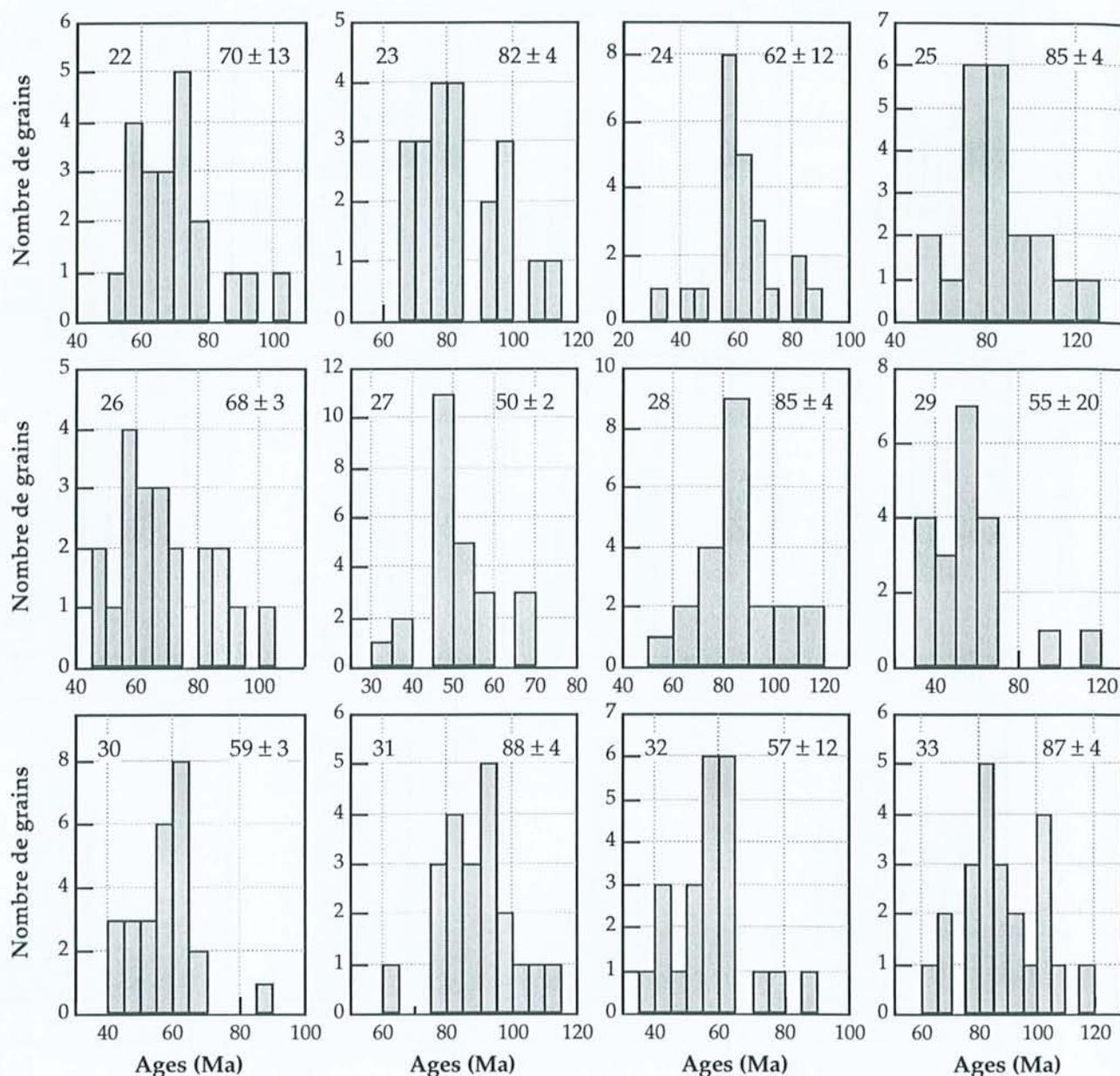


Figure VI-5b : histogrammes de distribution des âges traces de fission pour les échantillons étudiés. Le numéro de l'échantillon est indiqué en haut à gauche et l'âge groupé ou moyen, selon les échantillons, en haut à droite. La taille des classes correspond à 5 ou 10 Ma selon que la dispersion des âges est inférieure ou supérieure à 60 Ma (exception pour l'échantillon BA1 1547,8 (15) où les classes ont une largeur de 2,5 Ma). Seuls les échantillons pour lesquels 19 grains au minimum ont été datés sont présentés.

La majorité des histogrammes de distributions des âges des échantillons étudiés mettent en évidence une unique population d'âge (Fig. VI-5 a&b). Certains échantillons présentent cependant des histogrammes plus complexes.

Ainsi, les échantillons St Jean du Gard, Le Gasquet et Asclier, montrent des histogrammes de distribution des âges particuliers possédant deux pôles : 40-60 Ma pour St Jean, 60-90 Ma pour Le Gasquet et 80-100 Ma pour Asclier. Ces deux pôles sont clairement identifiés par les représentations radiales. Le pôle à 90 Ma de l'échantillon St Jean peut correspondre aux deux pôles à 80-100 Ma de l'échantillon Asclier. Certains échantillons de la zone présentent également quelques grains représentatifs des différents pôles : Ste Croix de Caderle (40-60-80 Ma), Mercou (70-90 Ma) et Grimal (60-80-100 Ma). Trois échantillons du socle ardéchois (Vergomas, Genest et Pré de la Dame) possèdent également des grains présentant des âges significativement plus grands ou plus petits que l'âge moyen.

La longueur moyenne des traces confinées est comprise entre 11,63 et 13,76  $\mu\text{m}$ . Les histogrammes de distribution des traces confinées sont caractérisés par une forme triangulaire orientée vers les traces courtes avec quelques petites traces. Les histogrammes de distribution des longueurs des traces confinées sont composés pour la plupart des échantillons d'une seule composante (Fig. VI-6 a&b). Seul l'échantillon Ste Croix de Caderle possède un histogramme bimodal avec deux pôles à 9 et à 13  $\mu\text{m}$ . Les échantillons de St Jean du Gard et du Gasquet possèdent un pôle de traces à 10  $\mu\text{m}$  important mais sans que le caractère bimodal de l'histogramme soit très net. La proportion de traces courtes ( $< 10 \mu\text{m}$ ) est faible pour la majorité des échantillons. Cependant, certains échantillons du socle ardéchois (Vergomas, Chavade, Genest et Pré de la Dame) ou du granite de St Guiral Liron (Grimal, La Fiourne, Le Gasquet, Ste Croix de Caderle et Mercou) en possèdent une part non négligeable. De la même façon, la proportion de traces longues ( $> 15 \mu\text{m}$ ) est faible pour l'ensemble des échantillons.

Ces histogrammes traduisent une histoire thermique constituée principalement par un refroidissement. La moyenne faible et le petit nombre de traces courtes indiquent que la majorité des traces ont été formées à des températures où le recuit est modeste, c'est à dire dans la partie supérieure de la PAZ.

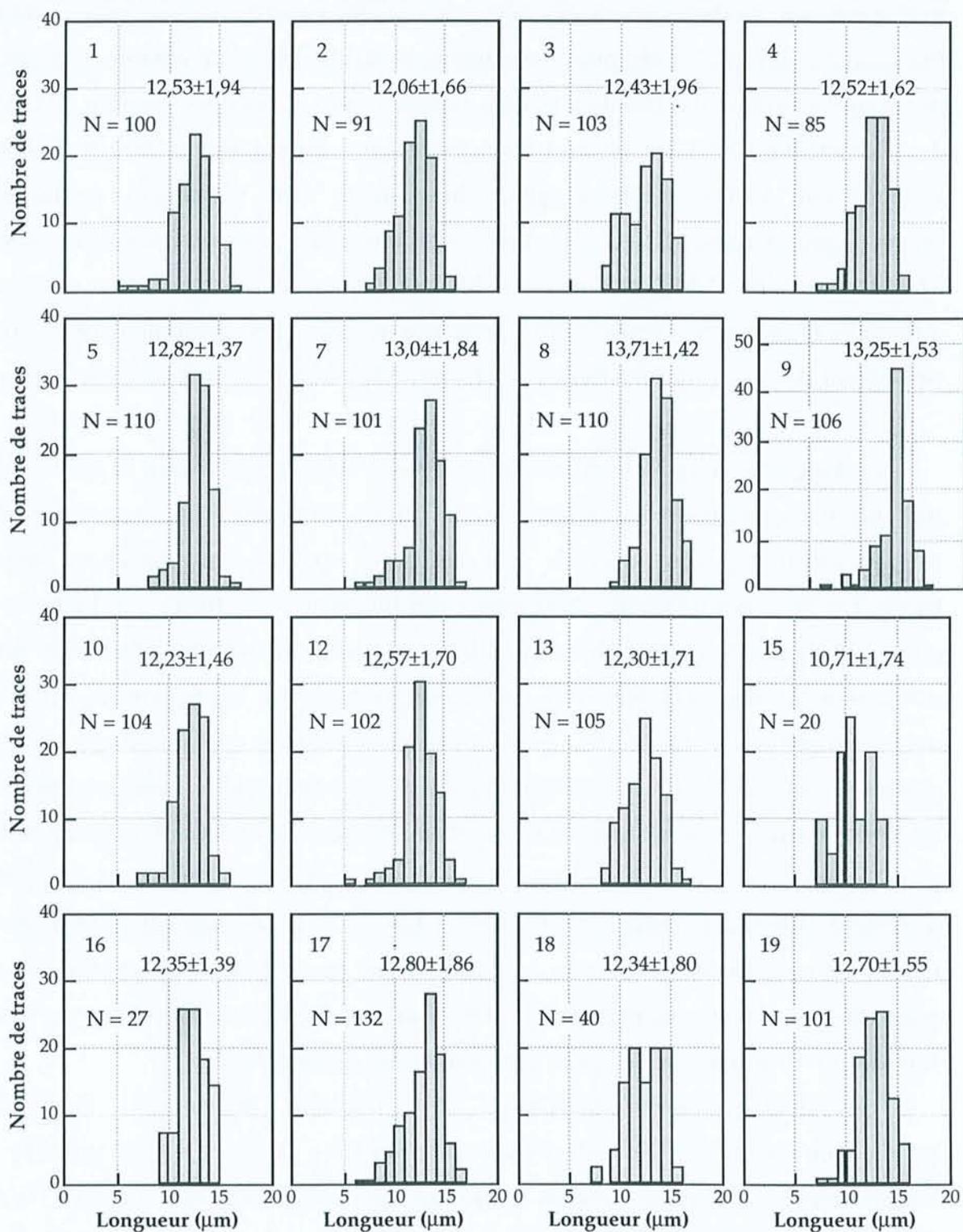


Figure VI-6a : histogrammes de distribution des longueurs des traces confinées. Les histogrammes sont normalisés à 100 traces et N correspond au nombre de traces effectivement mesurées. Les échantillons sont caractérisés par leur numéro (tableau VI-3).

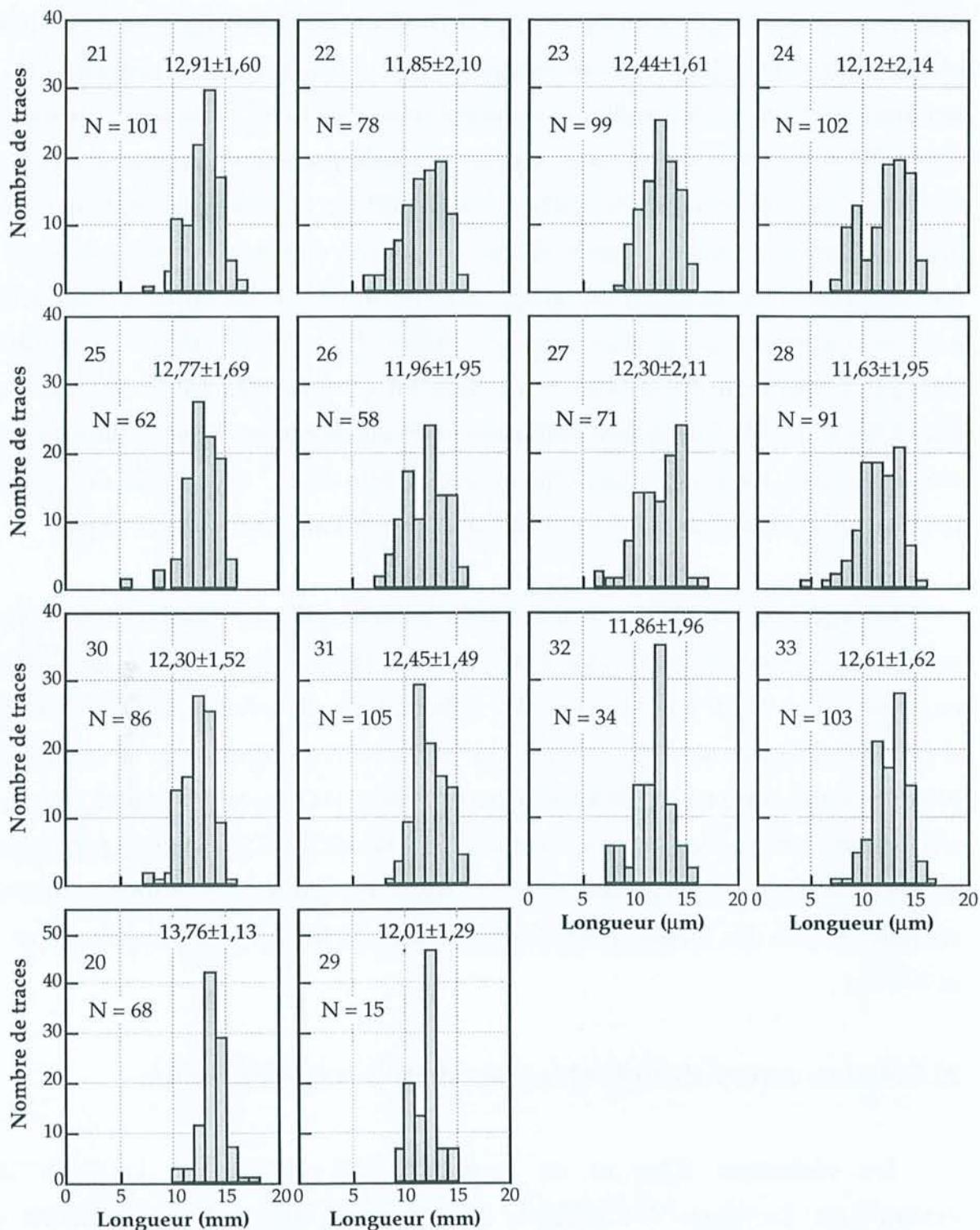


Figure VI-6b : histogrammes de distribution des longueurs des traces confinées.

12 échantillons représentatifs des variations d'âge et caractéristiques des différentes régions ont été analysés par microsonde électronique pour doser le Cl et le F (Fig. VI-7). Les résultats complets sont présentés dans l'annexe III. Il apparaît que tous les échantillons possèdent une teneur en Cl très faible. Seuls les échantillons Ste Croix de Caderle, Aigoual et Clède possèdent des grains à teneur en chlore supérieure à 0,15 % poids. Les échantillons du Vivarais présentant des âges supérieurs à 150 Ma possèdent une teneur en chlore inférieure ou égale à 0,11 % poids ; l'hypothèse d'un comportement différent des autres échantillons lors de la même histoire thermique en raison d'une teneur en Cl importante peut par conséquent être écartée. La teneur en Cl étant très faible, les relations avec l'âge traces de fission sont délicates et peu significatives. Pour le fluor dont la teneur est plus forte et par conséquent mieux contrainte, l'évolution de l'âge en fonction de cette teneur pour les différents échantillons n'est pas univoque.

Les âges traces de fission obtenus pour les échantillons de la bordure sud-est du Massif Central sont en accord avec ceux obtenus sur le bassin de Lodève compris entre 95 et 148 Ma pour les échantillons de surface (150-200 mètres d'altitude) (Pagel *et al.*, 1993) et avec une partie de ceux acquis sur la Montagne Noire compris entre 63 et 150 Ma (Carpena, 1980-81). Dans cette dernière étude, il existe également des âges plus vieux (169-225 Ma) qu'il est possible de rapprocher des échantillons du Vivarais. Pour le socle hercynien de l'Europe centrale (Wagner & Van den Haute, 1992), les âges traces de fission sont compris entre 25 et 200 Ma.

## 2) Relation entre l'altitude et les paramètres traces de fission

Les variations d'âge et de longueur sont corrélées à l'altitude des échantillons. La figure VI-8 présente l'âge traces de fission des échantillons en fonction de leur altitude. Il apparaît que l'âge est fortement corrélé à l'altitude et qu'il est possible d'individualiser quatre groupes : les échantillons situés au Nord de la faille de Villefort (zone Nord) et ceux situés au Sud de cette faille (zone Sud), les échantillons des forages GPF et ceux du Vivarais. Le granite de la Borne apparaît être la limite entre ces deux zones car l'échantillon Genest se

---

rapproche de la tendance définie par les échantillons du Sud et celui de Montselgues des échantillons du Nord.

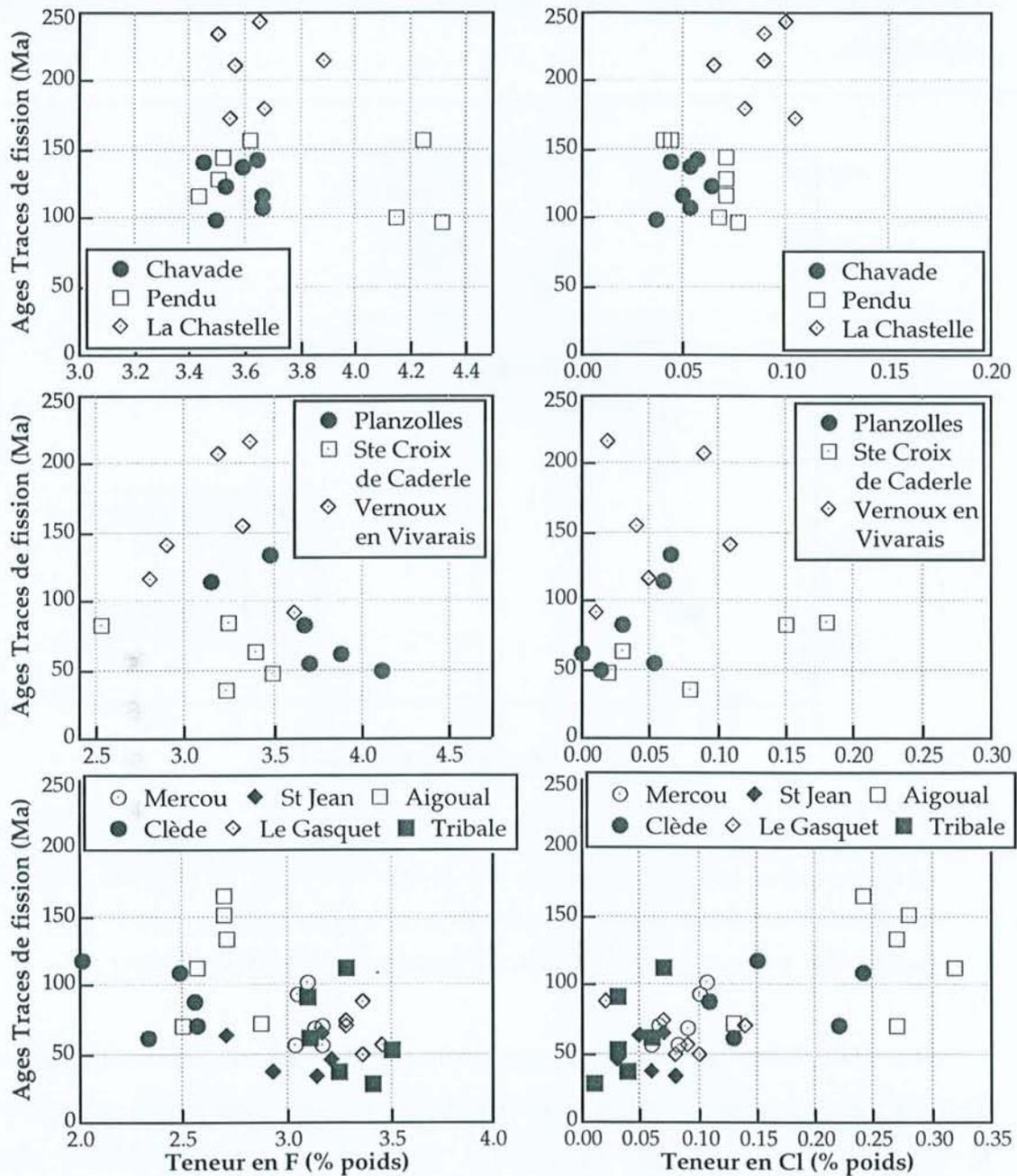


Figure VI-7 : relation entre l'âge traces de fission et les teneurs en F et Cl déterminées par microsonde électronique pour quelques échantillons étudiés. La teneur en Cl est très faible et pour les échantillons les plus riches (Ste Croix de Caderle, Aigoual et Clède), il n'y a pas d'augmentation systématique de l'âge avec une augmentation de la teneur en Cl. La teneur en F est élevée et ses variations sont significatives mais les relations entre l'âge et la teneur sont contradictoires entre les échantillons : plus il y a de F, plus l'âge est petit pour l'échantillon Tribale mais plus il est grand pour l'échantillon Vernoux en Vivarais ou il n'y a pas d'évolution pour l'échantillon Le Pendu.

Les profils sont caractérisés par une partie linéaire pour les hautes altitudes puis par une partie où l'âge varie peu avec l'altitude (entre 200 et 650 mètres). Les échantillons des forages GPF montrent une évolution linéaire avec la profondeur.

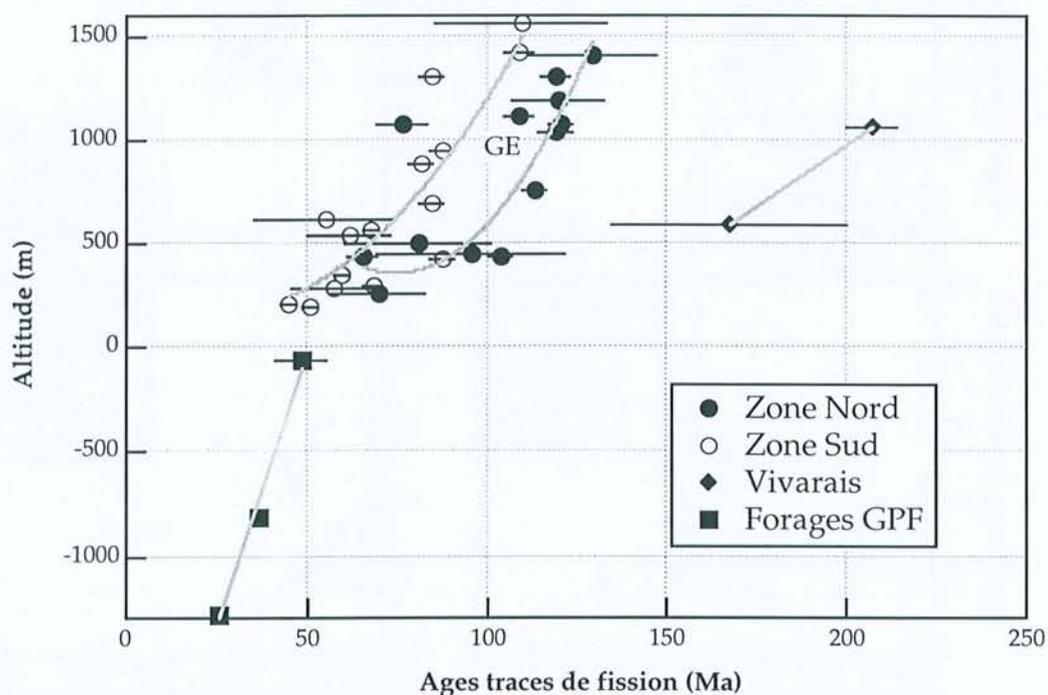


Figure VI-8 : relation entre l'altitude et l'âge traces de fission. Les échantillons du socle présentent deux tendances parallèles. Les courbes soulignant ces tendances correspondent seulement à une interpolation polynomiale et ne sont pas utilisées pour le calcul. L'erreur sur les âges traces de fission est à  $\pm 1\sigma$ . GE correspond à l'échantillon Genest.

La zone Nord présente un seul échantillon qui ne s'associe pas très bien dans la relation : l'échantillon Genest possède un âge plus jeune que ne laisserait le supposer son altitude. Les autres échantillons sont contenus dans une enveloppe en considérant l'erreur sur la détermination de l'âge. L'échantillon Lestrezes est un peu à l'écart mais il s'agit de l'échantillon le plus lointain par rapport à la marge.

La relation entre l'altitude et l'âge traces de fission ainsi que la longueur moyenne réduite des traces confinées montre que la traversée du paléodomaine de rétention des traces ne correspond pas à une diminution rapide de la température. En effet, les échantillons non perturbés thermiquement (de type

volcanique ; Gleadow *et al.*, 1986a) sont caractérisés par des traces longues ( $> 13 \mu\text{m}$ ) et les relations altitude-âge forment des droites de pente importante.

Les échantillons du socle ardéchois et de la bordure ardéchoise forment un même ensemble. Ils semblent avoir connu la même histoire thermique bien qu'ils se situent de part et d'autre des failles bordières séparant les schistes des Cévennes de la bordure triasique. Les âges ne sont pas équivalents car les échantillons se trouvent à des altitudes différentes. Cette histoire thermique commune traduit l'arrêt du fonctionnement de ces failles, ce que révélait l'examen stratigraphique du fonctionnement de la paléomarge ardéchoise (Giot *et al.*, 1991).

Pour le socle Sud, trois échantillons sont éloignés du comportement moyen des échantillons : Perriers, Clède et Tribale. Clède est l'échantillon situé le plus au Sud et ne correspond pas au massif granitique et peut avoir une histoire quelque peu différente ou correspondre à un niveau structural différent. De plus, il s'agit d'un échantillon relativement riche en Cl (0,17 % poids en moyenne) possédant également jusqu'à environ 0,5 % poids de MgO. Cette chimie différente de celle des autres échantillons peut expliquer une partie de cet écart. L'échantillon Perriers se trouve au Sud du sommet de l'Aigoual et possède un âge plus jeune traduisant qu'il a connu des températures susceptibles de réduire les traces de fission pendant plus longtemps. L'échantillon Tribale possède un âge très jeune pour une altitude de 612 mètres.

La relation entre l'altitude et la longueur moyenne des traces confinées est présentée dans la figure VI-9. La longueur moyenne des échantillons de surface décroît avec l'altitude jusqu'à l'altitude de 650 mètres où la longueur croît. L'augmentation de la longueur moyenne à partir d'une certaine altitude est liée à l'augmentation de la part des traces longues ( $> 14 \mu\text{m}$ ) dans les histogrammes des échantillons présentant des altitudes inférieures à 650m. L'échantillon Lestrezes à 1185m apparaît discordant car il possède des traces plus longues que ne laisserait le supposer son altitude. La longueur de l'échantillon Ailhon n'est pas significative car cinq traces seulement ont été mesurées.

---

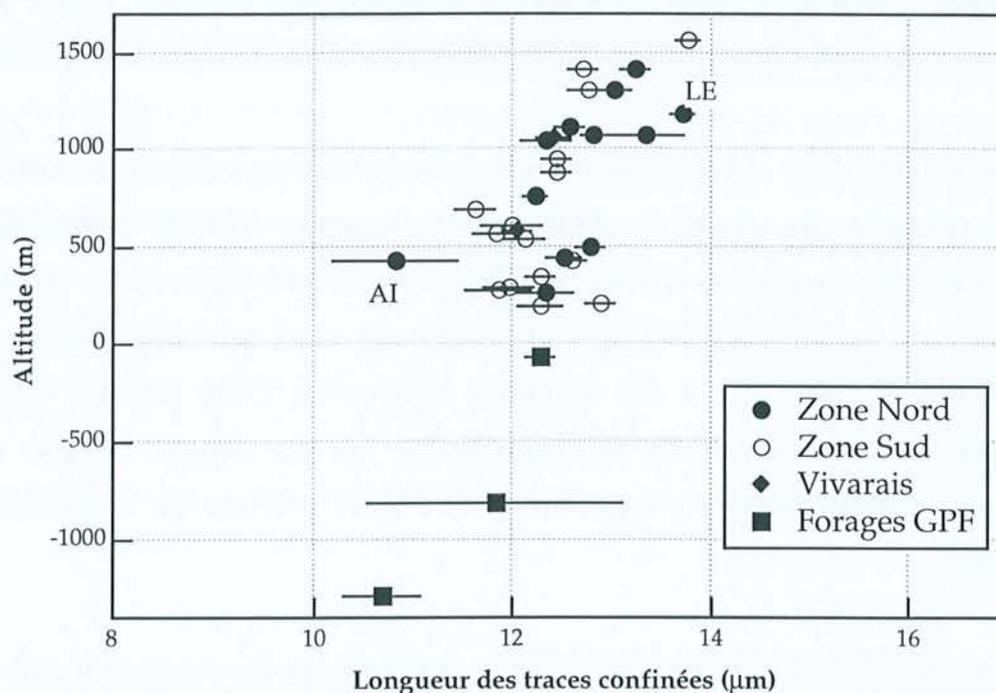


Figure VI-9 : relation entre l'altitude et la longueur des traces confinées. Les échantillons Escrinet et Ailhon ne sont pas représentés. Les points situés à une altitude inférieure à 0 correspondent aux échantillons des forages GPF. L'erreur sur la longueur est à  $\pm 1\sigma$ . LE et AI correspondent respectivement aux échantillons Lestrezes et Ailhon.

### 3) Modélisation de l'histoire thermique

#### Les paramètres de la modélisation

L'histoire thermique a été modélisée à l'aide du programme Monte Trax développé par K. Gallagher. La modélisation est fortement dépendante du modèle choisi mais aussi du nombre de points introduits au départ. Le modèle de recuit des traces de fission dans l'apatite de Laslett *et al.* (1987) développé sur l'apatite de Durango a été choisi car il représente le modèle le plus robuste. Le modèle de Crowley *et al.* (1991) développé pour l'apatite de Durango et une fluorapatite a également été utilisé. Le choix du nombre de points, ou de boîtes en considérant une variation en âge et en température, est très important car ce nombre ne peut pas être modifié par le programme et doit par conséquent être choisi judicieusement. Gallagher (1995) préconise l'introduction de 2 à 4 boîtes, davantage nécessitant le recours à des données indépendantes contraignant

l'histoire thermique. Ainsi, des modélisations ont été réalisées pour les différents échantillons considérant 3, 4 et 5 boîtes. L'ajout de nouvelles boîtes n'est justifié que par l'amélioration des résultats.

Un modèle à deux boîtes correspond à un simple soulèvement. Ce scénario n'est pas par conséquent satisfaisant car un certain nombre des échantillons ont été à un moment de leur histoire à la surface : c'est le cas des grès triasiques mais aussi peut-être des échantillons du socle hercynien. Un modèle à trois boîtes représente un enfouissement suivi d'une diminution de la température associée à un épisode d'érosion. Un soulèvement linéaire est en contradiction avec les données de l'analyse traces de fission. La modélisation inverse (Fig. VI-10) d'une remontée linéaire, nécessitant l'existence de températures élevées pour obtenir un âge traces de fission cohérent avec les données, met en évidence une distribution triangulaire des traces confinées, en accord avec les données de Green *et al.* (1989b). Cette distribution est caractérisée par une part importante de traces comprises entre 14 et 16  $\mu\text{m}$  et une part non négligeable de traces comprises entre 5 et 10  $\mu\text{m}$ . L'absence de traces courtes dans les histogrammes des échantillons de la bordure sud-est du Massif Central peut être liée au biais de révélation et d'observation des traces courtes mais celle des traces longues ne peut pas être liée à un biais d'observation (Laslett *et al.*, 1982 ; Green, 1988).

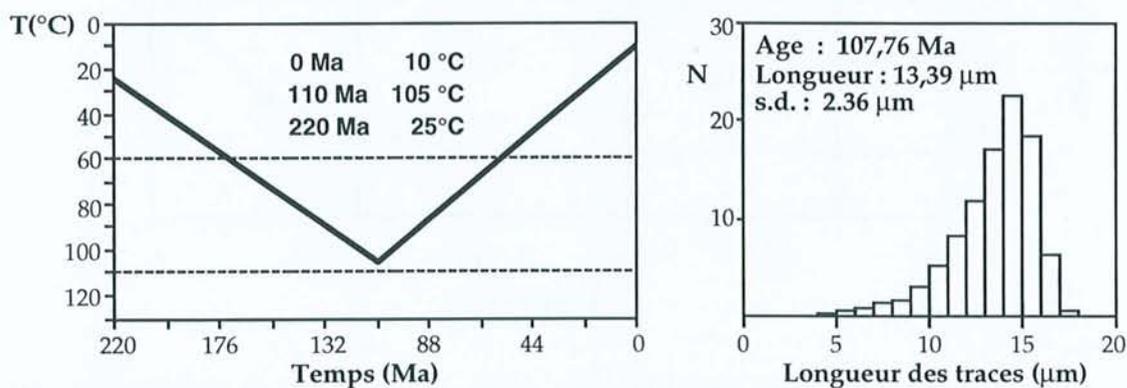


Figure VI-10 : modélisation inverse d'une diminution linéaire de la température correspondant à un âge proche de ceux des échantillons du socle ardéchois. Les lignes pointillées matérialisent le domaine de rétention partielle des traces de fission dans l'apatite. L'histogramme de distribution des traces confinées comprend une part importante de traces  $> 15 \mu\text{m}$  et une part non négligeable de traces entre 5 et 10  $\mu\text{m}$ . Ces deux caractéristiques ne se retrouvent pas pour les échantillons étudiés.

Un modèle à quatre boîtes apparaît plus cohérent avec les données. Cependant, la modélisation de l'histoire thermique a mis en évidence, pour tous les échantillons, une diminution très rapide de la température dans les derniers millions d'années. Une cinquième boîte représentant cet événement ( $5 \pm 5$  Ma) a par conséquent été ajoutée. L'ajout de cette cinquième boîte a permis l'augmentation de la précision de la modélisation pour la majorité des échantillons car l'existence de la boîte précédente ( $55 \pm 45$  Ma et  $60 \pm 50^\circ\text{C}$ ) permet de définir une diminution de la température non linéaire et d'obtenir une modélisation plus fine.

Les modélisations les meilleures ont été obtenues en utilisant 4 ou 5 boîtes selon les échantillons. La boîte 1 correspond à l'âge de mise en place des granites  $280 \pm 50$  Ma ou à l'âge stratigraphique des échantillons de grès triasiques (Fig. VI-11). La gamme de température représente le domaine complet de stabilité des traces ( $70 \pm 60^\circ\text{C}$ ) car la présence des échantillons en surface n'est pas certaine, de même que l'attribution de certains échantillons au Trias (Montselgues).

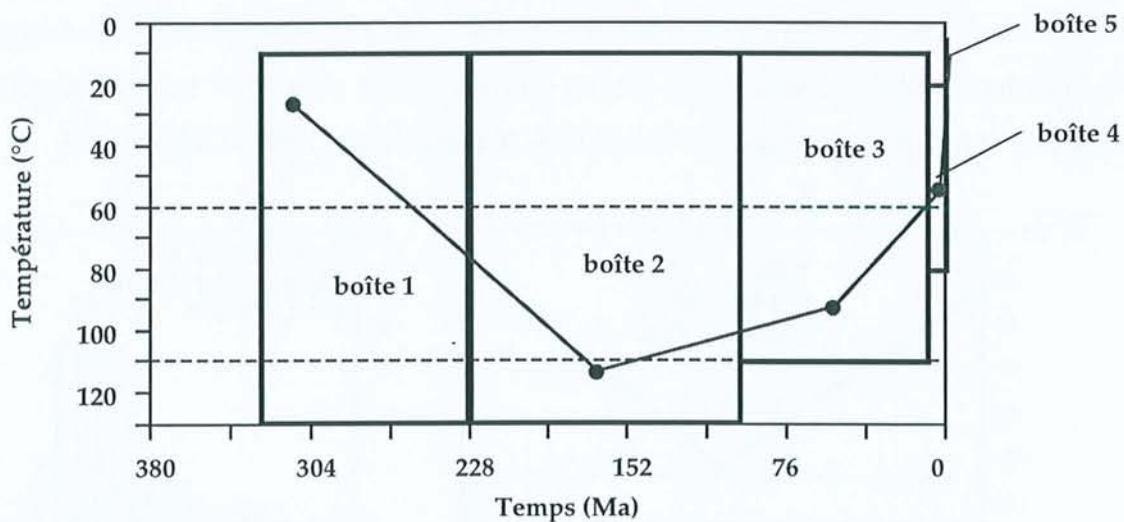


Figure VI-11 : définition des différentes boîtes utilisées pour la modélisation des échantillons. La modélisation représentée correspond à l'histoire thermique de l'échantillon Mercou. Pour une modélisation à 4 boîtes, la quatrième boîte représente la température actuelle. Pour une modélisation à 6 boîtes (Ste Croix de Caderle), la boîte 3 est divisée en deux ; la cinquième boîte représente alors l'événement à  $5 \pm 5$  Ma et la sixième la température actuelle.

Les boîtes 2 et 3 sont complémentaires et sont variables selon les échantillons. Leurs âges sont approximativement  $150 \pm 50$  et  $55 \pm 45$  Ma et leurs températures respectivement  $90 \pm 40$  et  $60 \pm 50^\circ\text{C}$ . La boîte 4 correspond à un âge de  $5 \pm 5$  Ma et une température de  $50 \pm 30^\circ\text{C}$ . La boîte 5, qui représente la situation actuelle ( $t=0$ ), possède pour tous les échantillons une température de  $10 \pm 5^\circ\text{C}$ . Ces caractéristiques de modélisation n'ont pas été utilisées pour les échantillons du Vivarais qui possèdent des paramètres TF différents. Les boîtes les plus grandes possibles, notamment en ce qui concerne le domaine de température, ont été utilisées afin d'influer au minimum sur la modélisation.

Seuls les échantillons comportant plus de 50 traces confinées mesurées ont été analysés par Monte Trax. Le nombre de modèles pour les algorithmes génétiques varie entre 250 et 500, représentant le calcul de 2750 à 5500 modèles après 10 générations. Le nombre de 50 traces générées pour chaque intervalle de temps tout au long de l'histoire thermique a été choisi afin de produire des résultats robustes.

La température maximale connue par les échantillons peut être déterminée à  $\pm 10^\circ\text{C}$  (Gallagher *et al.*, 1994).

La figure VI-12 présente la modélisation de l'histoire thermique de l'échantillon Pré de la Dame avec l'augmentation progressive du nombre de boîtes et l'augmentation de la résolution entre données et modèle. Pour le modèle à 4 boîtes, un point très proche de  $t=0$  est nécessaire pour obtenir les meilleurs chemins. L'ajout d'une cinquième boîte permet d'affiner la diminution de la température.

Il est toujours possible d'augmenter le nombre de boîtes mais cela doit être contraint par des données qui n'existent pas sur la bordure ardécho-cévenole. De plus, les températures subies par les échantillons étant de l'ordre de la température de cicatrisation des traces, l'histoire antérieure à ce point maximum est mal contrainte par l'analyse des traces de fission. La modélisation de l'histoire thermique ne permet pas de trancher pour ou contre la présence des échantillons du socle hercynien en surface au Trias en raison des températures importantes qui ont existé après le Trias (Fig. VI-13). La définition de plusieurs boîtes précédant le maximum de température n'a par conséquent pas de sens.

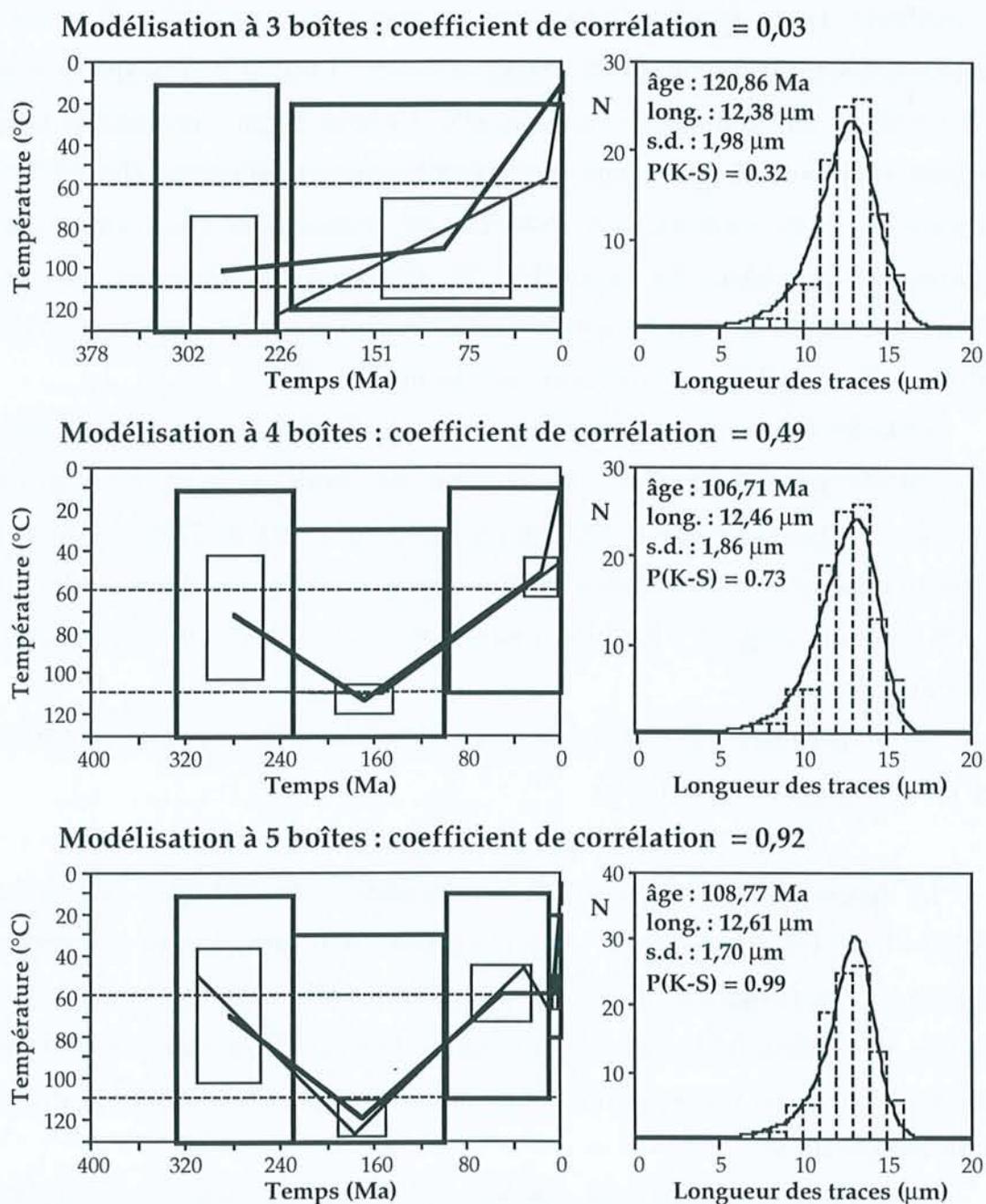


Figure VI-12 : modélisation de l'histoire thermique de l'échantillon Pré de la Dame ( $108,7 \pm 4,9 \text{ Ma}$  ;  $12,70 \pm 1,55 \mu\text{m}$ ) pour un scénario à 3, 4 ou 5 boîtes. La modélisation a été réalisée avec le modèle de cicatrisation de Laslett et al. (1987). L'amélioration de la modélisation se traduit par l'augmentation du coefficient de corrélation entre modèle et données et l'augmentation de la probabilité du test de Komolgorov-Smirnov  $P(K-S)$  qui donne une indication sur la distribution des longueurs. Dans les deux cas, une valeur de 1 caractérise une corrélation optimale.

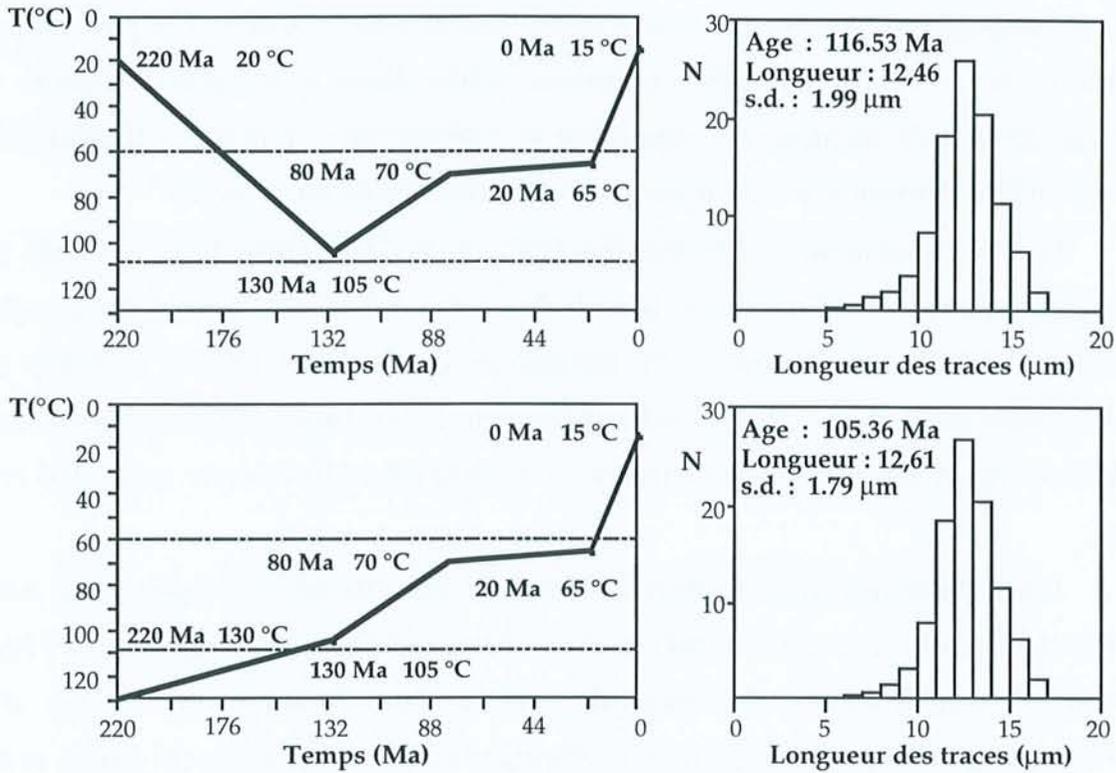


Figure VI-13 : modélisation inverse d'une histoire thermique où la température maximale connue avant la diminution de la température est de 105°C. La température initiale, 20°C ou 130°C, a peu d'influence sur les paramètres de l'analyse TF : la longueur moyenne est équivalente et les histogrammes de distribution des traces sont très proches.

### Résultats de la modélisation

Les résultats des modélisations - meilleur chemin avec les paramètres TF calculés, chemin moyen (à  $\pm 1\sigma$ ), chemins associés étroitement aux paramètres traces de fission et meilleurs chemins (entre 5 et 50) - sont présentés pour chaque échantillon dans l'annexe VII. Les principaux résultats de la modélisation de l'histoire thermique sont résumés dans le tableau VI-7.

Tous les échantillons ont franchi au cours des 200 derniers millions d'années l'isotherme 110°C à l'exception des échantillons du Vivarais.

Pour les échantillons du Vivarais (La Chastelle et Vernoux en Vivarais), caractérisés par un âge TF plus élevé, la température maximale connue est de l'ordre de 90°C. Après ce maximum, la diminution de la température a été lente

car la longueur moyenne des traces confinées et assez réduite et la part de traces supérieures à 14  $\mu\text{m}$  est faible. Ces deux échantillons connaissent ensuite une phase récente de diminution rapide de la température. L'histoire thermique de l'échantillon Vernoux en Vivarais peut être modélisée en 4 boîtes.

Le franchissement de l'isotherme 110°C se produit entre 140 et 160 Ma pour les différents échantillons du socle ardéchois. Pour les échantillons du granite de St Guiral Liron, l'isotherme 110°C est franchi entre 100 et 130 Ma (150 Ma pour l'échantillon Mercou). Pour les échantillons de la bordure ardéchoise analysés par Monte Trax, l'âge du franchissement de l'isotherme 110°C varie entre 100 et 130 Ma.

L'âge de ce franchissement ne correspond pas aux âges corrigés. L'âge corrigé fournit l'âge observé si l'échantillon n'avait pas été chauffé et équivaut à l'âge du début d'enregistrement des traces de fission dans l'échantillon (Green *et al.*, 1989a). L'âge corrigé est obtenu en multipliant l'âge traces de fission par le rapport des longueurs des traces confinées d'un standard n'ayant pas été chauffé ou ayant franchi rapidement le domaine de cicatrisation des traces (ici Durango) et celles de l'échantillon. L'âge corrigé représente le franchissement de l'isotherme 110°C pour un échantillon ayant traversé rapidement la zone partielle de rétention des traces. Il est à noter que les échantillons pour lesquels l'écart entre l'âge du franchissement de l'isotherme 110°C et l'âge corrigé est le plus faible correspondent aux échantillons possédant une longueur moyenne de traces confinées supérieure à 13  $\mu\text{m}$  (Lestrezes, Pendu, Chavade et Aigoual).

La différence entre les âges corrigés et l'âge de franchissement de l'isotherme 110°C défini par le modèle peut être liée à une imprécision du modèle. Elle traduit également le fait que la diminution de la température n'a pas été rapide et linéaire et que le séjour dans le domaine de rétention partielle des traces a été relativement prolongé, rendant l'information fournie par l'âge corrigé incorrecte.

Tableau VI-7 : résultats de la modélisation par Monte Trax des échantillons de la bordure sud-est du Massif Central.

N°	Echantillon	Point 2 (Ma/°C)	110°C (Ma)	Point 3 (Ma/°C)	Commentaire	Point 4 (Ma/°C)	AC
1	Vergomas (4)	163±16 115±7	150	-	remontée linéaire	11±5 52±8	121
2	Vernoux en V. (5)	166±21 89±12	-	53±27 64±9	température max = 90°C	5±3 55±10	-
3	La Chastelle (5)	179±25 91±4	-	47±28 46±10	température max = 95°C	6±3 45±13	-
4	Chambon de B. (5)	136±18 114±7	130	55±25 65±17	2° partie légèrement décroissante	5±3 57±8	111
5	4 Vios (5)	157±11 112±7	150	74±14 49±8	parcours en t°C croissante dans la boîte 4	6±2 67±3	137
7	La Chavade (5)	177±23 117±11	160	77±32 63±23	deuxième partie plate	5±3 44±10	133
8	Lestrezes (5)	153±13 119±8	140	88±21 57±15	remontée rapide deux phases distinctes	4±3 38±7	128
9	Pendu (5)	165±17 119±8	160	107±20 36±18	remontée rapide résidence ensuite < 60°C	5±3 56±6	142
10	Croix Millet (5)	158±17 114±7	150	80±34 66±14	deuxième partie plate	5±3 67±7	135
12	Genest (5)	159±15 112±6	155	51±15 59±7	deuxième partie plate	6±3 64±8	126
13	MM1 229 (5)	155±34 106±19	?	63±14 107±9	la première phase de remontée n'existe pas	4±2 61±4	58
17	Planzolles (5)	127±27 119±9	110-120	51±18 75±18		5±3 47±6	92
18	Payzac (4)	127±21 123±7	100	-		4±3 48±8	82
19	Pré de la D. (5)	171±21 120±9	150	51±26 58±14	deuxième partie plate	5±3 58±8	125
20	Aigoual (5)	127±16 121±8	120	104±13 29±12	remontée très rapide	5±3 57±3	116
21	St Jean du Gard (5)	65±9 119±7	60	26±9 63±11		4±2 55±6	51
22	Mercou (5)	170±19 115±9	150	59±10 93±5	séjour important dans la PAZ	5±2 55±5	85
23	Asclier 2 (5)	153±28 121±9	120-130	67±13 83±8		5±3 56±4	95
24	Ste Croix de C. (6)	139±22 107±11	?	47 et 21 95 et 56	remontée très rapide vers 25-30 Ma	5±3 57±11	74
25	Montals (5)	121±20 117±8	115	36±19 49±19	deuxième phase en légère augmentation de la t°C	5±3 63±10	96
26	Le Gasquet (5)	138±28 112±11	130	49±19 88±12		6±3 58±9	83
27	La Fiourne (5)	114±31 113±8	100	50±11 98±10		6±2 49±7	60
28	Grimal (5)	178±31 101±18	?	66±25 89±15		5±3 59±12	106
30	Le Ranc (5)	113±33 117±11	70	52±16 85±19		4±2 60±7	70
31	Perriers (5)	139 116	130	53 71	pas d'histoire moyenne	10 69	102
33	Clède (5)	146±18 121±5	130	44±30 67±16		5±3 58±9	100

*Légende du tableau VI-7 (page précédente) : Point 2 : coordonnées en âge et en temps du point calculé dans la deuxième boîte. 110°C : date du franchissement de l'isotherme 110°C (âge approximatif établi à l'aide de la modélisation moyenne). Point 3 : coordonnées en âge et en temps du point calculé dans la troisième boîte. Point 4 : coordonnées en âge et en temps du point calculé dans la quatrième boîte. Le commentaire considère la diminution de la température dans la boîte 4. Le résultat de la modélisation dans la première boîte n'a pas été considéré et celui de la dernière boîte (situation actuelle) correspond pour tous les échantillons de surface à la température  $10 \pm 5^\circ\text{C}$ . AC correspond à l'âge corrigé en Ma selon Green et al. (1989a).*

Après le franchissement de l'isotherme  $110 \pm 10^\circ\text{C}$ , la diminution de la température est variable pour les différents échantillons. Selon la situation géographique des échantillons et leur altitude, trois grands types d'histoire peuvent être individualisés (Fig. VI-14). Pour chacun de ces trois scénarii, l'histoire est composée de trois phases (I, II et III) qui montrent une diminution de la température variable selon le type.

#### Type a

Ces échantillons montrent deux phases présentant une diminution progressive de la température dans le domaine partiel de rétention des traces, la troisième se situant au dessus. La phase I est la plus importante et la plus rapide. Pour certains échantillons (Vergomas, Payzac), les phases I et II ne forment qu'une seule et unique phase de diminution de la température. Leur modélisation repose alors sur 4 boîtes. Ces deux échantillons montrent que l'introduction d'une nouvelle boîte ne crée pas obligatoirement une rupture de pente dans le profil temps-température. La diminution de la température est très rapide pour les échantillons Lestrezes, Pendu et Aigoual qui sont caractérisés par des longueurs moyennes des traces confinées importantes et des histogrammes étroits. Ces échantillons sortent lors de cette phase du domaine de cicatrisation des traces vers  $80 \pm 20$  Ma. La diminution de la température est plus lente pour les échantillons Vergomas, Payzac, Asclier 2 et Clède qui sortent du domaine de cicatrisation dans les 20 derniers millions d'années. La situation de l'échantillon Planzolles est intermédiaire. Ces derniers échantillons et ceux du type b sont caractérisés par des longueurs moyennes des traces assez réduites ( $< 13 \mu\text{m}$ ) ce qui traduit un séjour dans la zone supérieure du domaine de cicatrisation des traces.

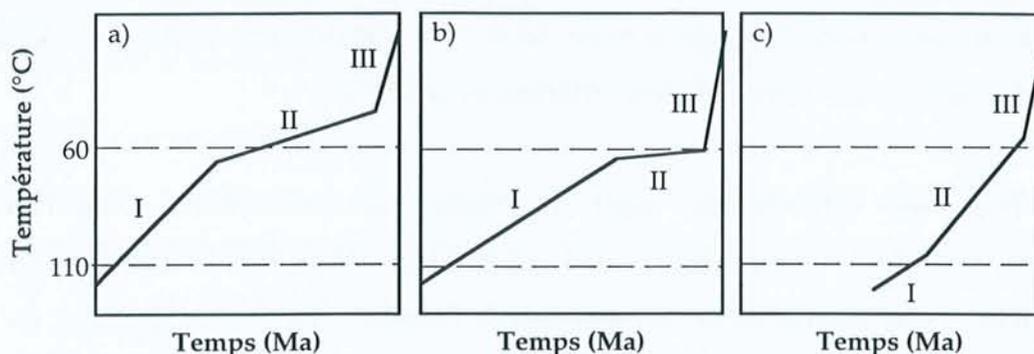


Figure VI-14 : représentation schématique des différents types d'histoire thermique mis en évidence par la modélisation Monte Trax.

### Type b

Il correspond à une diminution importante de la température lors de la phase I puis à une phase II où la température évolue peu mais à l'intérieur du domaine partiel de rétention (échantillons Pré de la Dame, Genest, Croix Millet, Chambon de Bavas, Montals et Perriers). Pour certaines modélisations (Le Pendu, 4 Vios), la température augmente à nouveau ce qui apparaît peu probable (dépôt sur le socle de sédiments au Tertiaire). La phase de stagnation de la température se déroule dans la gamme 60-70°C (différentes des températures actuelles) et entre 80 et 10 Ma.

### Type c

Le type c est très nettement différent. La phase I de diminution de la température est très réduite voir absente (par exemple pour l'échantillon du forage MM1 situé à 229m) car ces échantillons se trouvent à des températures proches ou supérieures à la température de rétention des traces. La diminution majeure de la température se produit par conséquent lors de la phase II c'est à dire à une époque beaucoup plus récente. L'initiation de la phase de diminution importante de la température se produit vers 50 Ma (Le Ranc, La Fiourne, Le Gasquet). L'échantillon Grimal est intermédiaire entre les types b et c : son séjour à l'intérieur de la PAZ est plus long que celui des échantillons Montals ou Perriers mais se produit à des températures plus faibles que pour les échantillons La Fiourne ou Le Gasquet par exemple.

Pour les échantillons de la zone Nord, les 100 derniers millions d'années se sont déroulés à des températures inférieures à 100°C.

Tous les échantillons sont marqués par une phase importante de diminution de la température qui se produit dans les 10 derniers millions d'années. Cette diminution est associée à l'absence de traces longues ( $> 14 \mu\text{m}$ ) dans les histogrammes de distribution des traces. La diminution de la température lors de ce dernier épisode est comprise entre 30 et 60°C. Certains échantillons se trouvent lors de cet épisode à des températures proches de 60°C. Pour les autres, le modèle ne fournit pas des informations précises sur cet épisode et il ne peut être considéré pour ces échantillons qu'à l'aide des modèles établis sur les premiers échantillons.

Cette accélération de la diminution de la température ne correspond pas à un artefact de modélisation (Gallagher, communication personnelle). En effet, la figure VI-15 présente deux histoires thermiques différentes : la différence repose sur la diminution de la température beaucoup plus récente pour l'un des deux scénarii. La traversée du domaine de rétention partielle se produit à la même vitesse pour les deux histoires. Ces deux modèles diffèrent bien sûr au niveau de l'âge TF, mais c'est un paramètre dépendant de l'histoire préalable, et surtout au niveau de la présence ou non d'une part importante de traces supérieures à  $14 \mu\text{m}$ . Le temps court pendant lequel se produit la diminution de la température ne permet pas de créer beaucoup de traces spontanées, ce qui explique l'absence de traces possédant leur longueur originale.

Cependant, l'imprécision du modèle de Laslett pour le recuit aux températures les plus basses rend la modélisation de cet épisode imprécise. Le point correspondant au début de cette diminution de température (5 Ma) n'est pas bien défini et pourrait être localisé dans un intervalle de temps de  $10 \pm 10$  Ma sans qu'il soit possible davantage de précision.

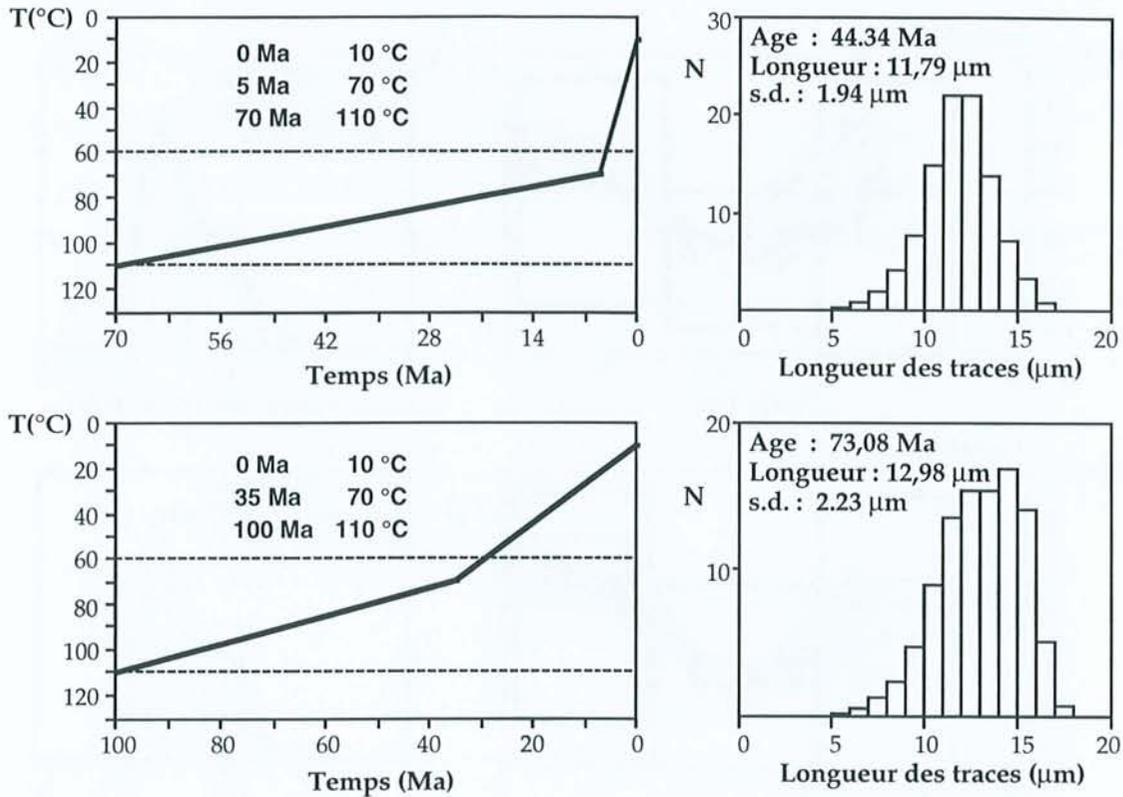


Figure VI-15 : modélisation inverse de l'histoire thermique d'échantillons ayant franchi la zone partielle de rétention des traces récemment (4 Ma) ou il y a plus longtemps (30 Ma). Une remontée rapide récente a une grande influence sur l'histogramme de distribution des traces, en particulier sur la faible part de traces supérieures à 14  $\mu\text{m}$ .

Le choix du modèle de cicatrisation est un facteur important dans les résultats des modélisations. Certains échantillons ont été analysés en utilisant le modèle de Crowley *et al.* (1991). Il apparaît que leur modèle considérant l'apatite de Durango (comme celui de Laslett *et al.*) fournit des résultats très proches, à la fois sur les paramètres de temps et de température. En revanche, leur modèle établi sur une fluorapatite fournit des résultats très différents : pour les échantillons de Vernoux en Vivarais et de la Chastelle, les températures maximales obtenues à l'aide de ce modèle sont de l'ordre de 110° (20°C supplémentaires par rapport au modèle basé sur l'apatite de Durango) (Fig. VI-16).

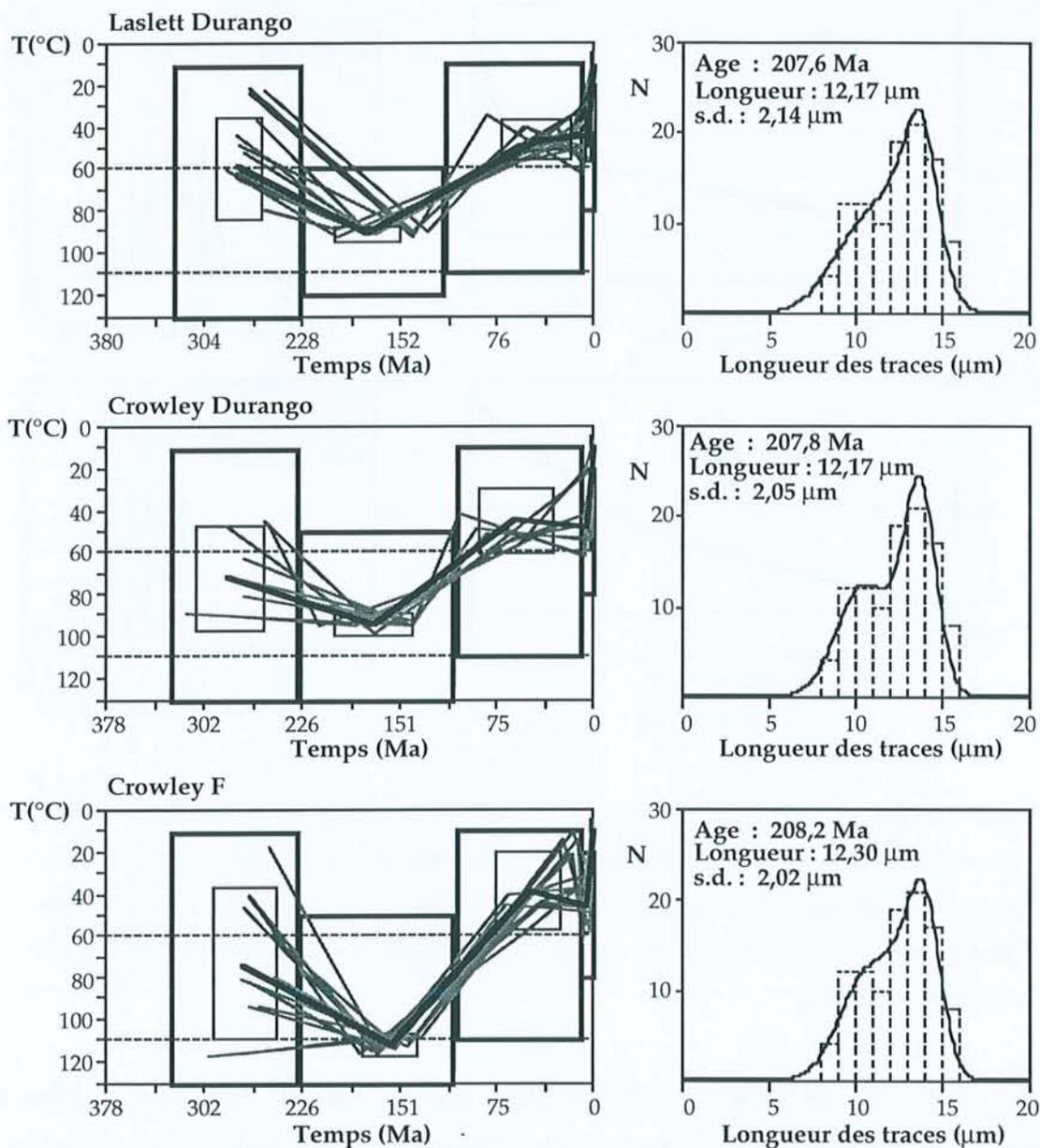


Figure VI-16 : modélisations de l'histoire thermique de l'échantillon La Chastelle pour trois modèles de cicatrisation des traces : Laslett et al. (1987) à partir des données sur l'apatite de Durango (Laslett Durango) et Crowley et al. (1991) à partir des données sur l'apatite de Durango (Crowley Durango) et sur une fluorapatite (Crowley F). La température maximale rencontrée par cet échantillon est  $91 \pm 4^\circ\text{C}$  pour Laslett Durango,  $94 \pm 6^\circ\text{C}$  pour Crowley Durango et  $112 \pm 6^\circ\text{C}$  pour Crowley F. A l'exception de la température maximale et de la différence dans la diminution de la température qui la suit, les modélisations sont assez comparables pour les trois modèles. Le choix du modèle est par conséquent un facteur important dans la reconstitution de l'histoire thermique.

Pour les autres échantillons qui présentaient une température maximale de l'ordre de la température de cicatrisation des traces établie avec le modèle de Laslett *et al.* avec l'apatite de Durango, l'utilisation du modèle de Crowley *et al.* avec la fluorapatite entraîne l'augmentation de la température maximale mais cela a moins d'influence pour les échantillons du Vivarais car il s'agit de températures supérieures pour les deux modèles à la température de rétention des traces.

## D. INTERPRETATION DES RESULTATS DE L'ANALYSE TRACES DE FISSION

---

### 1) Reconstitution de l'histoire thermique

L'analyse traces de fission d'une trentaine d'échantillons de la bordure sud-est du Massif Central montre que :

1) Les âges traces de fission sont inférieurs à 140 Ma à l'exception des deux échantillons du Vivarais. Ils sont par conséquent postérieurs aux âges de mise en place des massifs granitiques et de dépôts des formations détritiques.

2) Les températures obtenues par la modélisation cinétique sont bien supérieures aux températures actuelles. Tous les échantillons - ceux situés aux sommets et ceux localisés dans les vallées - à l'exception des échantillons du Vivarais ont connu des températures supérieures à 100°C.

3) Les échantillons du Nord et du Sud possèdent des âges traces de fission différents et présentent deux évolutions parallèles en fonction de l'altitude : les âges de la bordure Sud sont plus petits que ceux de la bordure Nord à altitude équivalente.

4) La diminution de la température s'est déroulée relativement lentement (< 100 mètres par million d'années) aboutissant à des histogrammes de distribution des longueurs des traces confinées assez larges et avec une moyenne généralement inférieure à 13  $\mu\text{m}$ . La date de franchissement de l'isotherme 110°C est variable selon les échantillons : les échantillons du socle ardéchois

---

fournissent un âge de 140-160 Ma, les échantillons du granite de St Guiral Liron situés à des altitudes supérieures à 650 mètres un âge de 100-130 Ma et les échantillons du granite de St Guiral Liron situés à des altitudes inférieures à 650 mètres un âge de 60-70 Ma. La différence entre ces âges de franchissement de l'isotherme 110°C et les âges corrigés confirment que la diminution de la température s'est produit relativement lentement pour la majorité des échantillons. La modélisation montre que la diminution de la température ne s'est pas produite en une phase unique. Cependant, l'incertitude sur la modélisation et particulièrement sur la température maximale rencontrée est à prendre en considération. En effet, certains échantillons du socle Nord possèdent des indices de leur présence à des températures comprises entre 100 et 110°C (plusieurs populations d'âge avec des grains présentant des âges plus grands, présence de petites traces de longueurs comprises entre 5 et 10  $\mu\text{m}$  malgré une longueur moyenne supérieure à 13  $\mu\text{m}$ ). Or les modélisations se situent dans un intervalle de confiance de  $\pm 10^\circ\text{C}$  et considèrent que tous les échantillons ont franchi la limite de 110°C. Ce point est très important pour la définition de l'âge de la remontée car si ces échantillons n'ont pas franchi 110°C, l'âge de remontée obtenue pour la modélisation n'a pas de sens. Il est par conséquent difficile de fixer pour ces échantillons l'âge de l'initiation de la diminution de la température. De plus, les échantillons du Sud qui ont connu des températures supérieures à 110°C ne fournissent pas non plus d'information sur l'âge du début de cette diminution. Nous considérerons que cette diminution de la température s'est produite entre la fin du Jurassique et le Crétacé inférieur (150 - 110 Ma).

5) L'histoire apparaît commune pour les échantillons du socle ardéchois et les grès triasiques de la bordure ardéchoise. L'échantillon Vergomas, situé à 400m d'altitude, possède une histoire thermique très proche de celle des échantillons du socle ardéchois situés à des plus hautes altitudes.

6) L'existence de grains présentant des âges traces de fission plus vieux (90-110 Ma) que l'âge moyen pour des échantillons situés aux altitudes les plus basses (Mercou, Asclier, Le Gasquet, Tribale, Le Berquet) montre que la phase de diminution de la température initiée entre la fin du Jurassique et le début du Crétacé a été commune à l'ensemble de la bordure. Ces grains les plus vieux

---

correspondent à des traces formées à la base de la zone partielle de rétention des traces et traduisent le début de leur accumulation.

7) Pour les échantillons du socle Nord situés à des altitudes importantes, la température a été inférieure à 70°C depuis 100 millions d'années.

8) Tous les échantillons semblent connaître un épisode relativement récent de diminution de la température, même s'il est difficile de préciser son âge. L'absence de traces courtes ( $< 10 \mu\text{m}$ ) indique que la diminution de la température a été relativement rapide et l'absence de traces longues ( $> 14 \mu\text{m}$ ) suggère que le refroidissement est récent (Rohrman *et al.*, 1994).

L'écart d'âge entre les échantillons du socle Nord et ceux du socle Sud est d'environ 20-30 Ma. Il se retrouve également dans le résultat des modélisations par Monte Trax qui montre un franchissement de l'isotherme 110°C séparé de 30 Ma pour les deux séries d'échantillons. L'explication de cette différence repose sur les températures maximales connues par les échantillons. Les échantillons du socle Nord ont connu des températures inférieures à celles connues par ceux du socle Sud lors du même épisode. Ceci est appuyé par l'existence de populations hétérogènes de grains pour certains échantillons du Nord situés à des altitudes importantes (Lestrezes, Chavade). Ces échantillons possèdent également une part de traces comprise entre 5 et 10  $\mu\text{m}$  bien que la longueur moyenne des traces confinées est supérieure à 13  $\mu\text{m}$ . Ces échantillons ont sans doute résidé dans la zone comprise entre 100 et 110°C. A l'opposé, tous les échantillons du socle Sud ont connu des températures supérieures à 110°C.

Ceci est à rapprocher de l'hypothèse émise par Lancelot *et al.* (1995) pour expliquer la formation de gisements d'uranium au SE du Massif Central. Ils mettent ainsi en évidence la diminution de l'intensité de la remobilisation en fonction de la distance au rift ayant donné naissance à l'océan liguro-piémontais.

### Les hypothèses de l'existence de températures élevées

Trois explications sont classiquement proposées pour expliquer des paléotempératures supérieures aux températures actuelles (Brown *et al.*, 1990) : 1)

un flux de chaleur plus élevé ; 2) la circulation de fluides chauds et 3) l'érosion d'une partie du socle et de la couverture sédimentaire.

#### Hypothèse de l'augmentation du flux thermique

L'hypothèse de l'augmentation du flux thermique est difficile à envisager car il est nécessaire de considérer des températures de 100°C à proximité de la surface. Le flux actuel dans le forage de Balazuc est de 85 mW/m<sup>2</sup> (Demongodin & Vasseur, 1993). Disnar *et al.* (1997) envisagent à partir de l'étude de la matière organique à la fin du Paléozoïque des flux variant entre 75 et 105 mW/m<sup>2</sup>. En considérant un paléorecouvrement inférieur à 1 km, il est nécessaire d'envisager un paléogradient supérieur à 80°C/km (Brown *et al.*, 1990).

#### Hypothèse de la circulation de fluides chauds

La circulation de fluides hydrothermaux chauds expulsés du bassin ligure en cours de formation pourrait être exprimée par l'existence de nombreuses minéralisations sur la bordure sud-est du Massif Central. Lancelot *et al.* (1995) envisagent deux pulsations principales ayant remobilisé les gisements d'uranium situés sur la bordure sud-est du Massif Central : au Lias et au Crétacé (un troisième existant à l'Oligocène pour le gisement de Bertholène). La circulation des fluides serait induite par l'élévation du flux géothermique et le changement des régimes de contrainte dans la marge du rift (Lancelot *et al.*, 1995).

La modélisation inverse d'un épisode de circulation de fluide par Monte Trax montre qu'il est nécessaire pour être en accord avec l'âge traces de fission des échantillons obtenus de considérer un événement fluide à 110-120 Ma (Crétacé inférieur) (Fig. VI-17). Cette modélisation montre cependant que les longueurs des traces sont supérieures à celles obtenues pour les échantillons étudiés. Seuls les paramètres traces de fission de l'échantillon Aigoual pourraient caractériser un épisode de circulation de fluides chauds.

De plus, la variation rapide (une quinzaine de kilomètres) de l'âge traces de fission entre les échantillons Chambon de Bavas (95±27 Ma) et La Chastelle (208±14 Ma), qui font partie du même massif granitique Quatre-Vios - Pont de Chervil, apparaît cependant difficile à expliquer sans le recours à des circulations de fluides chauds.

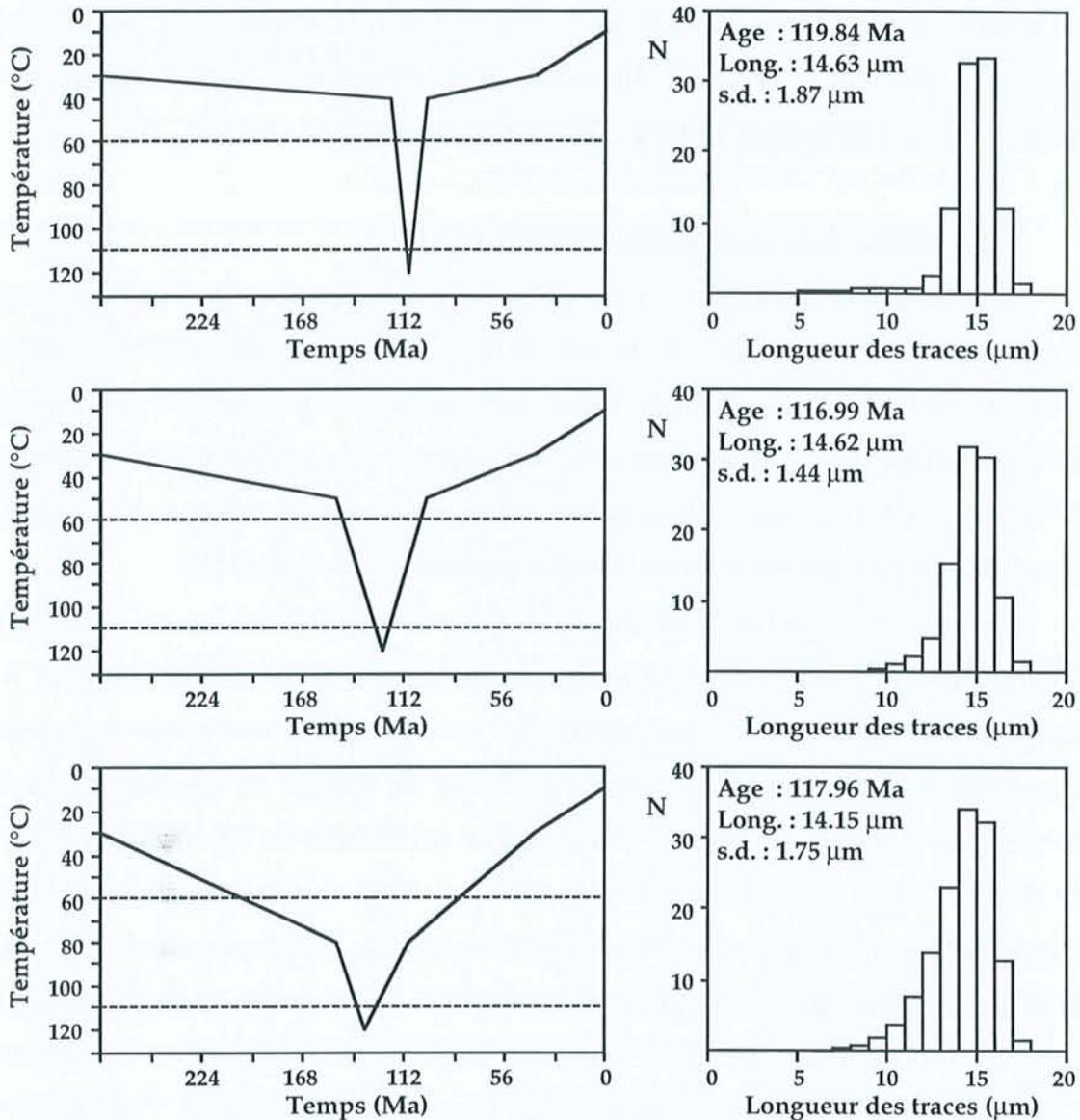


Figure VI-17 : modélisation inverse par Monte Trax d'un épisode de circulation fluide pour le modèle de Laslett et al. (1987). La longueur de l'épisode de circulation de fluide est variable (10 et 25 Ma), de même que le paléorecouvrement antérieur à cet épisode (1 à 2,3 km pour un gradient de 30°C/km). La longueur des traces de fission est toujours supérieure à 14  $\mu\text{m}$ . Une diminution rapide de la température se traduit par un histogramme étroit, une diminution plus lente par un histogramme plus large.

Tous les échantillons présentent des paramètres traces de fission équivalents pour une superficie de plusieurs milliers de  $\text{km}^2$ . La mise en place sur une aussi grande échelle d'une circulation hydrothermale semble difficile à imaginer bien que Simon & Hoefs (1998) aient mis en évidence un tel système en Forêt Noire pour une surface de 6000  $\text{km}^2$ . Les informations fournies par la géochimie

organique sur la marge ardéchoise indiquent que la maturation de la matière organique est due à la seule diagenèse d'enfouissement à l'exclusion de tout événement hydrothermal notable (Disnar *et al.*, 1997).

#### Hypothèse d'un paléorecouvrement érodé

Les indices de l'existence d'un paléorecouvrement sur la bordure ardécho-cévenole sont nombreux. Tous les échantillons, à l'exception de ceux du Vivarais, ont connu des températures supérieures ou proches de la température de cicatrisation totale des traces. En considérant un gradient géothermique de 30°C/km, il est nécessaire de considérer un paléorecouvrement de l'ordre de 3 km et ceci pour tous les échantillons des sommets aux points bas.

L'exemple de l'échantillon Aigoual, qui est le plus haut en altitude (1565m), est significatif. Il est nécessaire qu'il se soit trouvé entre 120 et 140 Ma à une température égale à 110°C (ou supérieure mais l'analyse des traces de fission est alors muette) pour expliquer son âge traces de fission et ses traces confinées longues. La présence de terrains triasiques à proximité du Mont Aigoual (moins de 10 km), à une altitude importante (jusqu'à 1360 mètres) et l'absence de faille cartographiée indiquent que l'érosion a concerné essentiellement des terrains triasiques, jurassiques et peut être crétacé. Les cartes paléogéographiques suggèrent l'existence de 650 mètres de sédiments triasiques et liasiques sur l'Aigoual. Pour la bordure ardéchoise, au niveau de Largentière, l'enfouissement maximal déterminé à partir des reconstitutions paléogéographiques est estimé entre 1700 et 2300 mètres pour la base du Mésozoïque (Disnar *et al.*, 1997). Des forages réalisés en bordure du granite de St Guiral Liron au niveau de Durfort montre une couverture mésozoïque, du Trias au Toarcien, comprise entre 1 et 2,3 km (Alabouvette, 1988). Cette épaisseur est difficile à considérer car la région de Durfort correspond à une zone mobile durant le Mésozoïque. Ces données montrent que l'érosion de 3 km de sédiments mésozoïques au niveau de l'Aigoual, même s'il est possible, nécessite le dépôt d'une quantité importante de sédiments représentatifs du Jurassique moyen et supérieur et du Crétacé. Ceci n'est cependant pas en accord avec les données fournies par l'étude de la marge occidentale du bassin du sud-est.

### Choix entre les hypothèses

Les éléments développés ne permettent pas d'envisager des gradients beaucoup plus élevés responsables de l'augmentation de la température bien qu'il soit possible qu'ils aient été un peu plus forts. Le caractère régional des paléotempératures élevées rencontrées, pour les points bas mais aussi pour les points hauts, à proximité ou à l'écart des minéralisations importantes, fait supposer que les paléotempératures élevées sont associées au dépôt de sédiments mésozoïques et à leur érosion au cours du Crétacé et du Tertiaire. Une telle interprétation est proposée par Lewis *et al.* (1992) pour le bassin de la mer d'Irlande.

L'ampleur de l'érosion est difficile à déterminer car elle dépend de la température maximale rencontrée qui est dépendante des modèles de cicatrisation de traces (Fig. VI-16) et nécessite de connaître la paléoaltitude de la surface étudiée (cf. paragraphe II-F). Au niveau du Massif de l'Aigoual, les formations préservées sont caractéristiques d'un environnement continental au Trias inférieur devenant intertidal au Trias supérieur et franchement marin au Lias. Une altitude comprise entre 0 et 500 mètres peut par conséquent être envisagée.

L'analyse traces de fission démontre l'existence d'une phase d'érosion kilométrique initiée dès la fin du Jurassique ou au début du Crétacé pour les points situés à l'Ouest aujourd'hui les plus hauts et au début du Tertiaire pour les points situés à l'Est aujourd'hui aux altitudes les plus basses. L'ampleur de l'érosion nécessaire pour expliquer les paramètres traces de fission est cependant difficile à justifier à partir des données de terrain.

Les différentes études traces de fission réalisées sur le socle hercynien de l'Europe, plus particulièrement de l'Europe centrale (Massif de Bohême, Odenwald, Forêt Noire et Vosges ; revue dans Wagner & Van den Haute, 1992), montrent, qu'après une érosion au Paléozoïque, le socle a connu des températures élevées induisant la cicatrisation des traces de fission associées au dépôt de sédiments mésozoïques. Une phase de soulèvement et d'érosion est ensuite intervenue à partir du Crétacé provoquant le retour du socle à la surface. Wagner *et al.* (1997) estiment l'épaisseur des terrains érodés dans le massif de

---

Bohème supérieure à 1000 mètres pendant le Crétacé inférieur et à 2000 mètres pendant le Crétacé supérieur - Paléocène. Une telle histoire peut par conséquent être comparée avec celle de la bordure sud-est du Massif Central.

## 2) Contrainte sur la morphologie de la bordure cévenole

Les événements ayant pu façonner, en partie ou en totalité, la morphologie de la bordure cévenole sont nombreux. Elle pourrait correspondre par exemple à un héritage du rifting associé à l'ouverture de l'océan ligure, à un contrecoup de la compression pyrénéenne, à l'ouverture de la Méditerranée occidentale ou à des mouvements au Plio-Quaternaire. La faille des Cévennes qui semble gouverner la morphologie de la bordure cévenole a joué un rôle important dans chacun de ces événements. La datation par les traces de fission fournit des éléments de datation permettant d'exclure un certain nombre de ces événements et de préciser l'importance des autres.

Les études traces de fission réalisées sur les marges passives fournissent des informations caractéristiques d'un relief hérité en bordure de marge passive (Australie, Moore *et al.*, 1986 ; Atlantique Nord, Miller & Duddy, 1989 ; Afrique du Sud, Brown *et al.*, 1990 ; Brésil, Gallagher *et al.*, 1994). Les paléomarges sont caractérisées par des escarpements parallèles à la ligne de rivage actuelle. La représentation des longueurs en fonction des âges montre pour toutes ces études une augmentation de la longueur combinée à la diminution de l'âge, à l'exception de l'Australie où la préservation des échantillons les plus distants de la marge forme une distribution en boomerang (Moore *et al.*, 1986). Cette relation s'explique car les échantillons les plus vieux ont connu des températures  $<110^{\circ}\text{C}$  et possèdent par conséquent un pôle de traces courtes et donc une longueur moyenne plus petite alors que les échantillons les plus jeunes ont connu des températures  $>110^{\circ}\text{C}$  et ne possèdent qu'un seul type de traces. Les marges continentales issues d'un rifting présentent une caractéristique commune : les âges traces de fission augmentent avec la distance au bassin (Gallagher *et al.*, 1994). Les études réalisées sur les paléomarges de l'Atlantique mettent en évidence une érosion de 3 km au début du Crétacé (140 Ma) [Miller & Duddy, 1989 ; Brown *et al.*, 1990].

Les résultats obtenus ne permettent pas de mettre en évidence cette distribution particulière. Si la relation entre les âges traces de fission et la distance les séparant de la bordure mésozoïque apparaît bonne, c'est en raison de l'augmentation de l'altitude en fonction de la distance à la bordure (Fig. VI-18). De plus, tous les échantillons à l'exception de celui de La Chastelle présentent des âges inférieurs à l'âge du rifting liasique qui a précédé l'ouverture de l'océan ligure. La morphologie de la bordure cévenole n'apparaît ainsi pas héritée de cette phase tectonique.

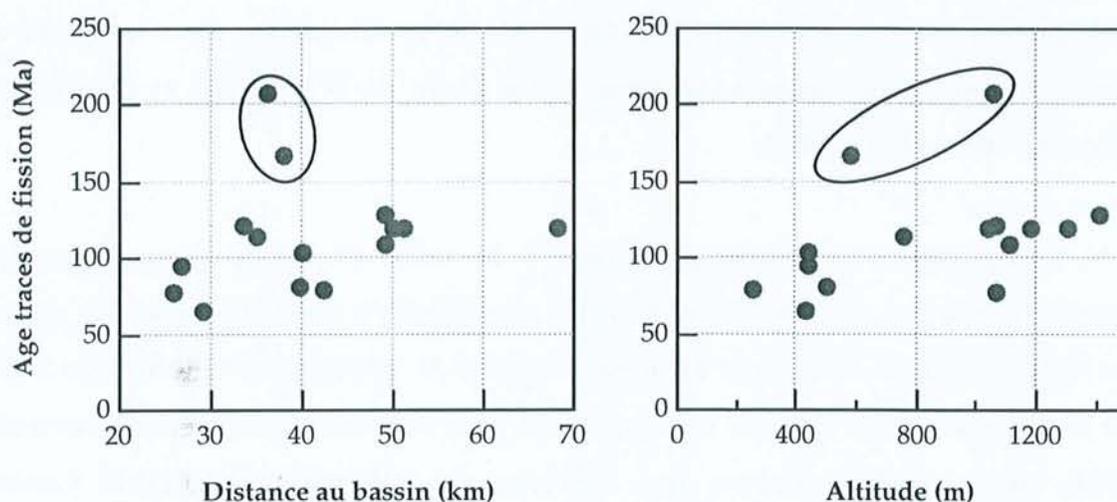


Figure VI-18 : représentation des échantillons du socle ardéchois et du Vivarais en fonction de la distance au bassin et de leur altitude. La distance au bassin est établie en utilisant un point situé à Valvignères. A l'exception des échantillons du Vivarais, il existe une corrélation assez bonne entre cette distance et l'âge traces de fission. Mais cette relation traduit également la dépendance des âges traces de fission par rapport à l'altitude, la distance au bassin et l'altitude étant liées.

Les mouvements de l'Ibérie par rapport à l'Europe qui ont donné naissance aux Pyrénées peuvent se résumer en trois étapes : un épisode de rifting (140-110 Ma), d'accrétion océanique (100-75 Ma) et de convergence entre les deux blocs (65-40 Ma). La diminution de la température initiée entre 130 et 100 Ma pour les échantillons du granite de St Guiral Liron pourrait être associée à cet épisode de rifting. Cependant, l'histoire postérieure et principalement la collision entre l'Ibérie et l'Europe ne permet pas de reconnaître la répartition caractéristique des âges traces de fission. La deuxième phase de diminution de la température se

produisant vers 50-60 Ma a effacé ces caractéristiques et est l'événement contrôlant la morphologie de la bordure cévenole. L'âge de cet événement pourrait être rapproché de la convergence entre les deux blocs et les mouvements compressifs observés dans le Languedoc associés à la formation des Pyrénées principalement à l'Eocène (Arthaud & Séguret, 1981).

La modélisation Monte Trax met en évidence pour la plupart des échantillons se trouvant à des altitudes importantes une période de calme au Tertiaire où la diminution de la température cesse ou est beaucoup plus faible. Cet épisode pourrait être rapproché de l'arrêt de la subsidence dans les bassins du rift Ouest européen (Bresse-Limagne) entre la fin de l'Oligocène et le milieu du Miocène (Blès *et al.*, 1989).

L'importance du doming associé à la mise en place d'un panache de manteau anormal sous le Massif Central est difficile à quantifier avec les données de l'analyse traces de fission. La mise en place de ce panache déterminée à partir de la diffusion de la chaleur se produit au plus tard au Miocène (Lucazeau *et al.*, 1984). Notre analyse montre que l'érosion de la bordure du Massif Central a débuté dès le Crétacé, peut être même à la fin du Jurassique inférieur, et qu'elle s'est prolongée au Tertiaire principalement pour les échantillons situés aux altitudes les plus basses. De plus la majorité des échantillons se situent à des températures inférieures à 60°C à partir du Miocène ; il est par conséquent impossible de se prononcer à partir de l'analyse des traces de fission.

L'histoire thermique de chaque échantillon traduit l'existence d'une diminution de la température rapide dans les derniers millions d'années. Cette diminution est caractérisée par l'absence de traces de longueurs supérieures à 14  $\mu\text{m}$ . Une phase d'érosion intense se retrouve dans les sédiments marins contemporains. En effet, après la régression messinienne, les dépôts Plio-Quaternaire (5-0 Ma) dans le golfe du Lion sont épais et caractérisés par un taux de sédimentation rapide, 1000 mètres/Ma (Burrus, 1989). Il est cependant difficile de rapprocher ces deux éléments uniquement à partir des résultats de

---

modélisations étant donné les problèmes de cinétique exposés dans les chapitres précédents qui entraînent des incertitudes.

### Les caractéristiques de l'érosion

La longueur moyenne des traces confinées diminuent en fonction de l'altitude des échantillons (Fig. VI-9). Mais pour certains échantillons - Vergomas, Chambon de Bavas, Payzac, Planzolles, St Jean du Gard, La Fiourne, Le Ranc et Clède - situés à une altitude inférieure à 650 m, la longueur moyenne augmente significativement par rapport à l'évolution générale. Tous ces échantillons sont localisés en bordure de l'escarpement qui limite le massif des Cévennes. La longueur moyenne de ces échantillons augmente en raison de la présence d'une part plus importante que dans les autres échantillons situés à des altitudes égales ou légèrement supérieures de traces comprises entre 14 et 15  $\mu\text{m}$ . Ceci est lié au séjour de ces échantillons à des températures de l'ordre de 60°C ce qui a permis la conservation de traces avec des longueurs supérieures à 14  $\mu\text{m}$ . Ces échantillons apparaissent ainsi avoir connu une diminution rapide de la température. Une histoire présentant un épisode rapide de diminution de la température pourrait être envisagée à l'image de celle de l'échantillon de Ste Croix de Caderle. Cette diminution rapide de la température traduit une érosion importante qui a lieu au Tertiaire au départ pour les échantillons situés les plus à l'Est du massif et ensuite pour ceux situés au centre du massif qui ne présentent pas des histogrammes de distribution des traces avec une part importante de traces de longueur supérieure à 14  $\mu\text{m}$ .

De plus, trois de ces échantillons sont situés en fond de vallée (St Jean, La Fiourne et le Ranc). L'échantillon le Gasquet se trouve également en fond de vallée (de l'Hérault) mais la longueur moyenne de ses traces se situe dans l'évolution générale définie dans la figure V-9. Or, cet échantillon se situe au centre du massif. Le phénomène principal de diminution de la température semble être l'érosion à partir de la bordure Est et non le creusement des vallées. La sensibilité de la méthode des traces de fission ne permet cependant pas d'obtenir des données supplémentaires sur le creusement des vallées.

---

L'analyse traces de fission, particulièrement des échantillons du granite de St Guiral Liron, montre l'existence d'un relief dès le Tertiaire. D'autres méthodes indirectes permettant d'appréhender l'âge des mouvements verticaux indiquent également la mise en place d'un relief dès le Tertiaire.

Ainsi, Petelet *et al.* (1998) déterminent les flux de charges particulières et dissoutes transportées par les rivières et en déduisent la dénudation actuelle. Ils obtiennent, sur le bassin de l'Hérault, des valeurs de dénudation à l'échelle du bassin de  $1,6$  à  $7,1 \cdot 10^{-6}$  m/an, selon les méthodes de calcul utilisées. Ces données permettent d'établir, à partir de la topographie, que l'érosion de cette partie du Massif Central a nécessité 40 Ma.

L'étude des spectres polliniques met en évidence la présence d'un relief élevé dans l'arrière pays (1000m au moins) dès l'Aquitaniens (24 Ma) (Suc, communication écrite). En effet, les sédiments marins renferment des pollens d'arbres (séquoias, cèdres, sapins et cathayas) caractéristiques de végétations comprises actuellement entre 900 et 1700m d'altitude dans les Alpes françaises.

L'analyse des traces de fission montre ainsi que le relief de la bordure sud-est du Massif Central ne s'est pas mis en place rapidement pendant les derniers millions d'années mais est l'aboutissement d'une évolution initiée à la fin du Jurassique ou au début du Crétacé.

### 3) Conclusion

Il est possible de proposer un modèle d'évolution de la bordure sud-est du Massif Central à partir des résultats de l'analyse traces de fission.

Le soulèvement de la bordure est associé à un basculement dont l'amplitude est plus importante au Sud qu'au Nord. Ce basculement est associé à des contraintes lithosphériques et peut engendrer un flux géothermique supérieur au flux actuel responsable en partie de l'augmentation de la température. Il est néanmoins nécessaire de considérer l'existence d'un recouvrement de l'ensemble de la bordure par des dépôts triasiques, jurassiques et peut-être crétacés dont les épaisseurs sont dépendantes du paléoflux utilisé mais sont de l'ordre de 2 km. L'âge de l'initiation de ce basculement est difficile à préciser étant donné les

---

incertitudes liées à la cinétique de cicatrisation et aux modèles de reconstitution thermique. Il se produit cependant entre 110 et 150 Ma (fin du Jurassique et début du Crétacé).

Ce basculement est associé à une érosion importante qui concerne l'ensemble de la bordure, se produit au Crétacé moyen et qui est assez rapide pour les échantillons situés les plus à l'Ouest et aujourd'hui formant les sommets (entre 50 et 100 mètres par million d'années). Une phase où la température semble peu évoluer suit cet épisode au Crétacé supérieur.

Une nouvelle phase d'érosion se produit à partir du Tertiaire. Elle affecte en priorité la bordure Est du massif puis se propage en direction de l'Ouest. Cet épisode correspond au recul de l'escarpement limitant le massif à l'Est selon une direction parallèle à la faille des Cévennes.

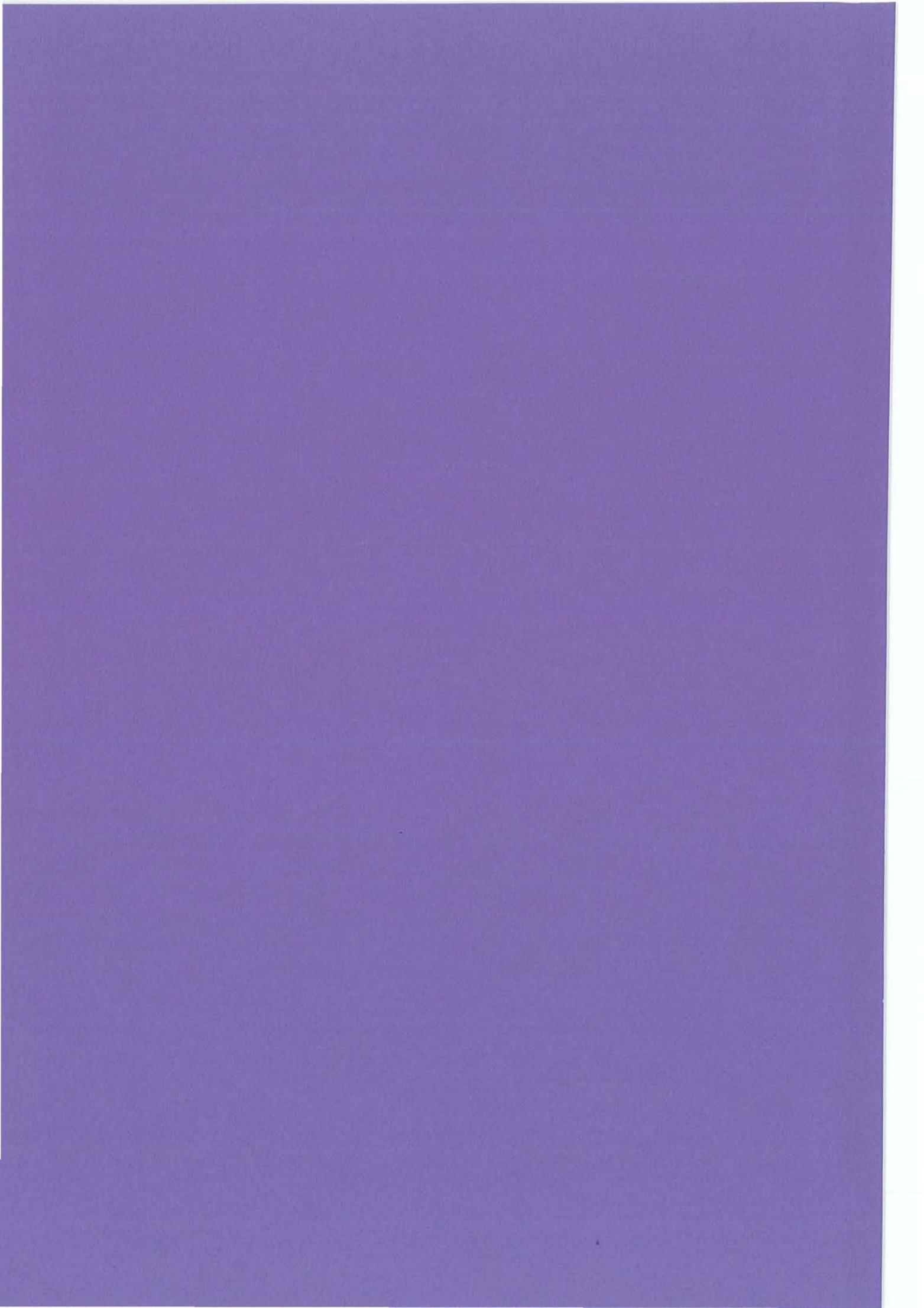
Une phase importante d'érosion se déroule enfin dans les derniers millions d'années bien qu'il soit difficile de préciser son âge et son ampleur avec les résultats de l'analyse traces de fission.



---

*CONCLUSION GENERALE*

---



---

## CONCLUSION

---

Ce travail montre l'intérêt d'une étude utilisant différentes méthodes analytiques pour déterminer la composition chimique des cristaux d'apatite et leur homogénéité afin de mettre en évidence les facteurs contrôlant la cinétique d'effacement des traces de fission dans ces cristaux.

La cathodoluminescence permet de tester l'homogénéité des cristaux d'apatite (par exemple, les grains détritiques du forage de Balazuc) et de caractériser chimiquement les différentes zones de luminescence. Cette étude développe une procédure de calibration de la longueur d'onde et de correction de l'intensité qui est obligatoire pour pouvoir comparer et discuter les spectres de CL. Le traitement des spectres en énergie donne une signification physique au phénomène de luminescence et autorise la décomposition des spectres permettant la prise en compte des données supplémentaires que sont les bandes de CL de chaque activateur. La luminescence dans le proche ultraviolet et le bleu apparaît liée essentiellement à l'activation par  $\text{Ce}^{3+}$  bien que les bandes d'autres terres rares (Gd, Tb, Er, Eu...) peuvent être également présentes.

Il est possible de proposer un protocole analytique pour mettre en évidence l'existence d'une population hétérogène de grains (Fig. VII-1). L'association de ces techniques fournit une meilleure caractérisation des cristaux d'apatite et une meilleure compréhension des paramètres du recuit. Ces méthodes donnent des informations complémentaires qu'il est possible d'associer. La spectrométrie de CL apparaît ainsi comme un moyen semi-quantitatif pour déterminer les concentrations de certaines terres rares (Gd, Ce, Tb, Dy, Sm).

Une meilleure connaissance des phénomènes de coactivation ou d'inhibition permettra de mieux définir les relations unissant les teneurs et les aires des différents activateurs et de proposer une meilleure quantification de certaines terres rares par spectrométrie de CL.

La cathodoluminescence apparaît de plus comme un outil diagnostique pour la séparation des échantillons possédant une population hétérogène de cristaux d'apatite et ceux présentant une population homogène : les échantillons

---

montrant plusieurs populations sont caractérisés par une luminescence très variable entre les grains traduisant des compositions chimiques différentes.

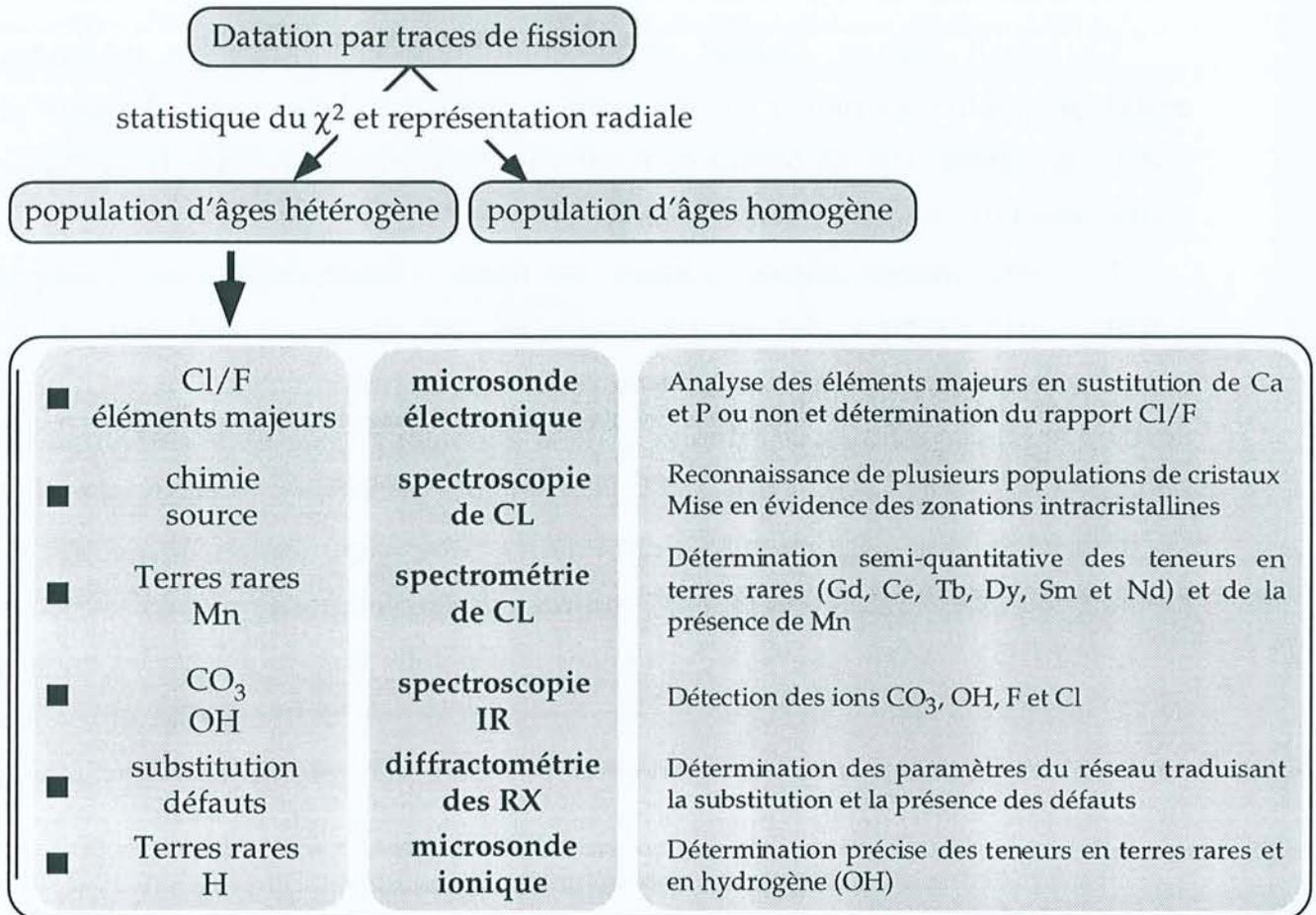


Figure VII-1 : méthodologie proposée pour l'analyse des échantillons dont la statistique du  $\chi^2$  ou la représentation radiale mettent en évidence l'existence de plusieurs populations de grains d'âge traces de fission.

L'étude de la cinétique de cicatrisation pour des cristaux d'apatite issus de cas géologiques ou chauffés expérimentalement pendant des durées plus courtes conduit à un bilan complexe.

Les différents éléments chimiques présents en substitution ou non dans des cristaux d'échantillons ayant connu un recuit naturel montrent des comportements variables selon les échantillons. La teneur en terres rares légères semble contrôler pour certains échantillons le recuit ; pour d'autres, c'est un autre facteur, par exemple le degré de substitution qui domine.

Les expériences de recuit montrent que tous les cristaux de composition chimique différente possèdent des cinétiques de cicatrisation des traces variables. Il est possible de mettre en évidence plusieurs facteurs contrôlant cette cinétique : le rapport Cl/F, la teneur en terres rares légères et le degré de substitution exprimé par la teneur en CaO ou P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Il n'est pas possible d'attribuer à l'un de ces facteurs un contrôle plus important sur la cinétique de recuit qu'aux autres. Selon les concentrations respectives de ces paramètres, leur importance relative varie.

Il apparaît nécessaire de multiplier les exemples d'échantillons présentant des cinétiques variables afin de confirmer ces résultats et de mieux individualiser les contrôles respectifs de ces paramètres. Ces exemples devront correspondre à des situations géologiques particulières : une histoire thermique doit être parfaitement connue et les variations d'âge traces de fission doivent être importantes et significatives. Le paramètre structural devra être également considéré car les substitutions à l'intérieur du cristal peuvent engendrer des modifications des paramètres de maille responsables en partie des variations de la cinétique de recuit des traces. Cette étude pourrait être menée par diffractométrie des rayons X.

Enfin, le travail sur des cristaux d'apatite de synthèse permettra une simplification du problème en examinant un seul des paramètres évoqués et en considérant des pôles extrêmes pour chaque substitution (comme c'est déjà le cas pour l'impact du rapport Cl/F).

Les expériences de recuit des traces de fission combinées à la maturation de la matière organique exprimée par la valeur du T<sub>max</sub> constituent après celles de Meyer (1990) les premières étapes pour définir un lien entre les deux indicateurs. Ils montrent des vitesses de cinétique différentes qui évoluent avec la température maximale connue et le temps. L'évolution de la matière organique apparaît plus sensible à la température maximale tandis que le recuit des traces de fission est contrôlé par le couple température-durée. La comparaison entre les

---

valeurs de ces deux indicateurs pour l'exemple du delta de la Mahakam et les valeurs prédites à partir des expériences est encourageante.

Un lien entre les deux indicateurs pourra être déterminé à condition de réaliser d'autres expériences en particulier pour des temps plus longs. Il sera nécessaire cependant de mieux contrôler la température des expériences et de considérer d'autres marqueurs de la maturation de la matière organique comme le pouvoir réflecteur de la vitrinite.

Ce travail a permis enfin d'acquérir des données nouvelles sur l'histoire thermique basse température de la bordure sud-est du Massif Central. Les paramètres traces de fission prouvent l'existence d'une phase importante de diminution de la température qui s'est déroulée depuis la fin du Jurassique - début du Crétacé.

Le scénario proposé correspond à un basculement Sud-Nord initié entre la fin du Jurassique et le début du Crétacé dont l'amplitude est plus importante dans les Cévennes que dans l'Ouest de l'Ardèche. Cette phase a créé une topographie importante. Après une période où l'évolution apparaît moindre, dès le début du Tertiaire les reliefs existant sont érodés par un phénomène de retrait d'escarpement en relation avec la direction de la faille des Cévennes.

Le relief de la bordure sud-est du Massif Central s'est mis ainsi en place depuis le début du Crétacé et est le résultat d'une évolution complexe.

Une meilleure définition de cette histoire nécessite la mise en place de nouveaux modèles de cicatrisation des traces de fission qui permettront une meilleure précision et l'échantillonnage de nouvelles cibles. Ces cibles seront choisies en contact proche avec des concentrations métalliques pour étudier leur comportement singulier potentiel mais aussi à l'Ouest du massif où l'échantillonnage de cette étude n'est pas suffisant et également sur la marge Ouest du bassin des Causses pour comparer les deux régions. L'étude des traces de fission dans la titanite qui possède un domaine de cicatrisation à des températures plus élevées serait également un développement intéressant afin de mieux contraindre l'initiation du basculement.

---

---

*REFERENCES*  
*BIBLIOGRAPHIQUES*

---



---

**REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

---

- Abdelghaffar R., Darboux F., Montel J.M., Diot H., Didier J., Duthou J.L., Pin C. (1996) : origine des granites sodiques : exemple du massif du col de la Chavade (Velay). 16<sup>e</sup> Réunion des Sciences de la Terre, Orléans, 10-12 Avril, résumé p 85.
- Ahrens T.J., Fleischer R.L., Price P.B., Woods R.T. (1970) : Erasure of fission tracks in glasses and silicates by shock waves. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 8, 420-426.
- Alabouvette B. (1988) : Carte géologique de la France au 1/50000, feuille Le Vigan (937), B.R.G.M., Orléans, France.
- Albrecht D., Balanzat E., Schauptert K. (1986) : X-ray small angle scattering investigation of high energy Ar-tracks in mica. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 11, 1-2, 93-94.
- Arne D.C. (1992) : Evidence from apatite fission-track analysis for regional cretaceous cooling in the Ouachita Mountain fold belt and Arkoma Basin of Arkansas. *The American Association of Petroleum Geologists Bulletin*, 76, 3, 392-402.
- Arthaud F., Séguret M. (1981) : Les structures pyrénéennes du Languedoc et du golfe du Lion. *Bull. Soc. géol. Fr.*, XXIII, 51-63.
- Aubagne M., L'homer A., Sureau J.F. (1982) : Recherche de guide de prospection pour les gîtes Pb-Zn liés aux strates en environnement dolomitique. *Chron. Rech. min.*, 466, 41-59.
- Baranger R., Martinez L., Pittion J.-L., Pouleau J. (1991) : A new calibration procedure for fluorescence measurements of sedimentary organic matter. *Org. Geochem.*, 17, 4, 467-475.
- Barbin V., Schvoerer M. (1997) : cathodoluminescence et géosciences. *C. R. Acad. Sci., Paris*, 325, IIa, 157-169.
- Barker C. (1985) : Temperature and time in the thermal maturation of sedimentary organic matter. In Naeser N.D. and McCulloh T.H. (eds), *Thermal history of sedimentary basins, methods and case histories*, Springer-Verlag, 73-98.
- Bellemans F., De Corte F., Van den Haute P. (1995) : Composition of SRM and CN U-doped glasses : significance for their use as thermal neutron fluence monitors in fission track dating. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 24, 2, 153-160.
- Ben Ghouma N. (1995) : Etude de l'influence de la composition de l'apatite sur la révélation et le recuit des traces de fission de l'uranium. Thèse Doctorat, Université de Franche-Comté, Besançon, 257p.
- Bergerat F., Martin P. (1993) : Mise en évidence d'une tectonique distensive synsédimentaire et caractérisation du champ de contraintes au Trias inférieur-moyen sur la borure vivaro-cévenole du bassin du Sud-Est de la France : la région de Largentière et le forage Balazuc-1 (programme Géologie Profonde de la France), *C. R. Acad. Sci. Paris*, 316, II, 1279-1286.
- Bigazzi G. (1981) : the problem of the decay constant  $\lambda_f$  of  $^{238}\text{U}$ . *Nucl. Tracks*, 5, 1-2, 35-44.
- Blanc Ph., Arbey F., Cros P., Cesbron F., Ohnenstetter D. (1994) : Applications de la microscopie électronique à balayage et de la cathodoluminescence à des
-

- matériaux géologiques (sulfates, carbonates, silicates). *Bull. Soc. géol. Fr.*, 165, 4, 341-352.
- Blanc Ph., Baumer A., Cesbron F., Ohnenstetter D. (1995) : Les activateurs de cathodoluminescence dans des chlorapatites préparées par synthèse hydrothermale. *C. R. Acad. Sci., Paris*, 321, IIa, 1119-1126.
- Blès J.-L., Bonijoly D., Castaing C., Gros Y. (1989) : Successive post-Variscan stress fields in the french Massif Central and its borders (western european plate) : comparison with geodynamic data. *Tectonophysics*, 169, 79-111.
- Bonhomme M., Baudron J.-C., Jebrak M. (1987) : Minéralogie, géochimie, terres rares et âge K-Ar des argiles associées aux minéralisations filoniennes, *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 65, 321-339.
- Bonijoly D., Perrin J., Roure F., Bergerat F., Courel L., Elmi S., Mignot A., and the GPF team (1996) : The Ardèche border of the South-East basin of France : mesozoic evolution of a tethyan palaeo-margin (GPF program). *Mar. Petrol. Geol.*, 13, 6, 607-624.
- Bresse J.F., Remond G., Akamatsu B. (1995) : Cathodoluminescence microscopy and spectroscopy of semiconductors and wide bandgap insulating materials. 4th european workshop on modern developments and applications in microbeam analysis, Mai 14-19, St Malo, France, Book of Abstracts, 213-254.
- Brown R.W. (1991) : Backstacking apatite fission-track "stratigraphy" : a method for resolving the erosional and isostatic rebound components of tectonic uplift histories. *Geology*, 19, 74-77.
- Brown R.W., Rust D.J., Summerfield M.A., Gleadow A.J.W., De Wit M.C.J. (1990) : An early cretaceous phase of accelerated erosion on the south-western margin of Africa : evidence from apatite fission track analysis and the offshore sedimentary record. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 17, 3, 339-350.
- Burnham A.K. & Sweeney J.J. (1989) : A chemical kinetic model of vitrinite maturation and reflectance. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 53, 2649-2658.
- Burrus J. (1989) : Review of geodynamic models for extensional basins ; the paradox of stretching in the gulf of Lions (Northwest Mediterranean). *Bull. Soc. géol. Fr.*, V, 2, 377-393.
- Burtner R.L., Nigrini A., Donelick R.A. (1994) : Thermochronology of lower cretaceous source rocks in the Idaho-Wyoming thrust belt. *Am. Ass. Pet. Geol. Bull.*, 78, 10, 1613-1636.
- Burt D.M. (1989) : Compositional and phase relations among rare earth element minerals. In *Mineralogical Society of America, Reviews in Mineralogy*, 21, 259-307.
- Carlson W.D. (1990) : Mechanisms and kinetics of apatite fission-track annealing. *Am. Mineral.*, 75, 9/10, 1120-1139.
- Carlson W.D., Donelick R.A. (1993) : Compositional dependence of apatite fission track annealing rates. *EOS, Trans. Am. Geophys. Union*, 74, résumé p 168.
- Carpéna J. (1980-1981), Ages par la méthode des traces de fission de l'uranium en Montagne Noire : son histoire thermique post-hercynienne, *Bull. du B.R.G.M. (2)*, I, 4, 245-255.
- Carpéna J. (1998) : Uranium-235 fission track annealing in minerals of the apatite group : an experimental study. In Van den Haute P. & De Corte F. (eds.), *Advances in fission-track geochronology*, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 81-92.
- Carpéna J., Mailhé D. (1987) : fission track dating calibration of the Fish Canyon Tuff standard in french reactors. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 66, 53-59.
-

- Carpéna J., Lacout J.-L. (1997) : Des apatites naturelles aux apatites synthétiques : utilisation des apatites comme matrice de conditionnement de déchets nucléaires séparés. *L'Act. Chim. (R)*, 2, 3-9.
- Cesbron F., Ohnenstetter D., Blanc Ph., Rouer O., Sichere M.-C. (1993) : Incorporation de terres rares dans des zircons de synthèse : étude par cathodoluminescence. *C. R. Acad. Sci., Paris*, 316, IIa, 1231-1238.
- Chadderton L.T., Biersack J.P., Koul S.L. (1988) : discontinuous fission track in crystalline detectors. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 15, 1-4, 31-40.
- Charef A., Sheppard M.F. (1988), The Malines Cambrian carbonate-shale-hosted Pb-Zn deposit, France : thermometric and isotopic (H<sub>2</sub>O) evidence for pulsating hydrothermal mineralization. *Mineral. Deposita*, 23, 86-95.
- Chi G., Rheaume P., Schrijer K. (1997), The Largentière sandstone Pb-Zn-Ag deposit, Ardèche, France : fluid inclusion and geologic evidence for an epigenetic origin. *Econ. Geol.*, 92, 108-113.
- Clauzon G., Suc J.P., Gautier F., Berger A., Loutre M.-F. (1996) : Alternate interpretation of the Messinian salinity crisis : controversy resolved? *Geology*, 24, 4, 363-366.
- Clift P.D., Carter A., Hurford A.J. (1996) : constraints on the evolution of East Greenland margin : evidence from detrital apatite in offshore sediments. *Geology*, 24, 11, 1013-1016.
- Conrad G., Montigny R., Odin B. (1986) , Datation K-Ar de cinérites du Permien inférieur du bassin de Lodève (Hérault, France). *C. R. Acad. Sc.*, 302, II, 14, 887-890.
- Corrigan J. (1991) : Inversion of apatite fission track data for thermal history information. *J. Geophys. Res.*, 96, B6, 10347-10360.
- Corrigan J. (1993) : Apatite fission-track analysis of Oligocene strata in South Texas, U.S.A. : testing annealing models. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 104, 1/4, 227-249.
- Couturié J.-P., Vachette M., Vialette Y. (1979) : . *C. R. Acad. Sci., Paris*, D, 289, 449-452.
- Crowley K.D., Cameron M., Mc Pherson B.J. (1990) : Annealing of etchable fission-track damage in F-, OH-, Cl- and Sr-apatite : 1. Systematics and preliminary interpretations. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 17, 3, 409-410.
- Crowley K.D., Cameron M., Schaefer R.L. (1991) : Experimental studies of annealing of etched fission tracks in fluorapatite. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 55, 1449-1465.
- Curnelle R., Dubois P. (1986) : Evolution mésozoïque des grands bassins sédimentaires français ; bassins de Paris, d'Aquitaine et du Sud-Est. *Bull. Soc. géol. Fr.*, II, 4, 529-546.
- Dakowski M. (1978) : Length distributions of fission tracks in thick crystals. *Nucl. Track Detection*, 2, 181-189.
- Dartyge E., Duraud J.P., Langevin Y., Maurette M. (1981) : New model of nuclear particle tracks in dielectric minerals. *Physical Review*, B23, 10, 5213-5229.
- Debrand-Passard S., Courbouleix S., Lienhardt M.J. eds (1984) : Synthèse géologique du Sud-Est de la France. *Mém. Bur. Rech. Géol. Min.*, 125.
- Demars C. (1994) : Evolution diagénétique, paléofluides et paléothermicité dans les réservoirs du Keuper et du Dogger du bassin de Paris. Thèse Doctorat, I.N.P.L., Nancy, 394p.
-

- Demars C., Pagel M. (1994) : Paléotempératures et paléosalinités dans les grès du Keuper du bassin de Paris : inclusions fluides dans les minéraux authigènes. C. R. Acad. Sci., Paris, 319, II, 427-434.
- Demongodin L., Vasseur G. (1992) : Constraint and present thermal stress on drill-hole BA1. Doc. B.R.G.M., 165.
- Disnar J.-R., Marquis F., Espitalié J., Barsony I., Drouet S., Giot D. (1997) : géochimie organique et reconstitution de l'histoire thermique et tectonosédimentaire de la marge ardéchoise (programme GPF ; France). Bull. Soc. géol. Fr., 168, 1, 73-81.
- Dodson M.H. (1973) : closure temperature in cooling geochronological and petrological systems. Contrib. Mineral. Petrol., 40, 259-274.
- Donelick R.A. (1991) : Crystallographic orientation dependence of mean etchable fission track length in apatite : an empirical model and experimental observations. Am. Mineral., 76, 83-91.
- Donelick R.A., Roden M.K., Mooers J.D., Carpenter B.S., Miller D.S. (1990) : Etchable length reduction of induced fission tracks in apatite at room temperature (~23°C) : crystallographic orientation effects and "initial" mean lengths. Nucl. Tracks Radiat. Meas., 17, 3, 261-265.
- El Ali A (1989) : Etude des roches carbonatées de réservoirs d'hydrocarbures par résonance paramagnétique électronique et cathodoluminescence. Thèse doctorat, Université Paris VII, Paris, 190p.
- El Ali A., Barbin V., Calas G., Cervelle B., Ramseyer K., Bouroulec J. (1993) : Mn<sup>2+</sup>-activated luminescence in dolomite, calcite and magnesite : quantitative determination of manganese and site distribution by EPR and CL spectroscopy. Chem. Geol., 104, 189-202.
- Elliott J.C., Mackie P.E., Young R.A. (1973) : Monoclinic hydroxylapatite. Science, 180, 1055-1057.
- Elmi S. (1983) : La structure du Sud Est de la France : une approche à partir de la bordure vivaro-cévenole du Massif Central, C. R. Acad. Sci., Paris, 296, II, 1615-1620.
- England P., Molnar P. (1990) : surface uplift, uplift of rocks, and exhumation of rocks. Geology, 18, 1173-1177.
- Espitalié J., Deroo G., Marquis F. (1985) : La pyrolyse Rock-Eval et ses applications (trois parties). Rev. Inst. Franç. du Pétr., 40, 5 ; 40, 6 et 41, 1.
- Fahey A.J., Goswami J.N., McKeegan K.D., Zinner E. (1987) : <sup>26</sup>Al, <sup>244</sup>Pu, <sup>50</sup>Ti, REE, and trace elements abundances in hibonite grains from CM and CV meteorites. Geochim. Cosmochim. Acta, 51, 329-350.
- Filippelli G.M., Delaney M.L. (1993) : The effects of manganese(II) and iron(II) on the cathodoluminescence signal in synthetic apatite. J. Sedim. Petrol., 63, 1, 167-173.
- Fitzgerald P.G. (1996) : constraining absolute uplift parameters using apatite fission track thermochronology. 8<sup>th</sup> International Workshop of Fission-Track Dating, Gent, Belgique, 26-30 Août, résumé p 34.
- Fitzgerald P.G., Gleadow A.J.W. (1988) : Fission-track geochronology, tectonics and structure of the Transantarctic Mountains in northern Victoria Land, Antarctica. Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.), 73, 169-198.
- Fitzgerald P.G., Sorkhabi R.B., Redfield T.F. (1995) : uplift and denudation of the central Alaska range : a case study in the use of apatite fission track thermochronology to determine absolute uplift parameters. J. Geophys. Res., 100, B10, 20175-20191.
-

- Fleet M.E., Pan Y. (1995a) : Site preference of rare earth elements in fluorapatite. *Am. Mineral.*, 80, 329-335.
- Fleet M.E., Pan Y. (1995b) : Crystal chemistry of rare earth elements in fluorapatite and some calc-silicates. *Eur. J. Mineral.*, 7, 591-605.
- Fleischer R.L., Price P.B. (1964) : Glass dating by fission fragment tracks. *J. Geophys. Res.*, 69, 331-339.
- Fleischer R.L., Price P.B., Walker R.M. (1965) : Effects of temperature, pressure and ionization of the formation and stability of fission tracks in minerals and glasses. *Journal of Geophysical Research*, 70, 6, 1497-1502.
- Fleischer R.L., Woods R.T., Hart H.R. Jr., Price P.B., Short N.M. (1974) : Effect of shock on fission track dating of apatite and sphene crystals from the Hardhat and Sedan underground nuclear explosions. *J. Geophys. Res.*, 79, 339-342.
- Fleischer R.L., Price P.B., Walker R.M. (1975) : Nuclear Tracks in solids. University of California Press, Berkeley, 615p.
- Fleischer M., Altschuler Z.S. (1986) : The lanthanides and yttrium in minerals of the apatite group - an analysis of the available data. *N. Jb. Min. Mh.*, 10, 467-480.
- Foster D.A., Gleadow A.J.W. (1992) : the morphotectonic evolution of rift-margin mountains in central Kenya : constraints from apatite fission-track thermochronology. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 113, 157-171.
- Galbraith R.F. (1981) : On statistical models for fission track counts. *Math. Geol.*, 13, 6, 471-478.
- Galbraith R.F. (1988) : Statistical analysis of C.W. NAESER's Fish Canyon zircon data. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 11, 6, 295-300.
- Galbraith R.F. (1990) : The radial plot : graphical assessment of spread in ages. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 17, 3, 207-214.
- Galbraith R.F., Laslett G.M. (1993) : statistical models for mixed fission track ages. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 21, 4, 459-470.
- Gallagher K. (1995) : Evolving temperature histories from apatite fission-track data. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 136, 421-435.
- Gallagher K., Sambridge M. (1994) : Genetic algorithms : a powerful method for large scale non-linear optimisation problems. *Comput. Geosci.*, 20, 1229-1236.
- Gallagher K., Hawkesworth C.J., Mantovani M.S.M. (1994) : The denudation history of the onshore continental margin of SE Brazil inferred from apatite fission track data. *J. Geophys. Res.*, 99, B9, 18117-18145.
- Ghautier B., Disnar J.R. (1984) : Etude de la matière organique des séries carbonatées liasiques du gîte Pb-Zn de Trêves (Gard, France). Rapport B.R.G.M., 46p.
- Giot D., Roure F., Elmi S., Lajat D., Steinberg M. (1991) : Découverte d'accidents distensifs majeurs d'âge jurassique sur la marge continentale du bassin du sud-est, Ardèche, France (programme GPF), *C. R. Acad. Sci.*, Paris, 312, II, 747-754.
- Gleadow A.J.W. (1981) : Fission-track dating methods : what are the real alternatives ? *Nucl. Tracks*, 5, 1-2, 3-14.
- Gleadow A.J.W., Lovering J.F. (1977) : Geometry factor for external detectors in fission track dating. *Nucl. Track Detection*, 1, 99-106.
- Gleadow A.J.W., Duddy I.R. (1981) : A natural long-term track annealing experiment for apatite. *Nucl. Tracks*, 5, 1-2, 169-174.
- Gleadow A.J.W., Fitzgerald P.G. (1987) : uplift history and structure of the Transantarctic Mountains : new evidence from fission track dating of

- basement in the Dry Valleys area, southern Victoria Land. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 82, 1-14.
- Gleadow A.J.W., Duddy I.R., Green P.F., Lovering J.F. (1986a) : Confined fission track lengths in apatite : a diagnostic tool for thermal history analysis. *Contrib. Mineral. Petrol.*, 94, 405-415.
- Gleadow A.J.W., Duddy I.R., Green P.F., Hegarty K.A. (1986b) : Fission track lengths in the apatite annealing zone and the interpretation of mixed ages. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 78, 245-254.
- Granet M., Wilson M., Achauer U. (1995) : Imaging a mantle plume beneath the French Massif Central. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 136, 281-296.
- Green P.F. (1981a) : A new look at statistics in fission-track dating. *Nucl. Tracks*, 5, 1-2, 77-86.
- Green P.F. (1981b) : "Track-in-track" length measurements in annealed apatites. *Nucl. Tracks*, 5, 121-128.
- Green P.F. (1985) : Comparison of Zeta calibration baselines for fission-track dating of apatite, zircon and sphene. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 58, 1-22.
- Green P.F. (1988) : The relationship between track shortening and fission track age reduction in apatite : combined influences of inherent instability, annealing anisotropy, length bias and system calibration. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 89, 335-352.
- Green P.F. (1992) : Comparing kinetic models for fission track annealing in apatite. *On Track*, 2, 2, 12-17.
- Green P.F., Durrani S.A. (1977) : Annealing studies of tracks in crystals. *Nucl. Track Detection*, 1, 33-39.
- Green P.F., Hurford A.J. (1984) : Thermal neutron dosimetry for fission track dating. *Nucl. Tracks*, 9, 231-241.
- Green P.F., Duddy I.R., Gleadow A.J.W., Tingate P.R., Laslett G.M. (1986) : Thermal annealing of fission tracks in apatite : 1. A qualitative description. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 59, 237-253.
- Green P.F., Duddy I.R., Gleadow A.J.W., Lovering J.F. (1989a) : Apatite fission-track analysis as a paleotemperature indicator for hydrocarbon exploration in Naeser N.D. and Mc Culloh Th.H. (eds). *Thermal history of sedimentary basins*, Springer Verlag, New York, 181-195.
- Green P.F., Duddy I.R., Laslett G.M., Hegarty K.A., Gleadow A.J.W., Lovering J.F. (1989b) : Thermal annealing of fission tracks in apatite : 4. Quantative modelling techniques and extension to geological timescales. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 79, 155-182.
- Grivet M., Rebetez M., Ben Ghouma N., Chambaudet A., Jonckheere R., Mars M. (1993) : Apatite fission-track age correction and thermal history analysis from projected track length distributions. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 103, 157-169.
- Guilhaumou N. (1993) : Paleotemperatures inferred from fluid inclusions in diagenetic cements : implications for the thermal history of the Paris basin. *Eur. J. Mineral.*, 5, 1217-1226.
- Guilhaumou N., Gaulier J.M. (1991) : Détermination de paléotempératures dans les roches-mères du bassin de Paris : étude d'inclusions fluides et implications pour l'histoire thermique du bassin. *C. R. Acad. Sci., Paris*, 313, II, 773-780.
- Habermann D., Neuser R.D., Richter D. (1996) : REE-activated cathodoluminescence of natural calcite and dolomite. *Int. Conf. on*
-

- cathodoluminescence and related techniques in geosciences and geomaterials, 2-4 Septembre, Nancy, France, résumé p 67-68.
- Hamet J., Mattauer M. (1977) : Age hercynien, déterminé par la méthode  $^{87}\text{Rb}$ - $^{87}\text{Sr}$ , du granite de l'Aigoual. Conséquences structurales. C.R. Somm. Soc. Geol. France, 3, 80-84.
- Hammerschmidt K., Wagner G.A., Wagner M. (1984) : Radiometric dating on research drill core Urach III : a contribution to its geothermal history. J. Geophys., 54, 97-105.
- Hejl E. (1995) : Evidence for unetchable gaps in apatite fission tracks. Chem. Geol. (Isot. Geosc. Section), 122, 259-269.
- Henderson P. (1984) : Rare earth element geochemistry. Elsevier, Pays Bas, 510p.
- Hughes J.M., Cameron M., Crowley K.D. (1989) : Structural variations in natural F, OH, and Cl apatites. Am. Mineral., 74, 870-876.
- Hughes J.M., Cameron M., Crowley K.D. (1990) : Crystal structures of natural ternary apatites : Solid solution in the  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{X}$  (X=F, OH, Cl) system. Am. Mineral., 75, 295-304.
- Hughes J.M., Cameron M., Crowley K.D. (1991a) : Ordering of divalent cations in the apatite structure : Crystal structure refinements of natural Mn- and Sr-bearing apatite. Am. Mineral., 76, 1857-1862.
- Hughes J.M., Cameron M., Mariano A.N. (1991b) : Rare-earth-element ordering and structural variations in natural rare-earth-bearing apatites. Am. Mineral., 76, 1165-1173.
- Hurfurd A.J. (1990) : Standardization of fission track dating calibration : Recommendation by the Fission Track Working Group of the I.U.G.S. subcommission on Geochronology. Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.), 80, 171-178.
- Hurfurd A.J., Green P.F. (1982) : A user's guide to fission track dating calibration. Earth Planet. Sci. Lett., 59, 343-354.
- Hurfurd A.J., Green P.F. (1983) : The Zeta age calibration of fission-track dating. Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.), 1, 285-317.
- Iaconi P., Caruba R. (1980) : Trapping and emission centres in X-irradiated zircon (III) : influence of trivalent rare earth impurities. Phys. Stat. Sol. a, 62, 589-596.
- Jonckheere R., Mars M., Van den Haute P., Rebetez M., Chambaudet A. (1993) : L'apatite de Durango (Mexique) : analyse d'un minéral standard pour la datation par traces de fission. Chem. Geol., 103, 141-154.
- Kamp P.J.J., Tippett J.M. (1993) : dynamics of pacific plate crust in the South Island (New Zealand) : zone of oblique continent-continent convergence. J. Geophys. Res., 98, B9, 16105-16118.
- Kamp P.J.J., Webster K.S., Nathan S. (1996) : Thermal history analysis by integrated modelling of apatite fission track and vitrinite reflectance data : application to an inverted basin (Buller Coalfield, New Zealand). Basin Research, 8, 383-402.
- Kearsley A., Wright P. (1988) : Geological applications of scanning cathodoluminescence imagery. Microscopy and Analysis, Septembre, 49-51.
- Kelly W.C., Rye R.O. (1979) : Geologic, fluid inclusion, and stable isotope studies of the Tin-Tungsten deposits of Panasqueira, Portugal. Econ. Geol., 74, 8, 1721-1823.

- Knuston C., Peacor D., Kelly W.C. (1985) : luminescence, color and fission track zoning in apatite crystals of the Panasqueira tin tungsten deposit, Beira-Baixa, Portugal. *Am. Mineral.*, 70, 829-837.
- Lacassin R., Meyer B., Benedetti L., Armijo R., Tapponnier P. (1998) : Signature morphologique de l'activité de la faille des Cévennes (Languedoc, France). *C. R. Acad. Sci., Paris*, 326, 807-815.
- Lancelot J.R., De Saint André B., De La Boisse H. (1984) : Systématique U-Pb et évolution du gisement d'Uranium de Lodève (France). *Mineral. Deposita*, 19, 44-53.
- Lancelot J., Vella V. (1989) : Datation U-Pb liasique de la pechblende de Rabejac. Mise en évidence d'une préconcentration uranifère permienne dans le bassin de Lodève (Hérault). *Bull. Soc. géol. Fr.*, 8, 309-315.
- Lancelot J., Briquieu L., Respaut J.P., Clauer N. (1995) : Géochimie isotopique des systèmes U-Pb/Pb-Pb et évolution polyphasée des gîtes d'uranium du Lodévois et du sud du Massif central. *Chron. Rech. min.*, 521, 3-18.
- Laslett G.M., Kendall W.S., Gleadow A.J.W., Duddy J.R. (1982) : Bias in measurement of fission-track length distributions. *Nucl. Tracks*, 6, 2-3, 79-85.
- Laslett G.M., Green P.F., Duddy I.R., Gleadow A.J.W. (1987) : Thermal annealing of fission tracks in apatite : 2. A quantitative analysis. *Chem. Geol (Isot. Geosci Sect.)*, 65, 1-13.
- Laslett G.M., Galbraith R.F., Green P.F. (1994) : The analysis of projected fission track lengths. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 23, 1, 103-123.
- Leckebusch R. (1979) : Comments on the luminescence of apatites from Panasqueira (Portugal). *N. Jb. Min. Mh.*, 1, 17-21.
- Le Guen M., Orgeval J.-J., Lancelot J. (1991), Lead isotope behaviour in a polyphased Pb-Zn ore deposit : Les Malines (Cévennes, France). *Mineral. Deposita*, 26, 180-188.
- Lemoine M. (1984) : La marge occidentale de la Thetys ligure. In *Les marges continentales actuelles et fossiles autour de la France*, Masson, Paris, 155-248.
- Lewis C.L.E., Green P.F., Carter A., Hurford A.J. (1992) : Elevated K/T palaeotemperatures throughout Northwest England : three kilometres of Tertiary erosion ? *Earth Planet. Sci. Lett.*, 112, 131-145.
- Lipin B.R., Mc Kay G.A. eds (1989) : Geochemistry and mineralogy of rare earth elements. *Mineralogical Society of America - Reviews in Mineralogy*, 21.
- Lucazeau F., Vasseur G., Bayer R. (1984) : Interpretation of heat flow data in the french massif central. *Tectonophysics*, 103, 99-119.
- Lutz T.M., Omar G. (1991) : An inverse method of modeling thermal histories from apatite fission-track data. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 104, 1-2, 181-195.
- Mc Connell D. (1973) : Apatite : its crystal chemistry, mineralogy, utilization and geologic and biologic occurrences. Springer-Verlag, New York, 111p.
- Mc Dowell F.W., Keizer R.P. (1977) : Timing of mid-Tertiary volcanism in the Sierra Madre Occidental between Durango city and Mazatlan, Mexico. *Geol. Soc. Am. Bull.*, 88, 1479-1487.
- Machel H.G. (1983) : Cathodoluminescence in carbonates petrography : some aspects of geochemical interpretation. *Am. Ass. Pet. Geol. Bull.*, 67, 507-508.
- Machel H.G., Mason R.A., Mariano A.N., Mucci A. (1991) : Causes and emission of luminescence in calcite and dolomite. In Barker C.E. & Kopp O.C. (eds), *Luminescence microscopy : quantitative and qualitative aspects*, SEPM, 9-25.
- Mackie P.E., Young R.A. (1973) : Location of Nd dopant in fluorapatite,  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F:Nd}$ . *J. Applied Crystallography*, 6, 26-31.
-

- Mackie P.E., Elliott J.C., Young R.A. (1972) : Monoclinic structure of synthetic  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ , chlorapatite. *Acta crystallographica*, B28, 1840-1948.
- Marfunin A.S. (1979) : Spectroscopy, luminescence and radiation centers in minerals. (traduit par V.V. Schiffer). Springer-Verlag, Berlin, 347p.
- Mariano A.N. (1988) : Some further geological applications of cathodoluminescence. In Marshall D.J. (ed), *Cathodoluminescence of geological materials*. Unwin Hyman, Boston, 94-123.
- Mariano A.N., Ring P.J. (1975) : Europium-activated cathodoluminescence in minerals. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 39, 649-660.
- Marshall D.J. (1988) : *Cathodoluminescence of geological materials*, Unwin Hyman. Boston, 146p.
- Marshall D.J., Kopp O.C. (1996) : The status of the standards program of the Society for Luminescence Microscopy and Spectroscopy (SLMS). *Int. Conf. on cathodoluminescence and related techniques in geosciences and geomaterials*, 2-4 Septembre, Nancy, France, résumé p 97-98.
- Mazères S. (1997) : Mise en oeuvre d'un microspectrofluorimètre pour l'étude de microéchantillons en fluorescence stationnaire et résolue dans le temps. Thèse doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 200p.
- Mégnyen C. *et al.* (1980) : Synthèse géologique du bassin de Paris. *Mém. Bur. Rech. Géol. Min.*, 101, 102 et 103.
- Mehmel M. (1930) : Über die struktur des Apatits. I. *Zeitschrift für Kristallographie*, 75, 323-331.
- Mendez Santizo J., Gauthier-Lafaye F., Liewig N., Clauer N., Weber F. (1991), Existence d'un hydrothermalisme tardif dans le bassin de Lodève (Hérault). Arguments paléothermométriques et géochronologiques. *C. R. Acad. Sc., Paris*, 312, II, 14, 739-745.
- Meyer A. (1990) : Les traces de fission dans l'apatite : étude expérimentale et application à l'histoire thermique de bassins sédimentaires. Thèse doctorat, I.N.P.L., Nancy, 272p.
- Milesi J.-P., Bouchot V., Ledru P. (1997) : Cartographie et métallogénie 3D du Massif Central français. *Chron. Rech. min.*, 528, 3-11.
- Miller D.S., Duddy I.R. (1989) : Early Cretaceous uplift and erosion of the northern Appalachian Basin, New York, based on apatite fission track analysis. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 93, 35-49.
- Monthieux M., Landais P., Monin J.C. (1985) : *Org. Geochem.*, 8, 275.
- Moore M.E., Gleadow A.J.W., Lovering J.F. (1986) : Thermal evolution of rifted continental margins : new evidence from fission tracks in basement apatites from southeastern Australia. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 78, 255-270.
- Mossmann J.R., Clauer N., Liewig N. (1992) : Dating thermal anomalies in sedimentary basins : the diagenetic history of clay minerals in the Triassic sandstones from the Paris basin, France. *Clays Minerals*, 27, 211-226.
- Murray J.R., Oreskes N. (1997) : uses and limitations of cathodoluminescence in the study of apatite paragenesis. *Econ. Geol.*, 92, 368-376.
- Naeser C.W. (1979) : Fission-track dating and geologic annealing of fission tracks. In E. Jäger & J.C. Hunziker (eds), *Lecture in isotope geology*, Springer-Verlag, Heidelberg, 154-169.
- Naeser C.W. (1981) : The fading of fission tracks in the geologic environment - data from deep drill holes. *Nucl. Tracks*, 5, résumé p 248-250.
- Naeser C.W., Faul H. (1969) : Fission track annealing in apatite and sphene. *Journal of Geophysical Research*, 74, 2, 705-710.
-

- Naeser N.D., Naeser C.W., Mc Culloh T.H. (1990) : Thermal history of rocks in Southern San Joaquin Valley, California : evidence from fission-track analysis. *Am. Ass. Petr. Geol. Bull.*, 74, 1, 13-29.
- Najoui K., Rainaud Ch., Leyreloup A., Monié P., Maluski H. (1996) : conditions et âges de mise en place des granitoïdes du sud du Massif Central français. 16<sup>e</sup> Réunion des Sciences de la Terre, Orléans, 10-12 Avril, résumé p57.
- Naray-Szabo S. (1930) : The structure of apatite  $(\text{CaF})\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_3$ . *Zeitschrift für Kristallographie*, 75, 387-398.
- Orgeval J.-J., Caron C., Lancelot J., Omenetto P. (1997) : Facteurs géodynamiques et isotopiques pour la recherche de concentrations de métaux de base et précieux : exemples des Cévennes (France) et Sardaigne (Italie). *Chron. Rech. min.*, 527, 27-41.
- O'Sullivan P.B., Parrish R.R. (1995) : The importance of apatite composition and single-grain ages when interpreting fission track data from plutonic rocks : a case study from the Coast Ranges, British Columbia. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 132, 213-224.
- Oudin J.-L. (1984) : Thermal maturation indices in organic geochemistry. In Durand (eds), *Thermal phenomena in sedimentary basins*, Paris, Technip, 117-125.
- Pagel M., Bonifas B., Braun J.-J., France-Lanord C. (1993) : A thermal history of the Lodève basin (Hérault, France) and its associated uranium mineralizations. EUG VII, Strasbourg, France, 4-8 Avril, Abstracts supplement 1, Terra Nova, 5, p 648.
- Pagel M., J.-J. Braun, J.R. Disnar, L. Martinez, C. Renac, G. Vasseur (1997), Thermal history constraints from combined organic matter, clay minerals, fluid inclusions, apatite fission tracks and stable isotopes studies at the Ardeche palaeomargin (BA1 drill hole, GPF program). *J. Sedim. Petrol.*, 67, 1, 235-245.
- Paul T.A., Fitzgerald P.G. (1992) : Transmission electron microscopic investigation of fission tracks in fluorapatite. *Am. Mineral.*, 77, 336-344.
- Perrin J. (1993) : Données physiques indirectes. In Sureau J.F. (eds), *Forages scientifiques de l'Ardèche : forage de Morte Mérie 1 - Rapport d'exécution et données préliminaires*. Doc. B.R.G.M., 229, 87-107.
- Petelet E., Luck J.-M., Ben Othman D., Negrel P. (1998) : Géochimie et dynamique des masses d'eau : le bassin versant de l'Hérault. 17<sup>e</sup> Réunion des Sciences de la Terre, Brest, 31 Mars - 3 Avril, résumé p 174.
- Portnov A.M., Gorobets B.S. (1969) : Luminescence of apatite from different rock types. *Dokl. Akad. Nauk. SSSR*, 184, 110-113.
- Press W.H., Flannery B.P., Teukolsky S.A., Vetterling W.T. (1986) : *Numerical recipes*, Cambridge University Press.
- Rakovan J., Reeder R.J. (1994) : Differential incorporation of trace elements and dissymmetrization in apatite : The role of surface structure during growth. *Am. Mineral.*, 79, 892-903.
- Ramboz C., Charef A. (1988), Temperature, burial history and paleogeography of the Les Malines Pb-Zn deposit : reconstruction from aqueous inclusions in barite, *Econ. Geol.*, 83, 784-800.
- Ramseyer K., Fischer J., Matter A., Eberhard P., Geiss J. (1989) : A cathodoluminescence microscope for low intensity luminescence. *J. Sedim. Petrol.*, 59, 619-622.
-

- Ravenhurst C.E., Roden M.K., Willet S.D., Miller D.S. (1993) : Dependence of fission track annealing on apatite crystal chemistry. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 21, 4, résumé p622.
- Reed S.J.B. (1986) : Ion microprobe determination of rare earth elements in accessory minerals. *Mineral. Mag.*, 50, 3-15.
- Reeder R.J., Paquette J. (1989) : Sector zoning in natural and synthetic calcites. *Sediment. Geol.*, 65, 239-247.
- Remond G., Cesbron F., Chapoulié R., Ohnenstetter D., Roques-Carmes C., Schvoerer M. (1992) : Cathodoluminescence applied to the microcharacterization of mineral materials : a present status in experimentation and interpretation. *Scanning Microscopy*, 6, 1, 23-68.
- Renac C., Meunier A. (1995) : Reconstruction of palaeothermal conditions in a passive margin using illite-smectite mixed-layer series (BA 1 scientific deep drill-hole, Ardèche, France). *Clay Minerals*, 30, 107-118.
- Respaut J.-P., Cathelineau M., Lancelot J.R. (1991) : Multistage evolution of the Pierres-Plantées uranium ore deposit (Margeride, France) : evidence from mineralogy and U-Pb systematics. *Eur. J. Mineral.*, 3, 85-103.
- Roeder P.L., MacArthur D., Ma X.P., Palmer G.R., Mariano A.N. (1987) : Cathodoluminescence and microprobe study of rare earth elements in apatite. *Am. Mineral.*, 72, 801-811.
- Rohrman M., Van Der Beek P., Andriessen P. (1994) : Syn-rift thermal structure and post-rift evolution of the Oslo Rift (southeast Norway) : new constraints from fission track thermochronology. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 127, 39-54.
- Rønsbo J.G. (1989) : Coupled substitutions involving REEs and Na and Si in apatites in alkaline rocks from the Ilimaussaq intrusion, South Greenland, and the petrological implications. *Am. Mineral.*, 74, 896-901.
- Roure F., Brun J.-P., Coletta B., Van Den Driessche J. (1992) : Geometry and kinematics of extensional structures in the Alpine Foreland Basin of southeastern France. *J. Struct. Geol.*, 14, 5, 503-519.
- Sabouraud C., Macquar J.-C., Rouvier H. (1980) : Les inclusions fluides, témoins et faux-témoins des conditions de dépôt. Quelques exemples pris dans les minéralisations de Pb, Zn, Ba, F du Sud du Massif Central français. *Mineral. Deposita*, 15, 211-230.
- Sébrier M., Bellier O., Peulvast J.-P., Vergély P. (1998) : Commentaires à la note de Robin Lacassin *et al.* : Signature morphologique de l'activité de la faille des Cévennes (Languedoc, France). *C. R. Acad. Sci.*, 327, 855-859.
- Shannon R.D. (1976) : Revised effective ionic radii and systematic studies of interatomic distances in halides and chalcogenides. *Acta crystallographica*, A, 32, 751-767.
- Siddall R., Carter A., Hurford A.J. (1996) : Doming, denudation and the Tertiary evolution of the Massif Central, France. 8<sup>th</sup> international workshop on fission-track dating, Ghent, Belgique, 26-30 Août, résumé p 105.
- Silk E.C.H., Barnes R.S. (1959) : Examination of fission fragment track with an electron microscope. *Philos. Mag.*, 4, 970-972.
- Simon K., Hoefs J. (1998) : Large fossil hydrothermal systems in Variscan granites and pre-Variscan gneisses of the Schwarzwald. Goldschmidt conference, Toulouse, 30 Août - 3 Septembre, *Mineral. Mag.*, 62A, résumé p 1405-1406.
- Singh S., Singh D., Sandhu A.S., Singh G., Virk H.S. (1986) : a study of track etch anisotropy in apatite. *Nucl. Tracks*, 12, 1-6, 927-930.
-

- Steiger R.H., Jäger E. (1977) : Subcommission on geochronology : convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology. *Eart Planet. Sci. Lett.*, 36, 359-362.
- Steinberg M., Giot D., Degouy M., Elmi S., Fritz B., Jeannette D., Millon R., Perrin J., Roure F., Sureau J.-F. (1991) : Interactions fluides-roches sur une paléomarge distensive. Résultats préliminaires du forage Balazuc-1 (Ardèche). Programme Géologie Profonde de la France. C. R. Acad. Sci., Paris, 313, II, 1463-1469.
- Steven T.A., Mehnert H.H., Obradovich J.D. (1967) : Age of volcanic activity in the San Juan Mountains, Colorado. U. S. Geol. Surv. Prof. Papers, 575-D, D47-D55.
- Stormer J.C., Pierson M.L., Tacker R.C. (1993) : Variation of F and Cl X-ray intensity due to anisotropic diffusion in apatite during electron microprobe analysis. *Am. Mineral.*, 78, 641-648.
- Stüwe K., White L., Brown R. (1994) : The influence of eroding topography on steady-state isotherms. Application to fission track analysis. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 124, 63-74.
- Sudarsanan K., Mackie P.E., Young R.A. (1972) : Comparison of synthetic and mineral fluorapatite,  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ , in crystallographic detail. *Materials Res. Bull.*, 7, 1331-1338.
- Tarashchan A.N., Waychunas G. (1995) : Interpretation of luminescence spectra in terms of band theory and crystal field theory, sensitization and quenching. Photoluminescence, radioluminescence and cathodoluminescence. In *Advanced mineralogy 2. Methods and instrumentation - Results and recent developments*, Springer-Verlag, Berlin, 136-147.
- Thiel K., Bradley J.P., Spöhr R. (1988) : on the nature of latent nuclear tracks in cosmic dust particles. *Nucl. Tracks Radiat. Meas.*, 15, 1-4, 685-688.
- Thompson L.C. (1979) : Complexes. In Gschneider K.A. & Eyring L. (eds), *Handbook on the physics and chemistry of the rare earths*, Elsevier Science Publishers, North Holland Physics Pub. Div., Amsterdam, 4, 209-295.
- Tissot B.P., Pelet R., Ungerer Ph. (1987) : Thermal history of sedimentary basins, maturation indices, and kinetics of oil and gas generation. *Am. Ass. Petr. Geol. Bull.*, 71, 2, 1445-1466. .
- Townsend P.D., Rowlands A.P. (1999) : Information encoded in cathodoluminescence emission spectra. In Pagel M. (ed), *Cathodoluminescence in Geoscience*, Springer-Verlag, sous presse.
- Urusov V.S., Khudolozhkin V.O. (1974) : An energy analysis of cation ordering in apatite. *Geochem. Int.*, 10, 1509-1515.
- Van den Haute P. (1986) : Apatite fission-track dating applied to precambrian terranes. *Chem. Geol.*, 57, 155-165.
- Van den Haute P., Jonckheere R., De Corte F. (1988) : Thermal neutron fluence determination for fission-track dating with metal activation monitors : a re-investigation. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 73, 233-244.
- Vialette & Sabourdy (1977) : Age du granite de l'Aigoual dans le Massif des Cévennes (France). *C. R. somm. Soc. géol. Fr.*, 3, 130-132.
- Vrolijk P., Donelick R.A., Queng J., Cloos M. (1992) : Testing models of fission track annealing in apatite in a simple thermal setting : site 800, leg 129. In *Proceedings of the Ocean Drilling Program, Scientific Results*, 129, 169-176.
- Wagner G.A. (1988) : Apatite fission-track geochrono-thermometer to 60°C : projected length studies. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 72, 145-153.
-

- Wagner G.A., Reimer G.M. (1972) : Fission track tectonics : the tectonic interpretation of fission track apatite ages. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 14, 263-268.
- Wagner G.A., Reimer G.M., Jäger E. (1977) : the cooling ages derived by apatite fission track , mica Rb-Sr, and K-Ar dating : the uplift and cooling history of the central Alps. Institut of Geology and Mineralogy, University of Padova, Mem., 30, 27p.
- Wagner G.A., Hejl E. (1991) : Apatite fission-track age-spectrum based on projected track-length analysis. *Chem. Geol. (Isot. Geosci. Sect.)*, 87, 1-9.
- Wagner G.A., Van den Haute P. (1992) : Fission Track Dating. Solid Earth Sciences library, Vol 6, Kluwer Academic Publishers, 285p.
- Wagner G.A., *et al.* (1997) : Post-Variscan thermal and tectonic evolution of the KTB site and its surroundings. *J. Geophys. Res.*, 102, B8, 18221-18232.
- Walgenwitz F., Pagel M., Meyer A., Maluski H., Monié P. (1990) : Thermochronological approach to reservoir diagenesis in the offshore Angola basin : a fluid inclusion,  $^{40}\text{Ar}$ - $^{39}\text{Ar}$  and K-Ar investigation. *Am. Ass. Petr. Geol. Bull.*, 74, 547-563.
- Walgenwitz F., Worden R. (1993) : decoupling of geothermal histories in the Paris basin? EUG VII, Strasbourg, 4-8 Avril 1993, Abstract Supplement 1, Terra Nova, 5, résumé p 659.
- Watson E.B., Harrison T.M., Ryerson F.J. (1985) : Diffusion of Sm, Sr and Pb in fluorapatite. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 49, 1813-1823.
- Willett S.D. (1997), Inverse modeling of annealing of fission tracks in apatite 1 : a controlled random search method. *Am. J. Sci.*, 297, 939-969.
- Young E.J., Myers A.T., Munson E.L., Conklin N.M. (1969) : Mineralogy and geochemistry of fluorapatite from Cerro de Mercado, Durango, Mexico. U.S. Geol. Survey Prof. Paper, 650-D, D84-D93.
-



---

*ANNEXES*

---

the 1990s, the number of people in the world who are under 15 years of age is expected to increase from 1.1 billion to 1.5 billion.

As a result of the demographic changes, the number of people in the world who are 65 years of age and older is expected to increase from 200 million in 1990 to 500 million in 2025.

The number of people in the world who are 75 years of age and older is expected to increase from 50 million in 1990 to 150 million in 2025.

The number of people in the world who are 85 years of age and older is expected to increase from 10 million in 1990 to 40 million in 2025.

The number of people in the world who are 95 years of age and older is expected to increase from 1 million in 1990 to 5 million in 2025.

The number of people in the world who are 100 years of age and older is expected to increase from 100,000 in 1990 to 1 million in 2025.

The number of people in the world who are 105 years of age and older is expected to increase from 10,000 in 1990 to 100,000 in 2025.

The number of people in the world who are 110 years of age and older is expected to increase from 1,000 in 1990 to 10,000 in 2025.

The number of people in the world who are 115 years of age and older is expected to increase from 100 in 1990 to 1,000 in 2025.

The number of people in the world who are 120 years of age and older is expected to increase from 10 in 1990 to 100 in 2025.

The number of people in the world who are 125 years of age and older is expected to increase from 1 in 1990 to 10 in 2025.

The number of people in the world who are 130 years of age and older is expected to increase from 0 in 1990 to 1 in 2025.

The number of people in the world who are 135 years of age and older is expected to increase from 0 in 1990 to 1 in 2025.

The number of people in the world who are 140 years of age and older is expected to increase from 0 in 1990 to 1 in 2025.

The number of people in the world who are 145 years of age and older is expected to increase from 0 in 1990 to 1 in 2025.

The number of people in the world who are 150 years of age and older is expected to increase from 0 in 1990 to 1 in 2025.

The number of people in the world who are 155 years of age and older is expected to increase from 0 in 1990 to 1 in 2025.

The number of people in the world who are 160 years of age and older is expected to increase from 0 in 1990 to 1 in 2025.

---

## ANNEXES

---

- Annexe I : détermination du facteur zêta** p. 329  
Feuilles de calcul du facteur zêta pour les standards Durango, Fish Canyon et Mont Dromedary pour les différentes irradiations réalisées.
- Annexe II : datation par les traces de fission** p. 345  
Feuilles de calcul de l'âge et représentation radiale pour les échantillons du bassin de Paris, de la Mer du Nord et de la bordure sud-est du Massif Central.
- Annexe III : analyse à la microsonde électronique** p. 387  
Tableaux des résultats pour les échantillons du Bassin de Paris, de mer du Nord, de la bordure sud-est du Massif Central et des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.
- Annexe IV : analyse à la microsonde ionique** p. 397  
Tableaux des résultats pour les échantillons du Bassin de Paris, de mer du Nord, de la bordure sud-est du Massif Central et des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.
- Annexe V : décomposition des spectres de cathodoluminescence** p. 405  
Présentation des résultats de la décomposition en gaussiennes des spectres de CL pour les échantillons du bassin de Paris, de Mer du Nord et des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable et à caractéristiques chimiques et de recuit connues.
- Annexe VI : spectres d'émission de photoluminescence en temps résolu** p. 449  
Présentation des spectres d'émission pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable et à caractéristiques chimiques et de recuit connues.
- Annexe VII : résultats de la modélisation de l'histoire thermique par Monte Trax pour les échantillons de la bordure sud-est du Massif Central** p. 463
-



# ANNEXE I

## DETERMINATION DU FACTEUR $\zeta$

Feuilles de calcul du facteur zêta ( $\zeta$ ) pour les standards Durango, Fish Canyon et Mont Dromedary pour les différentes irradiations

---

### Echantillon standard Durango d1

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 13/07/94

Temps : 250 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	11f	100	12	56	0,21	399,8	± 127,4	13,4	0,15	54,6	0,04
2	11b	100	41	166	0,25	346,8	± 60,9	40,8	0	166	0
3	11ab	100	37	165	0,22	382,0	± 69,9	39,8	0,2	162	0,05
4	11c	70	23	92	0,25	342,6	± 80,2	22,7	0,01	92,3	0
5	9b	100	33	145	0,23	376,4	± 73,0	35,1	0,12	143	0,03
6	8d	60	19	97	0,20	437,3	± 110,0	22,9	0,65	93,1	0,16
7	8c	90	42	141	0,30	287,6	± 50,9	36	0,98	147	0,24
8	7e	100	23	115	0,20	428,3	± 98,2	27,2	0,64	111	0,16
9	7f	100	34	122	0,28	307,4	± 59,9	30,7	0,35	125	0,09
10	6a	100	30	119	0,25	339,8	± 69,7	29,4	0,01	120	0
11	6d	60	20	85	0,24	364,1	± 90,8	20,7	0,02	84,3	0,01
12	5e	100	34	132	0,26	332,6	± 64,3	32,7	0,05	133	0,01
13	11ah	100	33	146	0,23	379,0	± 73,4	35,3	0,14	144	0,04
14	9dh	100	35	138	0,25	337,8	± 64,3	34,1	0,02	139	0,01
15	9db	100	42	148	0,28	301,9	± 53,1	37,4	0,56	153	0,14
			458	1867	0,24			3,91			0,96

$$N_d = 8233 \pm 91$$

$$\rho_d = 7,349 \pm 0,08$$

$$\text{Age} = 31,4 \pm 0,5$$

$$\text{zéta moyen} = 352,62 \pm 43,75$$

$$\text{zéta groupé} = 349,20 \pm 18,61$$

$$\chi^2 = 4,9$$

$$\text{ddl} = 14$$

$$P(\chi^2) > 90\%$$

# Echantillon standard Fish Canyon f1

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 13/07/94

Temps : 250 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	1a	100	24	115	0,21	364,6	± 82,4	27,3	0,4	112	0,1
2	2a	80	25	73	0,34	222,2	± 51,8	19,2	1,73	78,8	0,42
3	2c	50	17	47	0,36	210,4	± 59,8	12,6	1,57	51,4	0,38
4	4h	50	12	42	0,29	266,3	± 87,5	10,6	0,19	43,4	0,05
5	5d		18	79	0,23	334,0	± 87,7	19	0,06	78	0,01
6	6c	100	21	102	0,21	369,6	± 89,1	24,1	0,41	98,9	0,1
7	6g		25	83	0,30	252,6	± 58,0	21,2	0,68	86,8	0,17
8	6i		25	96	0,26	292,2	± 66,1	23,8	0,07	97,2	0,02
9	7d	60	14	45	0,31	244,6	± 75,1	11,6	0,51	47,4	0,12
10	7e	80	11	59	0,19	408,1	± 134,5	13,7	0,55	56,3	0,13
11	7f	100	25	79	0,32	240,5	± 55,6	20,4	1,03	83,6	0,25
12	7h	63	19	97	0,20	388,5	± 98,0	22,8	0,62	93,2	0,15
13	7i	64	13	46	0,28	269,3	± 84,9	11,6	0,17	47,4	0,04
14	8h	49	18	73	0,25	308,6	± 81,7	17,9	0	73,1	0
15	8i	100	33	118	0,28	272,1	± 54,1	29,6	0,38	121	0,09
16	9d	60	14	85	0,16	462,0	± 133,9	19,4	1,52	79,6	0,37
17	9i	100	23	111	0,21	367,2	± 84,7	26,3	0,41	108	0,1
18	10h	60	15	83	0,18	421,0	± 118,7	19,2	0,93	78,8	0,23
19	10g	80	20	73	0,27	277,7	± 70,5	18,3	0,17	74,7	0,04
20	8e	50	16	74	0,22	351,9	± 97,5	17,7	0,16	72,3	0,04
21	8f	80	29	105	0,28	275,5	± 58,3	26,3	0,28	108	0,07
22	8g		14	71	0,20	385,9	± 113,3	16,7	0,43	68,3	0,11
23	10e	60	13	62	0,21	362,9	± 111,1	14,7	0,2	60,3	0,05
			444	1818	0,25			12,5		3,04	

N<sub>d</sub> = 8233 ± 91

ρ<sub>d</sub> = 7,349 ± 0,08

Age = 27,9 ± 0,7

zéta moyen = 305,0 ± 69,9

zéta groupé = 311,6 ± 16,8

χ<sup>2</sup> = 15,5

ddl = 22

P(χ<sup>2</sup>) > 50%

## Echantillon standard Durango CD1

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 10/09/94

Temps : 250 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	100	28	90	0,31	424,8	± 92,3	29,9	0,13	88,1	0,04
2	a3	100	23	85	0,27	488,5	± 115,2	27,4	0,71	80,6	0,24
3	a4	100	22	81	0,27	486,6	± 117,3	26,1	0,66	76,9	0,22
4	a6	100	26	94	0,28	477,8	± 106,3	30,5	0,65	89,5	0,22
5	b3	100	23	79	0,29	454,0	± 107,9	25,9	0,32	76,1	0,11
6	b4	100	30	95	0,32	418,5	± 88,0	31,7	0,09	93,3	0,03
7	b7	100	19	53	0,36	368,7	± 98,8	18,3	0,03	53,7	0,01
8	c1	100	24	83	0,29	457,1	± 106,3	27,2	0,37	79,8	0,12
9	c3	100	47	81	0,58	227,8	± 42,0	32,5	6,49	95,5	2,21
10	c5	100	33	66	0,50	264,3	± 56,6	25,1	2,47	73,9	0,84
11	c7	100	39	81	0,48	274,5	± 53,7	30,5	2,4	89,5	0,82
12	d1	100	23	87	0,26	500,0	± 117,6	27,9	0,87	82,1	0,29
13	d2	100	29	89	0,33	405,6	± 87,1	29,9	0,03	88,1	0,01
14	d3	100	30	97	0,31	427,4	± 89,6	32,2	0,15	94,8	0,05
15	d5	100	33	93	0,35	372,5	± 75,8	32	0,03	94	0,01
16	e2	100	29	65	0,45	296,2	± 66,4	23,9	1,11	70,1	0,38
17	e3	100	20	67	0,30	442,8	± 113,1	22,1	0,2	64,9	0,07
18	e5	100	33	94	0,35	376,5	± 76,5	32,2	0,02	94,8	0,01
19	e7	100	30	82	0,37	361,3	± 77,4	28,4	0,09	83,6	0,03
20	f1	100	40	101	0,40	333,7	± 62,7	35,8	0,5	105	0,17
21	f3	100	32	83	0,39	342,8	± 71,6	29,2	0,27	85,8	0,09
22	f4	100	22	68	0,32	408,5	± 100,5	22,8	0,03	67,2	0,01
23	f5	100	24	86	0,28	473,6	± 109,7	27,9	0,55	82,1	0,19
24	g1	100	26	89	0,29	452,4	± 101,2	29,2	0,35	85,8	0,12
25	g3	100	22	72	0,31	432,6	± 105,7	23,9	0,14	70,1	0,05
26	g4	100	26	70	0,37	355,8	± 82,0	24,4	0,11	71,6	0,04
27	g5	100	17	58	0,29	450,9	± 124,7	19	0,22	56	0,07
28	g7	100	24	87	0,28	479,1	± 110,8	28,2	0,62	82,8	0,21
			774	2276	0,34			19,6		6,66	

$$N_d = 10758 \pm 104$$

$$\rho_d = 4,763 \pm 0,05$$

$$\text{Age} = 31,4 \pm 0,5$$

$$\text{zéta moyen} = 386,1 \pm 73,8$$

$$\text{zéta groupé} = 388,7 \pm 16,6$$

$$\chi^2 = 26,2$$

$$\text{ddl} = 27$$

$$P(\chi^2) > 50\%$$

# Echantillon standard Fish Canyon

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 10/09/94

Temps : 250 sec

grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	b1	72	14	49	0,29	410,9	± 125,0	15,5	0,15	47,5	0,05
2	c1	60	19	53	0,36	327,5	± 88,0	17,7	0,09	54,3	0,03
3	d1	80	19	85	0,22	525,2	± 134,0	25,6	1,71	78,4	0,56
4	e1	60	23	68	0,34	347,1	± 84,2	22,4	0,02	68,6	0
5	f1	80	25	90	0,28	422,7	± 96,2	28,3	0,39	86,7	0,13
6	g2	54	17	67	0,25	462,7	± 126,3	20,7	0,66	63,3	0,22
7	f2	80	27	84	0,32	365,3	± 81,4	27,3	0	83,7	0
8	b2	60	23	72	0,32	367,5	± 88,6	23,4	0,01	71,6	0
9	a2	70	25	64	0,39	300,6	± 71,3	21,9	0,43	67,1	0,14
10	a3	80	31	102	0,30	386,3	± 79,9	32,8	0,1	100	0,03
11	c3	60	18	63	0,29	410,9	± 110,4	20	0,19	61	0,06
12	d3	50	21	52	0,40	290,7	± 75,6	18	0,51	55	0,17
13	f3	50	19	45	0,42	278,1	± 76,4	15,8	0,66	48,2	0,22
14	f4	70	23	69	0,33	352,2	± 85,3	22,7	0	69,3	0
15	e4	80	26	61	0,43	275,5	± 64,9	21,4	0,97	65,6	0,32
16	d4	80	37	107	0,35	339,5	± 65,4	35,5	0,07	109	0,02
17	b4	100	28	100	0,28	419,3	± 90,4	31,5	0,4	96,5	0,13
18	a5	50	18	42	0,43	273,9	± 77,5	14,8	0,7	45,2	0,23
19	d5	70	30	83	0,36	324,8	± 69,7	27,8	0,17	85,2	0,05
20	e5	100	28	92	0,30	385,8	± 83,9	29,6	0,08	90,4	0,03
21	f5	72	25	62	0,40	291,2	± 69,4	21,4	0,59	65,6	0,19
22	g5	100	33	114	0,29	405,6	± 80,9	36,2	0,29	111	0,09
23	e6	60	23	58	0,40	296,1	± 73,4	20	0,46	61	0,15
24	d6	50	16	57	0,28	418,3	± 118,9	18	0,22	55	0,07
25	a7	80	13	55	0,24	496,7	± 153,8	16,8	0,84	51,2	0,27
26	c7	70	23	54	0,43	275,7	± 69,0	19	0,86	58	0,28
27	d7	49	14	45	0,31	377,4	± 115,9	14,5	0,02	44,5	0,01
28	e7	32	9	25	0,36	326,1	± 127,1	8,38	0,05	25,6	0,02
			627	1918	0,33			10,6		3,47	

$$N_d = 10758 \pm 104$$

$$\rho_d = 4,763 \pm 0,05$$

$$\text{Age} = 27,9 \pm 0,7$$

$$\text{zéta moyen} = 350,9 \pm 68,3$$

$$\text{zéta groupé} = 359,1 \pm 16,9$$

$$\chi^2 = 14,1$$

$$\text{ddl} = 27$$

$$P(\chi^2) > 90\%$$

# Echantillon standard Fish Canyon f1

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 07/07/95

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	e1	100	41	87	0,47	236,8	± 45,3	31,4	2,9	96,6	0,95
2	f1	100	19	64	0,30	376,0	± 98,8	20,4	0,09	62,6	0,03
3	g1	100	23	74	0,31	359,1	± 86,3	23,8	0,03	73,2	0,01
4	h2	90	28	88	0,32	350,8	± 76,7	28,5	0,01	87,5	0
5	g2	100	32	119	0,27	415,1	± 83,4	37,1	0,7	114	0,23
6	f2	50	20	52	0,38	290,2	± 76,8	17,7	0,3	54,3	0,1
7	d2	80	24	103	0,23	479,0	± 109,4	31,2	1,66	95,8	0,54
8	b2	100	21	77	0,27	409,3	± 101,4	24,1	0,39	73,9	0,13
9	c3	81	23	58	0,40	281,5	± 69,8	19,9	0,48	61,1	0,16
10	f3	70	19	79	0,24	464,1	± 119,3	24,1	1,07	73,9	0,35
11	h3	100	30	110	0,27	409,3	± 85,0	34,4	0,56	106	0,18
12	g4	100	35	102	0,34	325,3	± 64,3	33,7	0,05	103	0,02
13	c4	70	26	74	0,35	317,7	± 72,9	24,6	0,08	75,4	0,03
14	b4	100	22	54	0,41	274,0	± 69,7	18,7	0,59	57,3	0,19
15	f5	100	43	118	0,36	306,3	± 55,2	39,6	0,3	121	0,1
16	g5	100	19	92	0,21	540,5	± 137,0	27,3	2,51	83,7	0,82
17	h5	50	16	49	0,33	341,8	± 98,9	16	0	49	0
18	g6	100	37	109	0,34	328,8	± 63,2	35,9	0,04	110	0,01
19	f6	60	11	52	0,21	527,7	± 175,7	15,5	1,29	47,5	0,42
20	d6	80	26	81	0,32	347,7	± 79,0	26,3	0	80,7	0
21	b6	100	16	58	0,28	404,6	± 114,8	18,2	0,26	55,8	0,09
22	d7	80	26	70	0,37	300,5	± 69,5	23,6	0,25	72,4	0,08
23	h7	100	47	95	0,49	225,6	± 40,7	34,9	4,21	107	1,37
24	f7	60	19	48	0,40	282,0	± 76,8	16,5	0,39	50,5	0,13
			623	1913	0,33			18,2		5,92	

$$N_d = 8233 \pm 91$$

$$\rho_d = 5,010 \pm 0,06$$

$$\text{Age} = 27,9 \pm 0,7$$

$$\text{zéta moyen} = 340,2 \pm 84,6$$

$$\text{zéta groupé} = 342,7 \pm 16,3$$

$$\chi^2 = 24,1$$

$$\text{ddl} = 23$$

$$P(\chi^2) > 30\%$$

## Echantillon standard Mont Dromedary dr2

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 07/07/95

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	b1	50	79	77	1,03	387,0	± 62,2	76,7	0,07	79,3	0,07
2	c1	60	47	68	0,69	574,4	± 109,2	56,5	1,6	58,5	1,55
3	d1	54	85	103	0,83	481,1	± 70,8	92,4	0,59	95,6	0,57
4	c2	60	48	37	1,30	306,1	± 67,1	41,8	0,93	43,2	0,9
5	d2	100	122	96	1,27	312,4	± 42,8	107	2,07	111	2
6	f2	30	47	62	0,76	523,8	± 101,5	53,6	0,8	55,4	0,78
7	c3	60	92	96	0,96	414,3	± 60,7	92,4	0	95,6	0
8	e3	60	83	99	0,84	473,6	± 70,7	89,4	0,46	92,6	0,45
9	f4	28	41	56	0,73	542,3	± 111,7	47,7	0,93	49,3	0,9
10	e4	40	47	49	0,96	413,9	± 84,7	47,2	0	48,8	0
11	b4	28	33	31	1,06	373,0	± 93,4	31,4	0,08	32,6	0,07
12	a4	70	83	93	0,89	444,9	± 67,4	86,5	0,14	89,5	0,14
13	a5	63	89	76	1,17	339,0	± 53,1	81,1	0,77	83,9	0,75
14	c5	50	55	65	0,85	469,2	± 86,2	59	0,27	61	0,26
15	d5	54	83	89	0,93	425,7	± 65,2	84,5	0,03	87,5	0,03
16	e5	60	96	72	1,33	297,8	± 46,6	82,6	2,19	85,4	2,12
17	b6	50	72	54	1,33	297,8	± 53,7	61,9	1,64	64,1	1,59
18	c6	63	65	65	1,00	397,0	± 69,8	63,9	0,02	66,1	0,02
19	e6	80	124	154	0,81	493,1	± 59,8	137	1,16	141	1,12
20	e7	60	52	42	1,24	320,7	± 66,7	46,2	0,73	47,8	0,71
21	d7	50	44	46	0,96	415,1	± 87,7	44,2	0	45,8	0
22	b7	70	96	90	1,07	372,2	± 54,8	91,4	0,23	94,6	0,22
23	f8	50	76	83	0,92	433,6	± 69,1	78,1	0,06	80,9	0,06
24	b9	63	69	61	1,13	351,0	± 61,8	63,9	0,41	66,1	0,4
25	c10	56	70	97	0,72	550,2	± 86,6	82,1	1,77	84,9	1,71
			1798	1861	0,99			17		16,4	

N<sub>d</sub> = 8233 ± 91  
 ρ<sub>d</sub> = 5,01 ± 0,06  
 Age = 98,7 ± 0,6

zéta moyen = 400,8 ± 82,5

zéta groupé = 411,0 ± 14,3

χ<sup>2</sup> = 33,4

ddl = 24

P(χ<sup>2</sup>) > 5%

## Echantillon standard Durango

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	100	16	74	0,22	519,5	± 143,5	21,31	1,322	68,69	0,41
2	a2	100	21	89	0,24	476,0	± 115,8	26,04	0,976	83,96	0,303
3	a3	100	28	69	0,41	276,8	± 62,2	22,96	1,104	74,04	0,342
4	a4	100	22	68	0,32	347,2	± 85,4	21,31	0,023	68,69	0,007
5	b1	100	20	70	0,29	393,1	± 99,9	21,31	0,08	68,69	0,025
6	b2	100	23	86	0,27	420,0	± 98,8	25,81	0,305	83,19	0,095
7	b4	100	23	80	0,29	390,7	± 92,7	24,39	0,079	78,61	0,024
8	c1	100	36	100	0,36	312,0	± 60,9	32,2	0,449	103,8	0,139
9	c2	100	23	97	0,24	473,7	± 110,2	28,41	1,03	91,59	0,32
10	c6	100	17	78	0,22	515,3	± 138,2	22,49	1,341	72,51	0,416
11	d1	100	22	67	0,33	342,1	± 84,3	21,07	0,041	67,93	0,013
12	d5	100	24	74	0,32	346,3	± 81,6	23,2	0,027	74,8	0,009
13	d7	70	22	73	0,30	372,7	± 90,9	22,49	0,011	72,51	0,003
14	e1	100	18	70	0,26	436,8	± 115,7	20,83	0,385	67,17	0,12
15	e2	100	29	91	0,32	352,4	± 75,4	28,41	0,012	91,59	0,004
16	e3	100	23	84	0,27	410,2	± 96,8	25,33	0,215	81,67	0,067
17	e4	80	20	81	0,25	454,9	± 113,8	23,91	0,64	77,09	0,198
18	e5	100	24	88	0,27	411,8	± 95,1	26,52	0,239	85,48	0,074
19	f1	100	20	73	0,27	410,0	± 103,7	22,02	0,185	70,98	0,057
20	f3	100	43	73	0,59	190,7	± 36,8	27,46	8,79	88,54	2,727
21	f5	81	19	88	0,22	520,2	± 131,9	25,33	1,583	81,67	0,491
22	f6	100	23	77	0,30	376,0	± 89,6	23,67	0,019	76,33	0,006
23	g1	100	30	75	0,40	280,8	± 60,8	24,86	1,063	80,14	0,33
24	g2	100	35	80	0,44	256,7	± 52,2	27,23	2,22	87,77	0,689
25	g3	100	42	105	0,40	280,8	± 51,5	34,8	1,489	112,2	0,462
26	g4	100	29	72	0,40	278,9	± 61,5	23,91	1,083	77,09	0,336
27	g6	100	18	78	0,23	486,7	± 127,5	22,73	0,984	73,27	0,305
			670	2160	0,31			25,69		7,97	

$$N_d = 25120 \pm 158$$

$$\rho_d = 5,605 \pm 0,04$$

$$\text{Age} = 31,4 \pm 0,5$$

$$\text{zéta moyen} = 360,6 \pm 87,9$$

$$\text{zéta groupé} = 362,1 \pm 16,2$$

$$\chi^2 = 33,7$$

$$\text{ddl} = 27$$

$$P(\chi^2) > 10\%$$

## Echantillon standard Fish Canyon

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	b4	50	12	47	0,26	390,8	± 126,8	13,3	0,12	45,7	0,04
2	b5	64	17	61	0,28	358,0	± 98,6	17,6	0,02	60,4	0,01
3	c6	48	12	43	0,28	357,5	± 117,1	12,4	0,01	42,6	0,00
4	c8	100	31	93	0,33	299,3	± 62,6	27,9	0,34	96,1	0,10
5	d1	48	14	56	0,25	399,1	± 119,7	15,8	0,20	54,2	0,06
6	d3	60	13	62	0,21	475,8	± 145,7	16,9	0,89	58,1	0,26
7	d4	90	27	95	0,28	351,0	± 77,1	27,5	0,01	94,5	0,00
8	d7	90	20	96	0,21	478,9	± 118,4	26,1	1,43	89,9	0,42
9	d8	70	17	76	0,22	446,0	± 120,2	20,9	0,74	72,1	0,22
10	e1	42	19	52	0,37	273,1	± 73,5	16,0	0,57	55,0	0,17
11	e2	60	19	75	0,25	393,8	± 101,7	21,2	0,22	72,8	0,06
12	e6	36	14	37	0,38	263,7	± 83,0	11,5	0,55	39,5	0,16
13	e8	80	26	73	0,36	280,1	± 64,4	22,3	0,62	76,7	0,18
14	f3	70	23	55	0,42	238,6	± 59,6	17,6	1,68	60,4	0,49
15	f5	50	13	30	0,43	230,2	± 76,7	9,7	1,14	33,3	0,33
16	f8	100	37	102	0,36	275,0	± 53,3	31,3	1,04	108	0,30
17	g8	70	17	50	0,34	293,4	± 82,7	15,1	0,24	51,9	0,07
18	g6	42	17	57	0,30	334,5	± 92,8	16,7	0,01	57,3	0,00
19	g5	49	13	53	0,25	406,8	± 126,3	14,9	0,23	51,1	0,07
20	g3	100	19	83	0,23	435,8	± 111,4	23,0	0,68	79,0	0,20
21	h3	36	12	42	0,29	349,2	± 114,7	12,2	0,00	41,8	0,00
22	h5	63	17	60	0,28	352,1	± 97,2	17,3	0,01	59,7	0,00
23	h6	42	10	39	0,26	389,1	± 138,3	11,0	0,10	38,0	0,03
24	h8	100	27	98	0,28	362,1	± 79,3	28,1	0,05	96,9	0,01
			446	1535	0,30			10,9		3,17	

$$N_d = 25120 \pm 158$$

$$\rho_d = 5,605 \pm 0,04$$

$$Age = 27,9 \pm 0,7$$

$$\text{zéta moyen} = 337,1 \pm 71,2$$

$$\text{zéta groupé} = 343,4 \pm 18,6$$

$$\chi^2 = 14,1$$

$$ddl = 23$$

$$P(\chi^2) > 90\%$$

## Echantillon standard Durango D2

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a2	100	15	47	0,32	454,8	± 135,1	17,61	0,386	44,39	0,153
2	a3	100	15	49	0,31	474,2	± 140,2	18,18	0,555	45,82	0,22
3	b2	100	21	37	0,57	255,7	± 70,0	16,47	1,245	41,53	0,494
4	b3	100	23	49	0,47	309,2	± 78,3	20,45	0,319	51,55	0,126
5	b5	100	18	48	0,38	387,1	± 107,2	18,74	0,029	47,26	0,012
6	b6	100	14	45	0,31	466,6	± 143,0	16,76	0,453	42,24	0,18
7	c1	100	20	40	0,50	290,3	± 79,7	17,04	0,514	42,96	0,204
8	c2	100	14	37	0,38	383,6	± 120,5	14,48	0,016	36,52	0,006
9	c3	70	16	38	0,42	344,7	± 102,9	15,34	0,029	38,66	0,011
10	c5	100	12	41	0,29	495,9	± 163,0	15,05	0,619	37,95	0,245
11	d1	100	24	49	0,49	296,4	± 74,0	20,73	0,515	52,27	0,204
12	d3	100	15	45	0,33	435,5	± 130,0	17,04	0,244	42,96	0,097
13	d4	100	17	33	0,52	281,8	± 84,3	14,2	0,552	35,8	0,219
14	d6	100	18	44	0,41	354,8	± 99,5	17,61	0,009	44,39	0,003
15	e1	100	22	43	0,51	283,7	± 74,5	18,46	0,679	46,54	0,269
16	e2	100	25	42	0,60	243,9	± 61,7	19,03	1,875	47,97	0,744
17	e5	100	24	44	0,55	266,1	± 67,7	19,31	1,138	48,69	0,451
18	e7	80	12	32	0,38	387,1	± 131,2	12,5	0,02	31,5	0,008
19	f1	100	13	48	0,27	536,0	± 167,8	17,32	1,079	43,68	0,428
20	f3	100	15	45	0,33	435,5	± 130,0	17,04	0,244	42,96	0,097
21	f5	100	10	38	0,26	551,6	± 196,3	13,63	0,968	34,37	0,384
22	g2	100	20	55	0,36	399,2	± 104,5	21,3	0,079	53,7	0,031
23	g3	100	19	52	0,37	397,3	± 106,7	20,16	0,067	50,84	0,027
24	g6	100	22	68	0,32	448,7	± 110,3	25,56	0,496	64,44	0,197
			424	1069	0,40			12,13		4,811	

$$N_d = 26022 \pm 161$$

$$\rho_d = 4,337 \pm 0,03$$

$$\text{Age} = 31,4 \pm 0,5$$

$$\text{z\`eta moyen} = 361,57 \pm 90,5$$

$$\text{z\`eta group\`e} = 366,0 \pm 21,1$$

$$\chi^2 = 16,9$$

$$\text{ddl} = 23$$

$$P(\chi^2) > 50\%$$

## Echantillon standard Fish Canyon FC

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	100	13	44	0,30	436,4	± 138,2	16,3	0,65	40,7	0,26
2	a2	100	19	36	0,53	244,3	± 69,6	15,7	0,70	39,3	0,28
3	a4	100	22	53	0,42	310,6	± 79,2	21,4	0,02	53,6	0,01
4	b2	100	20	45	0,44	290,1	± 78,3	18,5	0,11	46,5	0,05
5	b4	70	21	45	0,47	276,3	± 73,4	18,8	0,25	47,2	0,10
6	b5	70	19	43	0,44	291,8	± 80,7	17,7	0,10	44,3	0,04
7	b7	100	13	33	0,39	327,3	± 107,5	13,1	0,00	32,9	0,00
8	c6	60	9	20	0,45	286,5	± 115,2	8,3	0,06	20,7	0,03
9	c7	100	14	38	0,37	350,0	± 109,8	14,8	0,05	37,2	0,02
10	d1	56	18	25	0,72	179,1	± 55,6	12,3	2,68	30,7	1,07
11	d2	70	11	30	0,37	351,7	± 124,3	11,7	0,04	29,3	0,02
12	d5	100	19	49	0,39	332,5	± 90,3	19,4	0,01	48,6	0,00
13	d6	100	14	28	0,50	257,9	± 84,7	12,0	0,34	30,0	0,14
14	d7	100	13	55	0,24	545,5	± 168,8	19,4	2,11	48,6	0,84
15	e7	100	28	62	0,45	285,5	± 65,4	25,7	0,21	64,3	0,08
16	f2	70	6	24	0,25	515,8	± 235,8	8,6	0,76	21,4	0,31
17	f4	100	21	65	0,32	399,1	± 100,7	24,5	0,51	61,5	0,20
18	g1	90	23	34	0,68	190,6	± 51,7	16,3	2,79	40,7	1,12
19	g2	50	11	41	0,27	480,6	± 163,7	14,8	0,99	37,2	0,40
20	g3	80	15	38	0,39	326,6	± 100,0	15,1	0,00	37,9	0,00
21	g5	70	11	39	0,28	457,1	± 156,5	14,3	0,75	35,7	0,30
22	g7	42	8	25	0,32	402,9	± 164,0	9,4	0,21	23,6	0,08
			348	872	0,41			13,4		5,33	

$$N_d = 26022 \pm 161$$

$$\rho_d = 4,337 \pm 0,03$$

$$\text{Age} = 27,9 \pm 0,7$$

$$\text{zéta moyen} = 315,9 \pm 98,4$$

$$\text{zéta groupé} = 323,1 \pm 20,6$$

$$\chi^2 = 18,7$$

$$\text{ddl} = 21$$

$$P(\chi^2) > 50\%$$

## Echantillon standard Mont Dromedary MD

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	40	34	28	1,21	377,7	± 96,4	33,5	0,01	28,5	0,01
2	a5	54	24	21	1,14	401,3	± 120,0	24,3	0,00	20,7	0,00
3	a6	63	78	52	1,50	305,8	± 54,8	70,3	0,85	59,7	1,00
4	b2	32	17	15	1,13	404,7	± 143,4	17,3	0,00	14,7	0,01
5	b4	30	33	20	1,65	278,0	± 78,8	28,6	0,66	24,4	0,78
6	b6	60	48	39	1,23	372,7	± 80,4	47,0	0,02	40,0	0,02
7	c1	32	27	22	1,23	373,7	± 107,4	26	0,01	23	0,01
8	c5	80	50	47	1,06	431,1	± 87,7	52,4	0,11	44,6	0,13
9	c8	70	42	28	1,50	305,8	± 74,6	37,8	0,46	32,2	0,54
10	d1	60	48	57	0,84	544,7	± 106,8	56,7	1,35	48,3	1,58
11	d5	42	25	24	1,04	440,3	± 125,9	26,5	0,08	22,5	0,10
12	d7	60	91	86	1,06	433,5	± 65,3	95,7	0,23	81,3	0,27
13	d8	35	26	28	0,93	493,9	± 134,6	29,2	0,35	24,8	0,41
14	f3	40	64	38	1,68	272,3	± 55,8	55,1	1,43	46,9	1,68
15	f4	42	29	31	0,94	490,3	± 126,7	32,4	0,36	27,6	0,43
16	f6	30	31	38	0,82	562,2	± 136,2	37,3	1,06	31,7	1,25
17	g1	30	57	53	1,08	426,5	± 81,5	59,4	0,10	50,6	0,12
18	g3	30	29	27	1,07	427,0	± 114,3	30,3	0,05	25,7	0,06
19	g6	70	63	40	1,58	291,2	± 58,9	55,7	0,97	47,3	1,14
20	h2	42	40	28	1,43	321,1	± 79,2	36,7	0,29	31,3	0,34
21	h4	42	40	40	1,00	458,7	± 102,6	43,2	0,24	36,8	0,28
			896	762	1,20			8,64		10,2	

$$N_a = 26022 \pm 161$$

$$\rho_a = 4,337 \pm 0,03$$

$$\text{Age} = 98,7 \pm 0,6$$

$$\text{zéta moyen} = 383,4 \pm 84,2$$

$$\text{zéta groupé} = 390,1 \pm 19,4$$

$$\chi^2 = 18,8$$

$$\text{ddl} = 20$$

$$P(\chi^2) > 50\%$$

### Echantillon standard Durango D3

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	100	14	45	0,31	413,9	± 126,9	16,7	0,44	42,3	0,17
2	a4	100	21	55	0,38	337,2	± 86,7	21,5	0,01	54,5	0,01
3	b1	100	22	50	0,44	292,6	± 75,0	20,4	0,13	51,6	0,05
4	b5	50	13	29	0,45	287,2	± 96,0	11,9	0,10	30,1	0,04
5	c1	100	18	46	0,39	329,1	± 91,7	18,1	0,00	45,9	0,00
6	c3	100	17	51	0,33	386,3	± 108,4	19,3	0,27	48,7	0,11
7	c4	100	20	61	0,33	392,7	± 101,4	22,9	0,38	58,1	0,15
8	d3	100	18	43	0,42	307,6	± 86,5	17,3	0,03	43,7	0,01
9	d5	100	18	43	0,42	307,6	± 86,5	17,3	0,03	43,7	0,01
10	d6	100	20	34	0,59	218,9	± 61,8	15,3	1,45	38,7	0,57
11	e1	100	16	41	0,39	330,0	± 97,4	16,1	0,00	40,9	0,00
12	e3	100	28	60	0,47	275,9	± 63,3	24,9	0,38	63,1	0,15
13	e4	100	14	46	0,30	423,1	± 129,3	17,0	0,53	43,0	0,21
14	e5	100	20	54	0,37	347,7	± 91,2	21,0	0,04	53,0	0,02
15	e6	100	17	45	0,38	340,8	± 97,2	17,6	0,02	44,4	0,01
16	f1	100	20	47	0,43	302,6	± 80,9	19,0	0,05	48,0	0,02
17	f3	60	19	41	0,46	277,9	± 77,3	17,0	0,24	43,0	0,09
18	f5	100	22	48	0,46	280,9	± 72,5	19,8	0,24	50,2	0,09
19	f6	100	17	38	0,45	287,8	± 84,1	15,6	0,13	39,4	0,05
20	f7	100	18	52	0,35	372,0	± 101,9	19,8	0,17	50,2	0,07
21	g1	100	14	56	0,25	515,1	± 154,2	19,8	1,71	50,2	0,68
22	g2	100	23	50	0,46	279,9	± 70,7	20,7	0,26	52,3	0,10
23	g4	100	11	40	0,28	468,2	± 159,6	14,4	0,82	36,6	0,33
24	g7	100	25	52	0,48	267,8	± 65,3	21,8	0,47	55,2	0,18
25	c6	100	19	47	0,40	318,5	± 86,8	18,7	0,00	47,3	0,00
			464	1174	0,40			7,90		3,12	

$$N_d = 29334 \pm 171$$

$$\rho_d = 4,889 \pm 0,03$$

$$\text{Age} = 31,4 \pm 0,5$$

$$\text{z\`eta moyen} = 322,6 \pm 68,2$$

$$\text{z\`eta group\`e} = 325,8 \pm 18,0$$

$$\chi^2 = 11,0$$

$$\text{ddl} = 24$$

$$P(\chi^2) > 90\%$$

### Echantillon standard Fish Canyon FC3

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	64	23	57	0,40	283,5	± 70,4	21,2	0,16	58,8	0,06
2	a7	80	15	48	0,31	366,0	± 108,7	16,7	0,17	46,3	0,06
3	b4	48	15	38	0,39	289,8	± 88,7	14,0	0,07	39,0	0,02
4	c9	72	17	50	0,34	336,4	± 94,8	17,7	0,03	49,3	0,01
5	d8	50	9	34	0,26	432,1	± 162,4	11,4	0,50	31,6	0,18
6	e3	80	16	49	0,33	350,3	± 101,3	17,2	0,08	47,8	0,03
7	e9	60	16	35	0,46	250,2	± 75,8	13,5	0,46	37,5	0,17
8	f1	60	18	43	0,42	273,2	± 77,0	16,1	0,21	44,9	0,08
9	f7	80	28	67	0,42	273,7	± 62,0	25,1	0,33	69,9	0,12
10	f8	70	17	45	0,38	302,8	± 86,5	16,4	0,02	45,6	0,01
11	f9	100	13	55	0,24	483,9	± 149,8	18,0	1,39	50,0	0,50
12	g6	100	23	70	0,33	348,1	± 84,1	24,6	0,11	68,4	0,04
13	g9	90	28	62	0,45	253,3	± 58,0	23,8	0,73	66,2	0,26
14	h1	80	16	43	0,37	307,4	± 90,4	15,6	0,01	43,4	0,00
15	h2	50	18	36	0,50	228,8	± 66,3	14,3	0,96	39,7	0,35
16	i2	70	21	39	0,54	212,4	± 57,8	15,9	1,65	44,1	0,59
17	i3	50	18	53	0,34	336,8	± 92,3	18,8	0,03	52,2	0,01
18	i8	70	20	55	0,36	314,5	± 82,5	19,8	0,00	55,2	0,00
19	j1	70	14	42	0,33	343,1	± 106,3	14,8	0,05	41,2	0,02
20	j7	100	14	60	0,23	490,2	± 146,0	19,6	1,59	54,4	0,57
21	j8	100	17	59	0,29	397,0	± 109,8	20,1	0,48	55,9	0,17
22	j9	80	22	66	0,33	343,1	± 84,9	23,3	0,07	64,7	0,03
			398	1106	0,37			9,11		3,28	

$$N_d = 29334 \pm 171$$

$$\rho_d = 4,889 \pm 0,03$$

$$\text{Age} = 27,9 \pm 0,7$$

$$\text{zéta moyen} = 313,3 \pm 73,9$$

$$\text{zéta groupé} = 317,9 \pm 18,7$$

$$\chi^2 = 12,4$$

$$\text{ddl} = 21$$

$$P(\chi^2) > 90\%$$

### Echantillon standard Mont Dromedary MD3

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

	grain	aire	N <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	ζ	± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	60	65	71	0,92	444,4	± 76,4	68,4	0,17	67,6	0,17
2	a2	90	23	27	0,85	477,6	± 135,6	25,2	0,18	24,8	0,19
3	a4	100	34	31	1,10	371,0	± 92,2	32,7	0,05	32,3	0,05
4	b2	60	63	54	1,17	348,7	± 64,7	58,9	0,29	58,1	0,30
5	b3	70	63	56	1,13	361,7	± 66,5	59,9	0,16	59,1	0,17
6	c1	35	31	36	0,86	472,5	± 115,8	33,7	0,22	33,3	0,22
7	c2	80	118	119	0,99	410,3	± 53,4	119	0,01	118	0,01
8	c5	60	99	97	1,02	398,7	± 57,1	98,6	0,00	97,4	0,00
9	d4	42	46	34	1,35	300,7	± 68,1	40,2	0,82	39,8	0,83
10	d5	70	90	68	1,32	307,4	± 49,5	79,5	1,39	78,5	1,41
11	e1	42	49	48	1,02	398,6	± 81,0	48,8	0,00	48,2	0,00
12	e3	60	24	33	0,73	559,4	± 150,2	28,7	0,76	28,3	0,77
13	e5	80	79	93	0,85	479,0	± 73,4	86,5	0,65	85,5	0,66
14	f1	56	61	53	1,15	353,5	± 66,4	57,3	0,23	56,7	0,24
15	f2	49	29	39	0,74	547,2	± 134,2	34,2	0,79	33,8	0,80
16	f3	50	32	40	0,80	508,6	± 120,7	36,2	0,49	35,8	0,50
17	f7	42	24	23	1,04	389,9	± 113,8	23,6	0,01	23,4	0,01
18	g2	70	47	38	1,24	329,0	± 71,8	42,8	0,42	42,2	0,43
19	g5	40	21	21	1,00	406,9	± 125,6	21,1	0,00	20,9	0,00
20	a5	70	80	84	0,95	427,2	± 66,8	82,5	0,08	81,5	0,08
			1078	1065	1,01			6,75		6,83	

$$N_d = 29334 \pm 171$$

$$\rho_d = 4,889 \pm 0,03$$

$$\text{Age} = 98,7 \pm 0,6$$

$$\text{zéta moyen} = 402,2 \pm 74,6$$

$$\text{zéta groupé} = 402,0 \pm 17,5$$

$$\chi^2 = 13,6$$

$$\text{ddl} = 19$$

$$P(\chi^2) > 50\%$$



## ANNEXE II

### DATATION PAR LES TRACES DE FISSION

Feuilles de calcul de l'âge et représentation radiale pour les échantillons :

- de Mer du Nord
- du bassin de Paris
- Balazuc 1245m
- de la bordure sud-est du Massif Central
  - socle ardéchois
  - bordure ardéchoise
  - granite de St Guiral Liron

# Forage MN1 : échantillon X

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 2/06/92

Temps : 90 sec

Analyste : C. Vétit

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a1	100	190	12.75	111	7.45	55.0	1.71	56.1 ± 6.9	192	0.02	109	0.04
2	a2	100	20	1.34	10	0.67	5.0	2.00	65.5 ± 25.4	19.2	0.04	10.8	0.07
3	a3	60	39	4.36	9	1.01	7.4	4.33	141.1 ± 52.3	30.6	2.28	17.4	4.02
4	a8	40	55	9.23	23	3.86	28.5	2.39	78.3 ± 19.5	49.8	0.54	28.2	0.96
5	a9	100	132	8.86	42	2.82	20.8	3.14	102.7 ± 18.4	111	3.94	62.9	6.95
6	b2	100	30	2.01	27	1.81	13.4	1.11	36.5 ± 9.7	36.4	1.12	20.6	1.98
7	b5	80	4	0.34	3	0.25	1.9	1.33	43.8 ± 33.4	4.47	0.05	2.53	0.09
8	c2	100	2	0.13	36	2.42	17.8	0.06	1.8 ± 1.3	24.3	20.4	13.7	36.1
9	c3	100	2	0.13	1	0.07	0.5	2.00	65.5 ± 80.3	1.92	0	1.08	0.01
10	c5	60	100	11.19	51	5.70	42.1	1.96	64.2 ± 11.2	96.4	0.13	54.6	0.24
11	c6	80	6	0.50	5	0.42	3.1	1.20	39.4 ± 23.9	7.02	0.15	3.98	0.26
12	c8	100	63	4.23	23	1.54	11.4	2.74	89.6 ± 21.9	54.9	1.19	31.1	2.11
13	c9	100	0	0.00	9	0.60	4.5	0.00	0.0 ± 0.0	5.75	5.75	3.25	10.1
14	d1	100	0	0.00	5	0.34	2.5	0.00	0.0 ± 0.0	3.19	3.19	1.81	5.64
15	d2	100	4	0.27	6	0.40	3.0	0.67	21.9 ± 14.2	6.38	0.89	3.62	1.57
16	d3	100	1	0.07	9	0.60	4.5	0.11	3.7 ± 3.9	6.38	4.54	3.62	8.02
17	e1	90	15	1.12	11	0.82	6.1	1.36	44.7 ± 17.8	16.6	0.15	9.4	0.27
18	e2	100	14	0.94	16	1.07	7.9	0.88	28.7 ± 10.5	19.2	1.39	10.8	2.45
19	e3	50	7	0.94	15	2.01	14.9	0.47	15.3 ± 7.0	14	3.53	7.95	6.24
20	e6	100	72	4.83	25	1.68	12.4	2.88	94.1 ± 22.0	61.9	1.64	35.1	2.89
21	e8	100	0	0.00	7	0.47	3.5	0.00	0.0 ± 0.0	4.47	4.47	2.53	7.89
22	e9	60	13	1.45	10	1.12	8.3	1.30	42.7 ± 18.0	14.7	0.19	8.32	0.34
23	e11	100	202	13.56	95	6.38	47.1	2.13	69.6 ± 8.9	190	0.81	107	1.43
24	j7	50	76	10.20	44	5.91	43.6	1.73	56.6 ± 10.8	76.6	0	43.4	0.01
			1047		593			1.48			56.5		99.7

N<sub>d</sub> = 20729 ± 144

ρ<sub>d</sub> = 1.68 ± 0.03

ζ = 392 ± 10

âge moyen = 48.5 ± 37

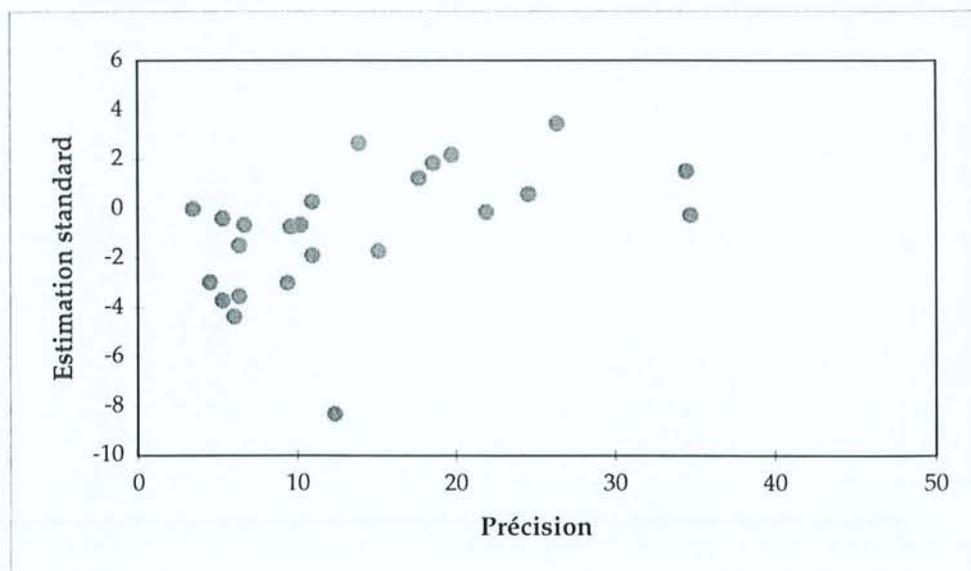
âge groupé = 57.9 ± 3.3

χ<sup>2</sup> = 156

ddl = 23

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



## Forage MN2 : échantillon E

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 2/06/92

Temps : 90 sec

Analyste : C. Vétit

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	b2	100	5	0.34	6	0.40	2.9	0.83	28.5 ± 17.3	6.71	0.43	4.29	0.68
2	b5	100	16	1.07	3	0.20	1.4	5.33	180.4 ± 114	11.6	1.68	7.41	2.63
3	c3	100	13	0.87	11	0.74	5.2	1.18	40.4 ± 16.6	14.6	0.18	9.37	0.29
4	f3	100	12	0.81	6	0.40	2.9	2.00	68.2 ± 34.2	11	0.1	7.02	0.15
5	f5	100	14	0.94	22	1.48	10.5	0.64	21.8 ± 7.5	22	2.88	14	4.5
6	f11	100	16	1.07	3	0.20	1.4	5.33	180.4 ± 114	11.6	1.68	7.41	2.63
7	g4	100	52	3.49	35	2.35	16.7	1.49	50.8 ± 11.2	53	0.02	34	0.03
8	g10	100	33	2.21	19	1.28	9.0	1.74	59.3 ± 17.1	31.7	0.05	20.3	0.08
9	h1	50	5	0.67	6	0.81	5.7	0.83	28.5 ± 17.3	6.71	0.43	4.29	0.68
10	h2	100	0	0.00	8	0.54	3.8	0.00	0.0 ± 0.0	4.88	4.88	3.12	7.62
11	h4	100	95	6.38	41	2.75	19.5	2.32	79.0 ± 14.9	82.9	1.76	53.1	2.75
12	h5	100	5	0.34	6	0.40	2.9	0.83	28.5 ± 17.3	6.71	0.43	4.29	0.68
13	i1	100	2	0.13	4	0.27	1.9	0.50	17.1 ± 14.8	3.66	0.75	2.34	1.17
14	i7	100	26	1.74	11	0.74	5.2	2.36	80.6 ± 29.1	22.6	0.52	14.4	0.82
15	i8	100	1	0.07	1	0.07	0.5	1.00	34.2 ± 48.4	1.22	0.04	0.78	0.06
16	j3	100	20	1.34	20	1.34	9.5	1.00	34.2 ± 10.9	24.4	0.79	15.6	1.23
17	j6	100	10	0.67	6	0.40	2.9	1.67	56.9 ± 29.4	9.76	0.01	6.24	0.01
			325		208			1.71				16.6	26

N<sub>d</sub> = 20445 ± 143

âge moyen = 58.4 ± 51

χ<sup>2</sup> = 42.7

ρ<sub>d</sub> = 1.75 ± 0.03

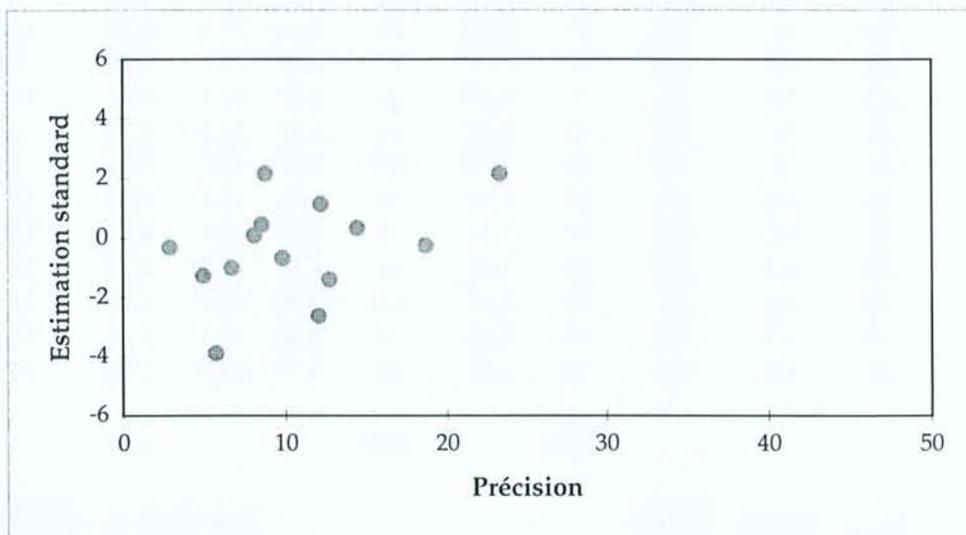
âge groupé = 53.4 ± 4.9

ddl = 16

ζ = 392 ± 10

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



# Forage VAX 101 : échantillon 1

Irradiation : ORPHEE (P1)

Temps : 90 sec

Analyste : C. Vétit

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a2	100	19	1,28	140	9,40	39,1	0,14	7,9 ± 1,9	27,7	2,72	131	0,57
2	b2	100	14	0,94	60	4,03	16,8	0,23	13,6 ± 4,1	12,9	0,1	61,1	0,02
3	c2	80	18	1,51	64	5,37	22,4	0,28	16,4 ± 4,4	14,3	0,97	67,7	0,21
4	d2	50	6	0,81	52	6,98	29,1	0,12	6,7 ± 2,9	10,1	1,66	47,9	0,35
5	i2	100	7	0,47	48	3,22	13,4	0,15	8,5 ± 3,5	9,57	0,69	45,4	0,15
6	a3	80	12	1,01	110	9,23	38,4	0,11	6,4 ± 1,9	21,2	4,02	101	0,85
7	c3	60	8	0,89	71	7,94	33,1	0,11	6,6 ± 2,5	13,7	2,4	65,3	0,51
8	e3	100	21	1,41	86	5,77	24,0	0,24	14,2 ± 3,5	18,6	0,3	88,4	0,06
9	f3	100	12	0,81	111	7,45	31,0	0,11	6,3 ± 1,9	21,4	4,13	102	0,87
10	i3	100	16	1,07	59	3,96	16,5	0,27	15,8 ± 4,5	13,1	0,67	61,9	0,14
11	a4	50	32	4,30	121	16,24	67,6	0,26	15,4 ± 3,1	26,6	1,08	126	0,23
12	e4	50	44	5,91	137	18,39	76,6	0,32	18,7 ± 3,3	31,5	4,96	149	1,04
13	a5	100	55	3,69	231	15,50	64,6	0,24	13,9 ± 2,1	49,8	0,55	236	0,12
14	b5	100	16	1,07	111	7,45	31,0	0,14	8,4 ± 2,3	22,1	1,69	105	0,36
15	c5	100	70	4,70	257	17,25	71,8	0,27	15,9 ± 2,2	56,9	3,01	270	0,63
16	g5	100	75	5,03	150	10,07	41,9	0,50	29,1 ± 4,2	39,2	32,8	186	6,91
17	h5	100	13	0,87	84	5,64	23,5	0,15	9,0 ± 2,7	16,9	0,89	80,1	0,19
18	i5	100	22	1,48	98	6,58	27,4	0,22	13,1 ± 3,1	20,9	0,06	99,1	0,01
19	a6	100	12	0,81	116	7,79	32,4	0,10	6,0 ± 1,8	22,3	4,74	106	1
20	f6	100	14	0,94	85	5,70	23,8	0,16	9,6 ± 2,8	17,2	0,61	81,8	0,13
21	g6	100	16	1,07	74	4,97	20,7	0,22	12,6 ± 3,5	15,7	0,01	74,3	0
22	h6	100	27	1,81	111	7,45	31,0	0,24	14,2 ± 3,1	24	0,37	114	0,08
23	j6	100	20	1,34	165	11,07	46,1	0,12	7,1 ± 1,7	32,2	4,62	153	0,97
24	a7	50	19	2,55	125	16,78	69,9	0,15	8,9 ± 2,2	25,1	1,47	119	0,31
25	c7	50	10	1,34	40	5,37	22,4	0,25	14,6 ± 5,2	8,7	0,19	41,3	0,04
26	i7	100	26	1,74	78	5,23	21,8	0,33	19,4 ± 4,4	18,1	3,45	85,9	0,73
27	j7	100	5	0,34	44	2,95	12,3	0,11	6,6 ± 3,1	8,53	1,46	40,5	0,31
28	b8	100	17	1,14	91	6,11	25,4	0,19	10,9 ± 2,9	18,8	0,17	89,2	0,04
29	c8	100	9	0,60	70	4,70	19,6	0,13	7,5 ± 2,7	13,7	1,64	65,3	0,35
30	a9	100	15	1,01	111	7,45	31,0	0,14	7,9 ± 2,2	21,9	2,19	104	0,46
31	c9	100	19	1,28	76	5,10	21,2	0,25	14,6 ± 3,8	16,5	0,37	78,5	0,08
32	d9	100	11	0,74	76	5,10	21,2	0,14	8,4 ± 2,7	15,1	1,13	71,9	0,24
33	h9	50	7	0,94	27	3,62	15,1	0,26	15,1 ± 6,4	5,92	0,2	28,1	0,04
34	i9	100	13	0,87	94	6,31	26,3	0,14	8,1 ± 2,4	18,6	1,7	88,4	0,36
35	j9	90	18	1,34	131	9,77	40,7	0,14	8,0 ± 2,0	25,9	2,43	123	0,51
36	a10	100	23	1,54	70	4,70	19,6	0,33	19,2 ± 4,6	16,2	2,87	76,8	0,6
37	b10	100	17	1,14	72	4,83	20,1	0,24	13,8 ± 3,7	15,5	0,15	73,5	0,03
38	c10	100	15	1,01	66	4,43	18,4	0,23	13,3 ± 3,8	14,1	0,06	66,9	0,01
39	f10	70	30	2,88	124	11,89	49,5	0,24	14,1 ± 2,9	26,8	0,38	127	0,08
40	i10	100	14	0,94	54	3,62	15,1	0,26	15,1 ± 4,6	11,8	0,4	56,2	0,08
41	j10	100	20	1,34	82	5,50	22,9	0,24	14,2 ± 3,6	17,8	0,28	84,2	0,06
			837		3972			0,21		93,6		19,7	

N<sub>d</sub> = 79790 ± 282

ρ<sub>d</sub> = 2,98

ζ = 392 ± 10

âge moyen = 12,1 ± 4,8

âge groupé = 12,3 ± 0,6

χ<sup>2</sup> = 113

ddl = 40

P(χ<sup>2</sup>) < 5%

## Forage VAX 101 : échantillon 2

Irradiation : ORPHEE (P1)

Temps : 90 sec

Analyste : C. Vétit

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	b2	100	14	0,94	77	5,17	21,6	0,18	10,6 ± 3,1	17,9	0,84	73,1	0,21
2	c2	50	36	4,83	95	12,75	53,3	0,38	22,0 ± 4,3	25,7	4,08	105	1
3	f2	50	7	0,94	67	8,99	37,6	0,10	6,1 ± 2,4	14,5	3,91	59,5	0,96
4	g2	50	4	0,54	8	1,07	4,5	0,50	29,0 ± 17,8	2,36	1,14	9,64	0,28
5	j2	100	34	2,28	234	15,70	65,6	0,15	8,5 ± 1,6	52,7	6,62	215	1,62
6	a3	50	4	0,54	30	4,03	16,8	0,13	7,8 ± 4,1	6,68	1,08	27,3	0,26
7	b3	100	18	1,21	63	4,23	17,7	0,29	16,6 ± 4,5	15,9	0,27	65,1	0,07
8	c3	100	5	0,34	37	2,48	10,4	0,14	7,9 ± 3,8	8,26	1,28	33,7	0,31
9	e3	100	21	1,41	151	10,13	42,3	0,14	8,1 ± 1,9	33,8	4,85	138	1,19
10	g3	100	6	0,40	44	2,95	12,3	0,14	7,9 ± 3,5	9,83	1,49	40,2	0,36
11	h3	100	14	0,94	59	3,96	16,5	0,24	13,8 ± 4,1	14,3	0,01	58,7	0
12	i3	50	7	0,94	31	4,16	17,4	0,23	13,1 ± 5,5	7,47	0,03	30,5	0,01
13	a4	50	8	1,07	22	2,95	12,3	0,36	21,1 ± 8,7	5,9	0,75	24,1	0,18
14	d4	100	7	0,47	50	3,36	14,0	0,14	8,1 ± 3,3	11,2	1,58	45,8	0,39
15	i4	50	31	4,16	132	17,72	74,0	0,23	13,7 ± 2,7	32	0,03	131	0,01
16	a5	50	52	6,98	142	19,06	79,6	0,37	21,3 ± 3,5	38,1	5,04	156	1,23
17	b5	100	13	0,87	41	2,75	11,5	0,32	18,4 ± 5,9	10,6	0,54	43,4	0,13
18	e5	50	23	3,09	87	11,68	48,8	0,26	15,4 ± 3,6	21,6	0,09	88,4	0,02
19	g5	100	25	1,68	48	3,22	13,5	0,52	30,2 ± 7,5	14,3	7,91	58,7	1,93
20	h5	100	12	0,81	61	4,09	17,1	0,20	11,4 ± 3,6	14,3	0,38	58,7	0,09
21	i5	50	13	1,74	63	8,46	35,3	0,21	12,0 ± 3,7	14,9	0,25	61,1	0,06
22	a6	100	17	1,14	49	3,29	13,7	0,35	20,2 ± 5,7	13	1,25	53	0,31
23	b6	100	13	0,87	63	4,23	17,7	0,21	12,0 ± 3,7	14,9	0,25	61,1	0,06
24	d6	50	10	1,34	39	5,23	21,9	0,26	14,9 ± 5,3	9,63	0,01	39,4	0
25	i6	100	16	1,07	49	3,29	13,7	0,33	19,0 ± 5,5	12,8	0,81	52,2	0,2
26	c7	100	59	3,96	297	19,93	83,3	0,20	11,6 ± 1,7	70	1,72	286	0,42
27	f7	100	54	3,62	243	16,31	68,1	0,22	12,9 ± 2,0	58,4	0,33	239	0,08
28	j7	50	48	6,44	107	14,36	60,0	0,45	26,1 ± 4,6	30,5	10,1	125	2,47
29	b8	100	18	1,21	63	4,23	17,7	0,29	16,6 ± 4,5	15,9	0,27	65,1	0,07
30	c8	100	17	1,14	50	3,36	14,0	0,34	19,8 ± 5,6	13,2	1,11	53,8	0,27
31	f8	100	18	1,21	75	5,03	21,0	0,24	14,0 ± 3,7	18,3	0	74,7	0
32	a9	100	11	0,74	36	2,42	10,1	0,31	17,8 ± 6,1	9,24	0,34	37,8	0,08
33	d9	50	15	2,01	64	8,59	35,9	0,23	13,6 ± 3,9	15,5	0,02	63,5	0
34	f9	50	13	1,74	33	4,43	18,5	0,39	22,9 ± 7,5	9,04	1,73	37	0,42
			663		2710			0,27			60,1		14,7

$$N_d = 79790 \pm 282$$

$$\rho_d = 2,97$$

$$\zeta = 392 \pm 10$$

$$\hat{\text{âge moyen}} = 15,4 \pm 6,2$$

$$\hat{\text{âge groupé}} = 14,2 \pm 0,7$$

$$\chi^2 = 74,8$$

$$\text{ddl} = 33$$

$$P(\chi^2) < 5\%$$

# Forage VAX 101 : échantillon 3

Irradiation : ORPHEE (P1)

Temps : 90 sec

Analyste : C. Vétit

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	b1	100	20	1,34	59	3,96	16,7	0,34	19,6 ± 5,1	20,4	0,01	58,6	0
2	b2	100	13	0,87	35	2,35	9,9	0,37	21,4 ± 7,0	12,4	0,03	35,6	0,01
3	c2	100	46	3,09	131	8,79	37,0	0,35	20,3 ± 3,5	45,8	0	131	0
4	d2	100	13	0,87	38	2,55	10,7	0,34	19,8 ± 6,4	13,2	0	37,8	0
5	e2	100	70	4,70	277	18,59	78,2	0,25	14,6 ± 2,0	89,8	4,36	257	1,52
6	g2	100	12	0,81	31	2,08	8,8	0,39	22,3 ± 7,6	11,1	0,07	31,9	0,02
7	a3	100	26	1,74	48	3,22	13,6	0,54	31,2 ± 7,7	19,1	2,45	54,9	0,86
8	c3	100	10	0,67	31	2,08	8,8	0,32	18,6 ± 6,8	10,6	0,04	30,4	0,01
9	d3	100	17	1,14	83	5,57	23,4	0,20	11,8 ± 3,2	25,9	3,05	74,1	1,06
10	e3	100	23	1,54	49	3,29	13,8	0,47	27,1 ± 6,9	18,6	1,02	53,4	0,36
11	f3	100	56	3,76	106	7,11	29,9	0,53	30,5 ± 5,1	41,9	4,73	120	1,65
12	g3	100	9	0,60	18	1,21	5,1	0,50	28,8 ± 11,8	6,99	0,58	20	0,2
13	h3	80	16	1,34	40	3,36	14,1	0,40	23,1 ± 6,9	14,5	0,16	41,5	0,05
14	i3	60	12	1,34	41	4,59	19,3	0,29	16,9 ± 5,6	13,7	0,21	39,3	0,07
15	j3	50	6	0,81	31	4,16	17,5	0,19	11,2 ± 5,0	9,57	1,33	27,4	0,47
16	b4	100	21	1,41	55	3,69	15,5	0,38	22,0 ± 5,7	19,7	0,09	56,3	0,03
17	e4	64	26	2,73	80	8,39	35,3	0,33	18,8 ± 4,3	27,4	0,07	78,6	0,03
18	g4	100	60	4,03	190	12,75	53,6	0,32	18,2 ± 2,7	64,7	0,34	185	0,12
19	i4	100	93	6,24	176	11,81	49,7	0,53	30,5 ± 4,0	69,6	7,86	199	2,74
20	j4	50	11	1,48	44	5,91	24,8	0,25	14,4 ± 4,9	14,2	0,73	40,8	0,26
21	a5	80	30	2,52	75	6,29	26,5	0,40	23,1 ± 5,0	27,2	0,29	77,8	0,1
22	f5	100	50	3,36	96	6,44	27,1	0,52	30,0 ± 5,3	37,8	3,95	108	1,38
23	h5	50	12	1,61	33	4,43	18,6	0,36	21,0 ± 7,1	11,6	0,01	33,4	0
24	j5	49	9	1,23	36	4,93	20,7	0,25	14,4 ± 5,4	11,6	0,6	33,4	0,21
25	b6	100	58	3,89	145	9,73	40,9	0,40	23,1 ± 3,6	52,5	0,57	150	0,2
26	h6	100	72	4,83	221	14,83	62,4	0,33	18,8 ± 2,6	75,8	0,19	217	0,07
27	i6	80	20	1,68	39	3,27	13,8	0,51	29,6 ± 8,2	15,3	1,47	43,7	0,51
28	g7	100	25	1,68	94	6,31	26,5	0,27	15,4 ± 3,5	30,8	1,09	88,2	0,38
29	a7	50	14	1,88	68	9,13	38,4	0,21	11,9 ± 3,5	21,2	2,46	60,8	0,86
30	h7	100	129	8,66	267	17,92	75,4	0,48	27,9 ± 3,1	102	6,87	294	2,4
31	i7	100	14	0,94	59	3,96	16,7	0,24	13,7 ± 4,1	18,9	1,27	54,1	0,44
32	c7	50	50	6,71	140	18,79	79,1	0,36	20,6 ± 3,4	49,2	0,01	141	0
33	j7	100	21	1,41	41	2,75	11,6	0,51	29,5 ± 8,0	16	1,53	46	0,53
34	c8	50	7	0,94	25	3,36	14,1	0,28	16,2 ± 6,9	8,28	0,2	23,7	0,07
35	f8	72	8	0,75	28	2,61	11,0	0,29	16,5 ± 6,6	9,32	0,19	26,7	0,06
36	g8	100	40	2,68	159	10,67	44,9	0,25	14,5 ± 2,6	51,5	2,57	148	0,9
37	h8	100	12	0,81	53	3,56	15,0	0,23	13,1 ± 4,2	16,8	1,38	48,2	0,48
38	i8	100	11	0,74	57	3,83	16,1	0,19	11,1 ± 3,7	17,6	2,47	50,4	0,86
39	j8	40	6	1,01	19	3,19	13,4	0,32	18,2 ± 8,6	6,47	0,03	18,5	0,01
40	d9	100	12	0,81	54	3,62	15,2	0,22	12,8 ± 4,1	17,1	1,51	48,9	0,53
41	j9	100	66	4,43	256	17,18	72,3	0,26	14,9 ± 2,1	83,3	3,6	239	1,26
42	j10	100	37	2,48	73	4,90	20,6	0,51	29,2 ± 5,9	28,5	2,56	81,5	0,89
43	b11	70	29	2,78	90	8,63	36,3	0,32	18,6 ± 4,0	30,8	0,1	88,2	0,04
44	c11	60	35	3,91	110	12,30	51,8	0,32	18,4 ± 3,6	37,5	0,17	107	0,06
			1327		3801			0,35				62,2	21,7

N<sub>d</sub> = 79790 ± 282

ρ<sub>d</sub> = 2,95

ζ = 392 ± 10

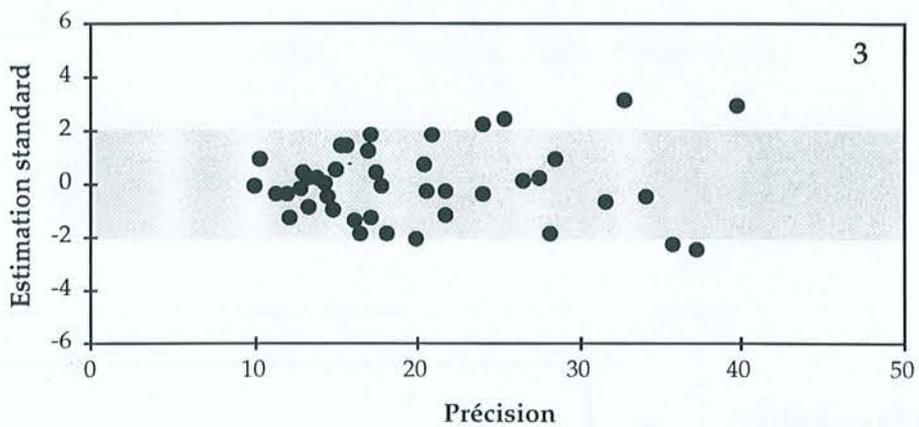
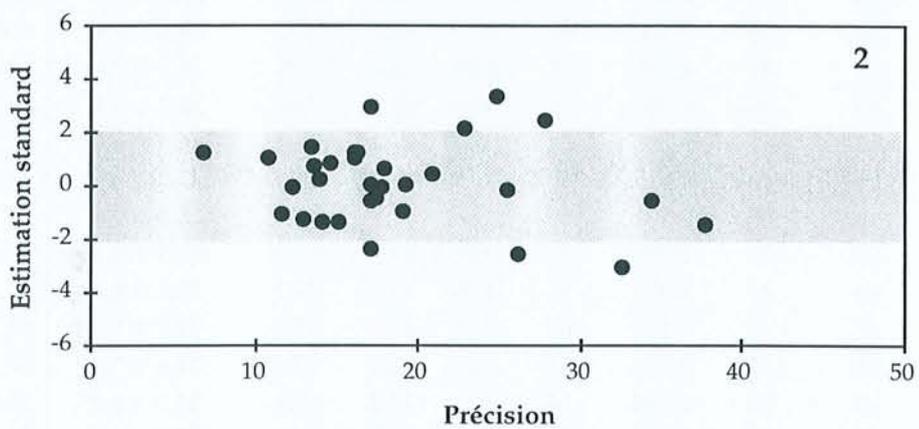
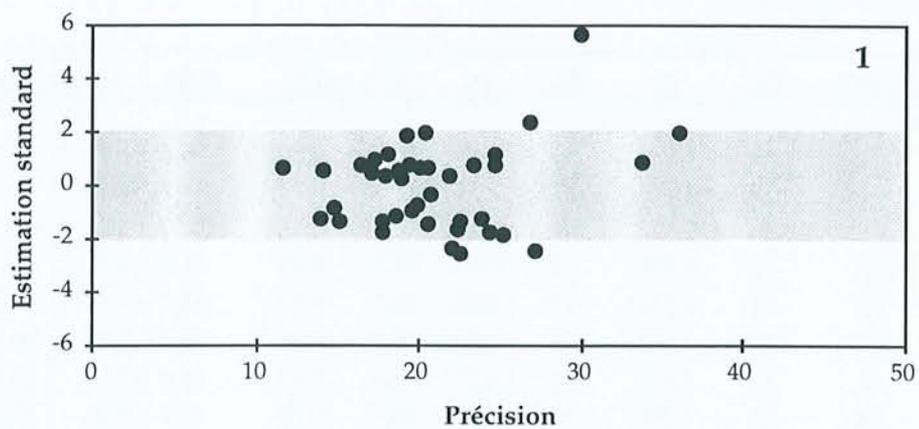
âge moyen = 20,1 ± 6,1

âge groupé = 20,2 ± 0,8

χ<sup>2</sup> = 84,0

ddl = 43

P(χ<sup>2</sup>) < 5%



Représentations radiales pour les échantillons 1,2 et 3 du bassin de Paris

## Forage Balazuc BA1 : échantillon 1245m

Irradiation : ORPHEE (P1)

Analyste : J.-J. Braun

	grain	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	ρ <sub>s</sub> /ρ <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	e1	43	4,853	39	6,09	28,9	0,80	38,2 ± 8,7	37,4	0,83	44,6	0,7
2	g1	37	4,176	37	5,78	27,4	0,72	34,7 ± 8,3	33,8	0,31	40,2	0,26
3	e2	6	0,677	8	1,25	5,9	0,54	26,0 ± 14,1	6,39	0,02	7,61	0,02
4	g2	76	8,578	84	13,13	62,2	0,65	31,4 ± 5,2	73	0,12	87	0,1
5	a3	26	2,935	32	5,00	23,7	0,59	28,2 ± 7,6	26,5	0,01	31,5	0,01
6	b3	30	3,386	36	5,63	26,7	0,60	28,9 ± 7,3	30,1	0	35,9	0
7	c3	39	4,402	52	8,13	38,5	0,54	26,0 ± 5,7	41,5	0,15	49,5	0,13
8	b4	35	3,95	36	5,63	26,7	0,70	33,7 ± 8,2	32,4	0,21	38,6	0,17
9	d4	29	3,273	34	5,31	25,2	0,62	29,6 ± 7,6	28,8	0	34,2	0
10	e4	35	3,95	46	7,19	34,1	0,55	26,4 ± 6,1	37	0,1	44	0,09
11	a5	41	4,628	41	6,41	30,4	0,72	34,7 ± 7,9	37,4	0,34	44,6	0,29
12	c5	58	6,546	62	9,69	45,9	0,68	32,4 ± 6,2	54,8	0,19	65,2	0,16
13	e5	46	5,192	64	10,00	47,4	0,52	24,9 ± 5,0	50,2	0,35	59,8	0,3
14	f5	40	4,515	62	9,69	45,9	0,47	22,4 ± 4,7	46,6	0,92	55,4	0,77
15	a6	70	7,901	85	13,28	62,9	0,59	28,6 ± 4,8	70,7	0,01	84,3	0,01
16	b6	35	3,95	32	5,00	23,7	0,79	37,9 ± 9,5	30,6	0,64	36,4	0,54
17	c6	47	5,305	55	8,59	40,7	0,62	29,6 ± 6,1	46,6	0	55,4	0
18	d6	46	5,192	62	9,69	45,9	0,54	25,7 ± 5,2	49,3	0,22	58,7	0,18
19	a7	22	2,483	31	4,84	23,0	0,51	24,6 ± 7,0	24,2	0,2	28,8	0,17
20	d7	24	2,709	34	5,31	25,2	0,51	24,5 ± 6,7	26,5	0,23	31,5	0,19
21	f7	52	5,869	65	10,16	48,1	0,58	27,7 ± 5,4	53,4	0,04	63,6	0,03
		837	94,47	997	155,8		0,61		4,91		4,12	

$$N_d = 4656 \pm 68$$

$$\rho_d = 2,43 \pm 0,03$$

$$\zeta = 198 \pm 10$$

$$\hat{\text{âge moyen}} = 29,3 \pm 4$$

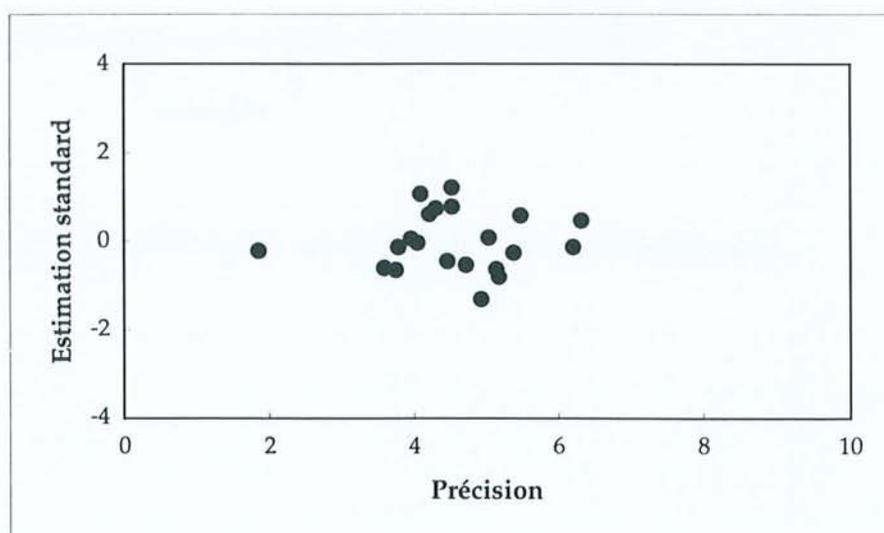
$$\hat{\text{âge groupé}} = 29,1 \pm 2,1$$

$$\chi^2 = 9,02$$

$$\text{ddl} = 23$$

$$P(\chi^2) > 20\%$$

Graphique radial :



SOCLE ARDECHOIS : Vergomas (440m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a4	56	114	13,7	130	15,6	33,8	0,88	87,7 ± 11,5	124	0,85	120	0,89
2	a8	56	109	13,1	134	16,1	34,9	0,81	81,3 ± 10,7	124	1,77	119	1,84
3	b1	80	189	15,9	167	14	30,4	1,13	112,9 ± 12,3	181	0,32	175	0,33
4	b3	40	105	17,6	95	15,9	34,6	1,11	110,3 ± 15,9	102	0,09	98,1	0,1
5	b6	40	57	9,56	65	10,9	23,7	0,88	87,7 ± 16,1	62,2	0,43	59,8	0,44
6	b7	45	143	21,3	155	23,1	50,2	0,92	92,2 ± 10,9	152	0,51	146	0,53
7	c1	45	148	22,1	108	16,1	35,0	1,37	136,5 ± 17,6	130	2,37	126	2,46
8	c3	40	160	26,8	137	23	49,9	1,17	116,5 ± 13,9	151	0,5	146	0,52
9	c4	48	210	29,4	193	27	58,6	1,09	108,6 ± 11,2	205	0,11	198	0,11
10	c5	80	236	19,8	203	17	37,0	1,16	115,9 ± 11,5	224	0,68	215	0,71
11	d2	40	90	15,1	105	17,6	38,3	0,86	85,7 ± 12,5	99,3	0,88	95,7	0,91
12	d7	35	94	18	96	18,4	40,0	0,98	97,8 ± 14,4	96,8	0,08	93,2	0,08
13	d8	60	152	17	154	17,2	37,4	0,99	98,6 ± 11,5	156	0,1	150	0,1
14	e6	60	122	13,6	142	15,9	34,5	0,86	85,9 ± 10,8	134	1,16	130	1,21
15	e8	20	41	13,8	41	13,8	29,9	1,00	99,9 ± 22,2	41,8	0,01	40,2	0,01
16	f3	40	236	39,6	219	36,7	79,8	1,08	107,5 ± 10,4	232	0,08	223	0,08
17	f4	50	172	23,1	162	21,7	47,2	1,06	106,0 ± 11,9	170	0,02	164	0,02
18	f6	50	122	16,4	120	16,1	35,0	1,02	101,5 ± 13,3	123	0,01	119	0,01
19	g4	42	87	13,9	65	10,4	22,6	1,34	133,3 ± 22,1	77,4	1,18	74,6	1,23
			2587		2491			1,04		11,2		11,6	

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 103,5 ± 15,5

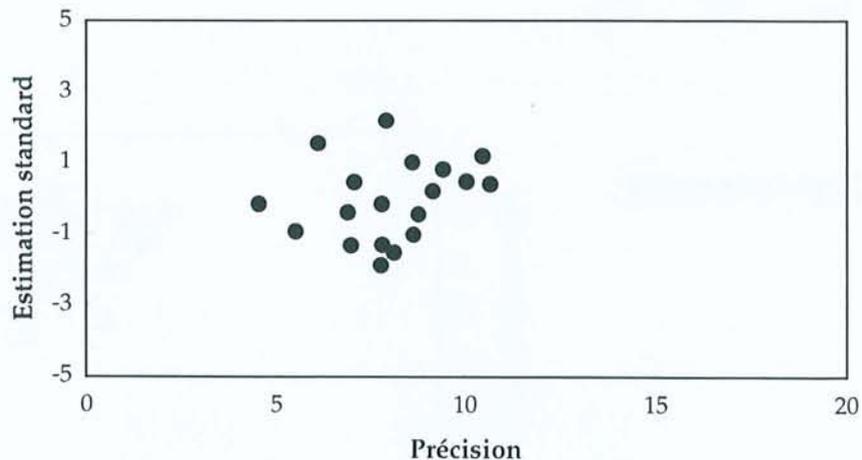
âge groupé = 103,7 ± 3,9

χ<sup>2</sup> = 22,7

ddl = 18

P(χ<sup>2</sup>) > 20%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Vernoux en Vivarais (585m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)  
 Analyste : JB

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

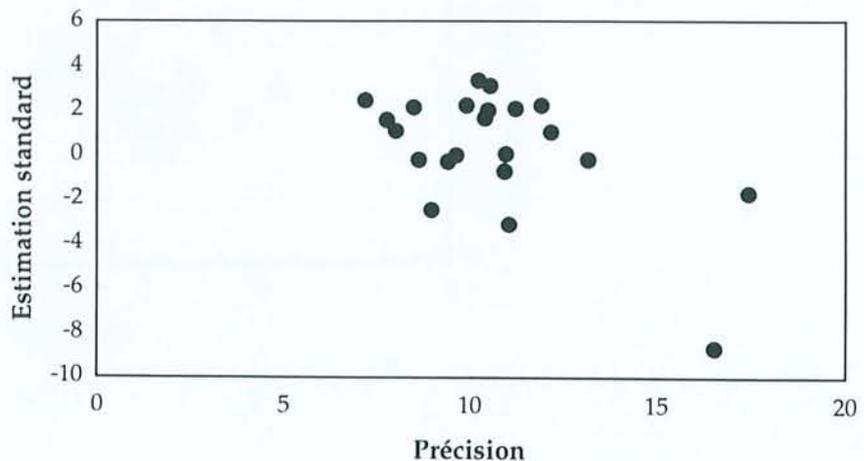
grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a10	80	487	60,9	201	25,1	70,5	2,42	186,0 ± 16,3	461	1,5	227	3,03
2	c4	80	517	64,6	261	32,6	91,5	1,98	152,4 ± 12,2	521	0,03	257	0,06
3	c6	72	473	65,7	216	30	84,2	2,19	168,3 ± 14,4	461	0,29	228	0,59
4	c9	50	259	51,8	100	20	56,1	2,59	198,6 ± 23,9	240	1,44	119	2,91
5	e5	80	600	75	504	63	176,8	1,19	92,0 ± 6,0	739	26,3	365	53,2
6	e8	40	220	55	112	28	78,6	1,96	151,2 ± 17,9	222	0,02	110	0,05
7	e9	70	344	49,1	183	26,1	73,4	1,88	144,7 ± 13,7	353	0,23	174	0,46
8	e11	50	279	55,8	139	27,8	78,0	2,01	154,4 ± 16,5	280	0	138	0,01
9	f8	100	859	85,9	472	47,2	132,4	1,82	140,2 ± 8,7	891	1,17	440	2,38
10	g2	50	198	39,6	70	14	39,3	2,83	216,6 ± 30,6	179	1,91	88,5	3,88
11	g6	60	307	51,2	203	33,8	94,9	1,51	116,7 ± 10,9	342	3,49	168	7,08
12	h4	56	345	61,6	137	24,5	68,6	2,52	193,2 ± 20,1	323	1,53	159	3,1
13	h8	63	431	68,4	178	28,3	79,3	2,42	185,8 ± 17,2	408	1,31	201	2,67
14	h9	50	203	40,6	133	26,6	74,6	1,53	117,8 ± 13,5	225	2,15	111	4,37
15	j2	50	363	72,6	154	30,8	86,4	2,36	181,0 ± 18,0	346	0,81	171	1,65
16	j5	50	377	75,4	155	31	87,0	2,43	186,7 ± 18,4	356	1,21	176	2,44
17	j6	63	411	65,2	152	24,1	67,7	2,70	207,2 ± 20,3	377	3,06	186	6,2
18	k6	56	397	70,9	142	25,4	71,2	2,80	214,1 ± 21,6	361	3,6	178	7,29
19	k9	72	364	50,6	180	25	70,2	2,02	155,6 ± 14,7	364	0	180	0
20	k10	35	209	59,7	85	24,3	68,1	2,46	188,7 ± 24,7	197	0,74	97,1	1,51
21	n2	60	261	43,5	134	22,3	62,7	1,95	149,9 ± 16,4	265	0,05	130	0,1
22	n11	40	212	53	92	23	64,5	2,30	177,0 ± 22,5	204	0,35	100	0,7
			8116		4003			2,18			51,2		104

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161  
 ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03  
 ζ = 359 ± 9

âge moyen = 167,3 ± 32,9  
 âge groupé = 156,0 ± 4,9

χ<sup>2</sup> = 155  
 ddl = 21  
 P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



SOCLE ARDECHOIS : La Chastelle (1060m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	40	247	41,4	107	18	39,0	2,31	228,2 ± 27,0	240	0,22	114	0,47
2	a2	40	365	61,2	179	30	65,2	2,04	202,0 ± 19,1	368	0,03	176	0,06
3	a3	30	248	55,5	98	21,9	47,6	2,53	249,8 ± 30,4	234	0,81	112	1,69
4	d1	48	338	47,3	187	26,1	56,8	1,81	179,4 ± 16,9	355	0,85	170	1,79
5	e1	40	287	48,2	143	24	52,1	2,01	198,9 ± 20,9	291	0,06	139	0,12
6	e3	36	178	33,2	89	16,6	36,0	2,00	198,2 ± 26,2	181	0,04	86,2	0,09
7	f1	40	249	41,8	117	19,6	42,6	2,13	210,7 ± 24,2	248	0,01	118	0,01
8	g2	42	284	45,4	117	18,7	40,6	2,43	239,8 ± 27,0	271	0,58	130	1,21
9	g4	24	149	41,7	75	21	45,5	1,99	196,9 ± 28,3	152	0,05	72,3	0,1
10	h3	30	206	46,1	97	21,7	47,1	2,12	210,3 ± 26,4	205	0	97,9	0,01
11	h4	36	218	40,6	123	22,9	49,8	1,77	175,9 ± 20,3	231	0,72	110	1,5
12	h5	30	248	55,5	143	32	69,5	1,73	172,2 ± 18,6	265	1,06	126	2,21
13	i1	50	363	48,7	210	28,2	61,2	1,73	171,7 ± 15,5	388	1,6	185	3,36
14	i2	21	120	38,4	57	18,2	39,6	2,11	208,5 ± 33,9	120	0	57,2	0
15	j2	42	223	35,6	92	14,7	31,9	2,42	239,4 ± 30,3	213	0,44	102	0,93
16	j4	35	293	56,2	137	26,3	57,0	2,14	211,7 ± 22,5	291	0,01	139	0,03
17	j7	32	222	46,6	110	23,1	50,1	2,02	200,0 ± 23,8	225	0,03	107	0,07
18	k2	70	470	45,1	192	18,4	40,0	2,45	241,8 ± 21,6	448	1,06	214	2,23
19	l1	80	684	57,4	316	26,5	57,6	2,16	214,2 ± 15,5	677	0,07	323	0,15
20	l2	50	301	40,4	127	17	37,0	2,37	234,2 ± 25,5	290	0,44	138	0,91
			5693		2716			2,11			8,09		16,9

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 209,2 ± 23,9

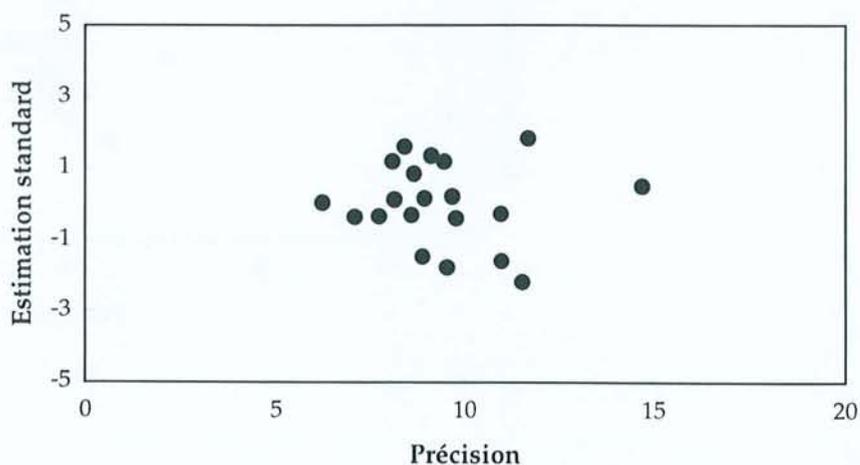
âge groupé = 207,6 ± 7,1

χ<sup>2</sup> = 25,0

ddl = 19

P(χ<sup>2</sup>) > 10%

Graphique radial :



SOCLE ARDECHOIS : La Chastelle (1060m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ
1	a5	100	245	24,5	118	11,8	33,1	2,08	159,7 ± 18,3
2	a6	100	390	39	140	14	39,3	2,79	213,4 ± 21,7
3	c2	100	440	44	138	13,8	38,7	3,19	243,6 ± 24,5
4	d3	100	416	41,6	158	15,8	44,3	2,63	201,8 ± 19,5
5	e1	80	413	51,6	164	20,5	57,5	2,52	193,2 ± 18,5
6	e4	100	491	49,1	177	17,7	49,7	2,77	212,5 ± 19,4
7	e7	70	372	53,1	154	22	61,7	2,42	185,4 ± 18,3
8	f3	100	455	45,5	182	18,2	51,1	2,50	191,8 ± 17,5
9	f5	72	367	51	110	15,3	42,9	3,34	254,7 ± 28,4
10	f6	100	328	32,8	145	14,5	40,7	2,26	173,8 ± 17,9
11	g3	72	378	52,5	150	20,8	58,5	2,52	193,3 ± 19,3
12	g5	50	207	41,4	77	15,4	43,2	2,69	206,0 ± 28,0
13	g6	80	318	39,8	130	16,3	45,6	2,45	187,7 ± 20,1
14	g7	100	428	42,8	150	15	42,1	2,85	218,4 ± 21,4
15	g8	100	363	36,3	122	12,2	34,2	2,98	227,6 ± 24,5
			5611		2115			2,66	

Calcul du χ <sup>2</sup>			
264	1,32	99,4	3,49
385	0,07	145	0,18
420	0,97	158	2,59
417	0	157	0
419	0,09	158	0,23
485	0,07	183	0,19
382	0,26	144	0,7
463	0,13	174	0,33
346	1,22	131	3,24
344	0,7	129	1,86
383	0,08	145	0,21
206	0	77,7	0,01
325	0,17	123	0,44
420	0,16	158	0,43
352	0,33	133	0,87
5,57		14,8	

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 204,2 ± 25,3

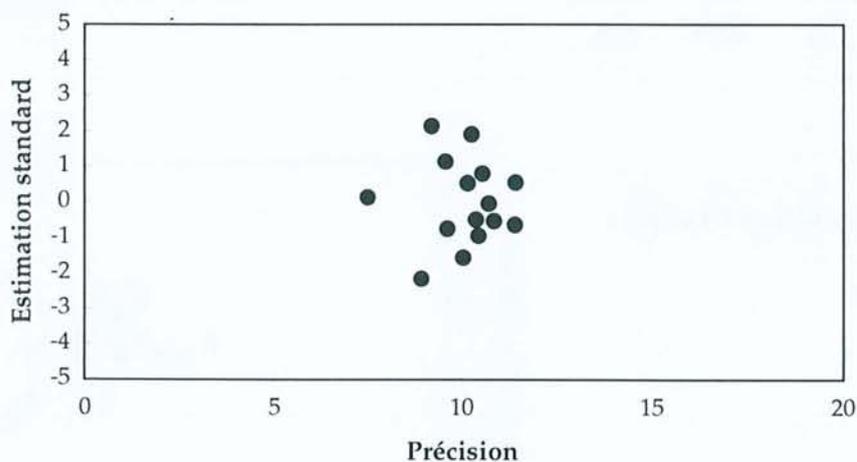
âge groupé = 203,3 ± 7,2

χ<sup>2</sup> = 20,3

ddl = 14

P(χ<sup>2</sup>) > 10%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Chambon de Bavas (445m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a4	48	204	42,5	99	20,6	57,9	2,06	158,5 ± 19,8	170	6,84	133	8,73
2	a7	32	246	76,9	133	41,6	116,6	1,85	142,4 ± 15,7	213	5,27	166	6,73
3	b2	40	220	55	145	36,3	101,7	1,52	117,1 ± 12,9	205	1,15	160	1,46
4	b3	60	200	33,3	206	34,3	96,3	0,97	75,2 ± 7,7	228	3,36	178	4,29
5	b5	40	133	33,3	167	41,8	117,2	0,80	61,7 ± 7,3	168	7,38	132	9,42
6	b6	42	114	27,1	78	18,6	52,1	1,46	112,8 ± 16,8	108	0,37	84,3	0,48
7	c2	30	25	8,33	28	9,33	26,2	0,89	69,2 ± 19,1	29,7	0,75	23,3	0,96
8	c4	36	26	7,22	20	5,56	15,6	1,30	100,4 ± 30,0	25,8	0	20,2	0
9	c5	100	527	52,7	299	29,9	83,9	1,76	135,8 ± 10,4	463	8,79	363	11,2
10	d2	72	114	15,8	104	14,4	40,5	1,10	84,8 ± 11,7	122	0,56	95,8	0,71
11	d5	56	135	24,1	132	23,6	66,1	1,02	79,2 ± 9,9	150	1,45	117	1,85
12	d6	56	267	47,7	198	35,4	99,2	1,35	104,2 ± 10,1	261	0,15	204	0,19
13	e1	80	69	8,63	78	9,75	27,4	0,88	68,5 ± 11,5	82,4	2,19	64,6	2,79
14	e3	100	125	12,5	95	9,5	26,7	1,32	101,7 ± 14,1	123	0,02	96,6	0,03
15	f2	60	230	38,3	225	37,5	105,2	1,02	79,1 ± 7,7	255	2,48	200	3,16
16	f7	50	45	9	32	6,4	18,0	1,41	108,6 ± 25,3	43,2	0,08	33,8	0,1
17	g1	70	246	35,1	211	30,1	84,6	1,17	90,2 ± 8,7	256	0,41	201	0,53
18	g2	54	101	18,7	105	19,4	54,6	0,96	74,5 ± 10,5	116	1,82	90,5	2,33
19	g3	42	235	56	177	42,1	118,3	1,33	102,6 ± 10,5	231	0,07	181	0,09
20	g6	50	31	6,2	23	4,6	12,9	1,35	104,1 ± 28,8	30,3	0,02	23,7	0,02
21	g7	60	11	1,83	16	2,67	7,5	0,69	53,3 ± 20,9	15,1	1,13	11,9	1,45
22	h1	50	63	12,6	71	14,2	39,8	0,89	68,7 ± 12,0	75,1	1,96	58,9	2,5
23	h2	54	131	24,3	98	18,1	50,9	1,34	103,3 ± 14,0	128	0,05	101	0,07
			3498		2740			1,24		46,3		59,1	

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 95,5 ± 26,7

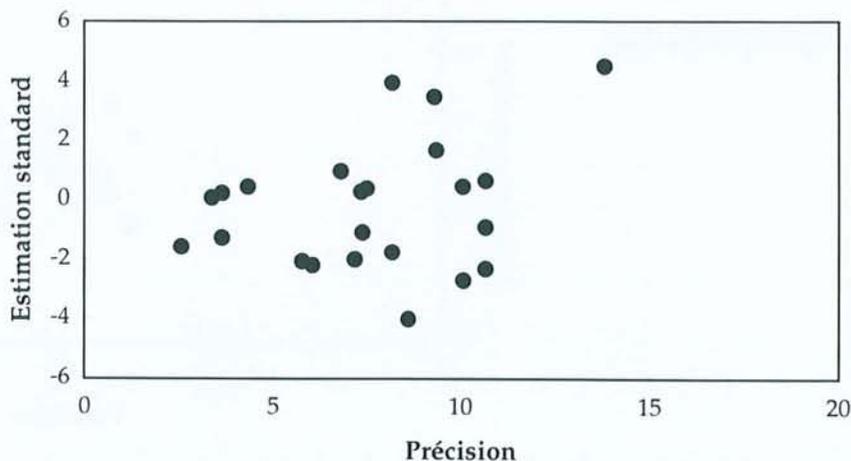
âge groupé = 98,7 ± 3,5

χ<sup>2</sup> = 105

ddl = 22

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



**SOCLE ARDECHOIS : 4 Vios (1070m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	64	236	24,7	201	21,1	45,8	1,17	117,1 ± 11,6	239	0,04	198	0,04
2	a4	60	290	32,4	269	30,1	65,3	1,08	107,6 ± 9,5	306	0,81	253	0,97
3	a6	40	272	45,6	242	40,6	88,2	1,12	112,1 ± 10,3	281	0,29	233	0,35
4	a7	36	293	54,6	233	43,4	94,3	1,26	125,3 ± 11,4	288	0,1	238	0,12
5	a8	30	156	34,9	118	26,4	57,3	1,32	131,7 ± 16,4	150	0,25	124	0,31
6	b2	40	137	23	140	23,5	51,0	0,98	97,7 ± 12,0	151	1,38	126	1,67
7	b5	35	189	36,2	160	30,7	66,6	1,18	117,8 ± 13,0	191	0,02	158	0,02
8	c1	50	190	25,5	130	17,4	37,9	1,46	145,4 ± 16,9	175	1,29	145	1,55
9	c5	63	349	37,2	270	28,8	62,5	1,29	128,8 ± 10,9	339	0,33	280	0,39
10	c9	50	343	46	251	33,7	73,2	1,37	136,1 ± 11,8	325	1,02	269	1,23
11	d1	55	275	33,6	256	31,2	67,8	1,07	107,2 ± 9,7	290	0,82	241	0,98
12	d2	70	238	22,8	175	16,8	36,4	1,36	135,4 ± 13,9	226	0,65	187	0,79
13	d5	49	164	22,5	150	20,5	44,6	1,09	109,1 ± 12,6	172	0,35	142	0,42
14	d6	48	257	35,9	194	27,1	58,9	1,32	132,0 ± 13,0	247	0,44	204	0,53
15	d7	42	329	52,6	284	45,4	98,5	1,16	115,5 ± 9,8	335	0,12	278	0,14
16	e1	70	331	31,7	264	25,3	55,0	1,25	125,0 ± 10,8	325	0,1	270	0,12
17	e2	40	199	33,4	186	31,2	67,8	1,07	106,8 ± 11,2	211	0,63	174	0,76
18	e8	56	285	34,2	251	30,1	65,3	1,14	113,3 ± 10,2	293	0,22	243	0,27
19	f3	41	272	44,5	211	34,5	75,0	1,29	128,4 ± 12,2	264	0,23	219	0,28
20	f5	70	412	39,5	359	34,4	74,7	1,15	114,5 ± 8,7	422	0,22	349	0,27
21	f9	48	355	49,6	264	36,9	80,1	1,34	133,9 ± 11,4	339	0,8	280	0,97
22	g9	42	181	28,9	159	25,4	55,2	1,14	113,6 ± 12,7	186	0,13	154	0,16
			5753		4767			1,21			10,2		12,3

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 120,7 ± 12,2

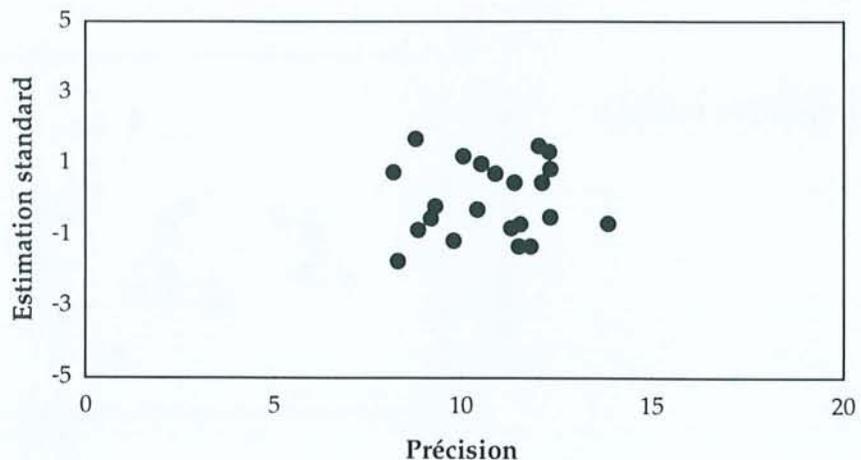
âge groupé = 120,3 ± 3,8

χ<sup>2</sup> = 22,6

ddl = 21

P(χ<sup>2</sup>) > 30%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Escrinet (1070m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	b7	60	15	2,5	14	2,33	6,5	1,07	82,9 ± 30,9	14,4	0,02	14,6	0,02
2	g9	100	226	22,6	229	22,9	64,3	0,99	76,4 ± 7,4	227	0	228	0
			241		243			1,03			0,02		0,02

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 79,6 ± 4,6

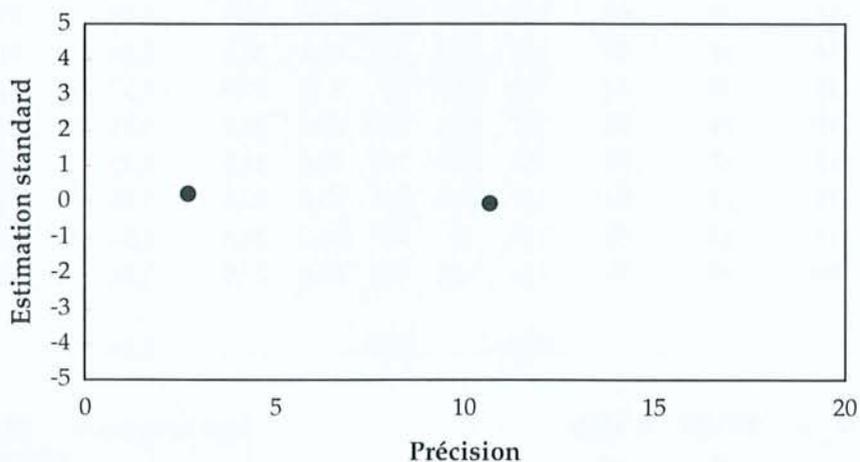
âge groupé = 76,8 ± 7,2

χ<sup>2</sup> = 0,05

ddl = 1

P(χ<sup>2</sup>) > 90%

Graphique radial :



**SOCLE ARDECHOIS : Chavade (1310m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a2	100	164	11	154	10,3	22,4	1,06	106,3 ± 12,2	173	0,47	145	0,57
2	a7	56	138	16,5	97	11,6	25,2	1,42	141,6 ± 19,1	128	0,8	107	0,95
3	b3	56	113	13,5	82	9,83	21,3	1,38	137,2 ± 20,2	106	0,45	88,9	0,53
4	b4	63	195	20,8	180	19,2	41,6	1,08	108,1 ± 11,5	204	0,4	171	0,48
5	b7	50	143	19,2	108	14,5	31,5	1,32	131,9 ± 17,1	137	0,3	114	0,36
6	c4	60	147	16,4	131	14,7	31,8	1,12	112,0 ± 13,7	151	0,12	127	0,15
7	c5	100	308	20,7	220	14,8	32,1	1,40	139,4 ± 12,8	287	1,49	241	1,77
8	c7	54	134	16,7	133	16,5	35,9	1,01	100,6 ± 12,6	145	0,88	122	1,05
9	d3	50	113	15,2	115	15,4	33,5	0,98	98,1 ± 13,2	124	0,99	104	1,18
10	d4	64	84	8,81	76	7,97	17,3	1,11	110,3 ± 17,7	87,1	0,11	72,9	0,13
11	d7	60	112	12,5	102	11,4	24,8	1,10	109,6 ± 15,2	116	0,17	97,5	0,2
12	d8	50	122	16,4	102	13,7	29,7	1,20	119,3 ± 16,3	122	0	102	0
13	e3	60	119	13,3	104	11,6	25,3	1,14	114,1 ± 15,6	121	0,05	102	0,05
14	e6	50	122	16,4	105	14,1	30,6	1,16	115,9 ± 15,7	124	0,02	103	0,02
15	e8	64	104	10,9	89	9,33	20,3	1,17	116,5 ± 17,1	105	0,01	88	0,01
16	f6	50	137	18,4	102	13,7	29,7	1,34	133,8 ± 17,8	130	0,37	109	0,44
17	f7	50	153	20,5	113	15,2	32,9	1,35	134,8 ± 17,1	145	0,47	121	0,56
18	g2	64	127	13,3	103	10,8	23,5	1,23	122,9 ± 16,6	125	0,03	105	0,03
19	g3	60	134	15	127	14,2	30,8	1,06	105,3 ± 13,3	142	0,45	119	0,54
20	g9	70	169	16,2	134	12,8	27,9	1,26	125,7 ± 14,9	165	0,1	138	0,12
			2838		2377			1,20		7,68			9,17

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 119,2 ± 13,5

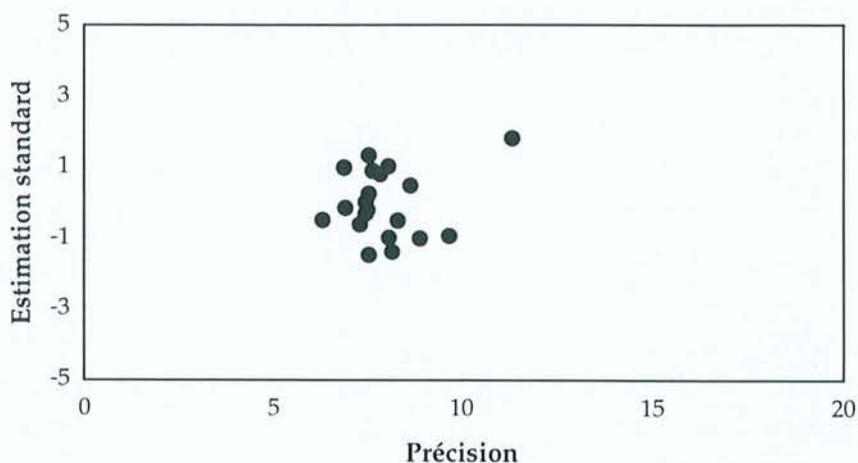
âge groupé = 119,0 ± 4,4

χ<sup>2</sup> = 16,8

ddl = 19

P(χ<sup>2</sup>) > 50%

Graphique radial :



SOCLE ARDECHOIS : Lestrezes (1185m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a7	100	555	37,2	553	37,1	80,6	1,00	100,2 ± 6,5	601	3,59	507	4,26
2	b3	50	279	37,4	217	29,1	63,2	1,29	128,1 ± 12,0	269	0,35	227	0,42
3	b5	56	383	45,9	360	43,1	93,7	1,06	106,2 ± 8,2	403	1,02	340	1,21
4	b6	63	351	37,4	345	36,8	79,8	1,02	101,6 ± 8,1	378	1,9	318	2,26
5	c2	50	360	48,3	296	39,7	86,3	1,22	121,3 ± 10,0	356	0,04	300	0,05
6	c3	60	385	43,1	362	40,5	87,9	1,06	106,2 ± 8,2	405	1,03	342	1,23
7	c5	56	396	47,5	324	38,8	84,3	1,22	121,8 ± 9,6	391	0,07	329	0,08
8	c6	50	335	45	292	39,2	85,1	1,15	114,4 ± 9,6	340	0,08	287	0,1
9	c8	45	229	34,2	204	30,4	66,1	1,12	112,0 ± 11,1	235	0,16	198	0,18
10	d2	50	404	54,2	296	39,7	86,3	1,36	135,9 ± 10,9	380	1,52	320	1,8
11	d3	50	428	57,4	300	40,3	87,4	1,43	142,0 ± 11,3	395	2,73	333	3,24
12	d8	50	356	47,8	321	43,1	93,6	1,11	110,7 ± 8,9	367	0,36	310	0,43
13	e2	35	306	58,7	247	47,4	102,8	1,24	123,5 ± 11,0	300	0,11	253	0,13
14	e4	48	313	43,8	273	38,2	82,9	1,15	114,4 ± 9,9	318	0,08	268	0,1
15	e6	64	424	44,5	344	36,1	78,3	1,23	122,9 ± 9,4	417	0,12	351	0,14
16	f1	50	341	45,8	232	31,1	67,6	1,47	146,2 ± 13,0	311	2,89	262	3,43
17	f3	50	408	54,8	365	49	106,4	1,12	111,5 ± 8,5	420	0,32	353	0,38
18	g2	48	354	49,5	255	35,7	77,4	1,39	138,2 ± 11,9	331	1,66	278	1,97
19	g4	48	342	47,8	278	38,9	84,4	1,23	122,6 ± 10,4	337	0,09	283	0,1
20	g7	50	328	44	265	35,6	77,2	1,24	123,4 ± 10,6	322	0,12	271	0,14
			7277		6129			1,21			18,2		21,7

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 120,2 ± 13,1

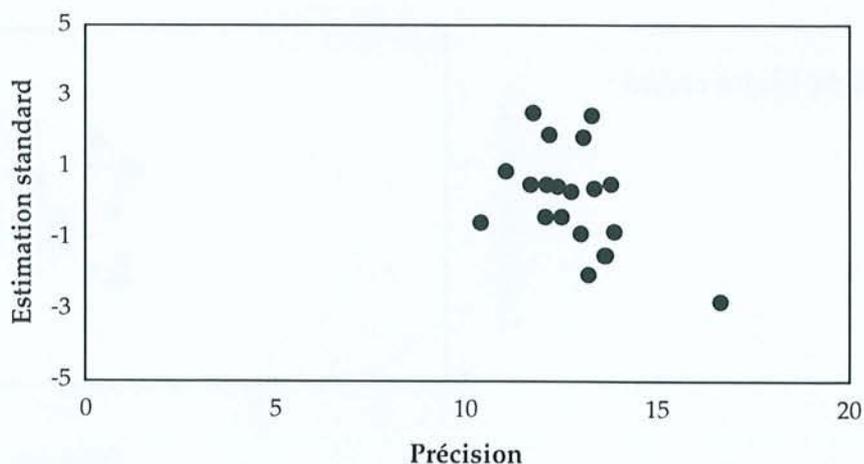
âge groupé = 118,4 ± 3,6

χ<sup>2</sup> = 39,9

ddl = 19

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



SOCLE ARDECHOIS : Le Pendu (1410m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	100	366	24,6	245	16,4	35,7	1,49	148,6 ± 12,8	343	1,55	268	1,98
2	a2	100	324	21,7	268	18	39,1	1,21	120,5 ± 10,4	332	0,21	260	0,26
3	a6	100	297	19,9	306	20,5	44,6	0,97	96,9 ± 8,3	338	5,08	265	6,5
4	b1	100	372	25	332	22,3	48,4	1,12	111,8 ± 8,9	395	1,36	309	1,74
5	b4	80	307	25,8	195	16,4	35,5	1,57	156,5 ± 14,8	282	2,26	220	2,89
6	b6	80	330	27,7	255	21,4	46,4	1,29	128,9 ± 11,2	328	0,01	257	0,01
7	c2	60	221	24,7	187	20,9	45,4	1,18	117,9 ± 12,1	229	0,28	179	0,36
8	c5	70	275	26,4	199	19,1	41,4	1,38	137,6 ± 13,3	266	0,3	208	0,38
9	c7	50	150	20,1	149	20	43,4	1,01	100,5 ± 11,9	168	1,89	131	2,42
10	d4	100	383	25,7	241	16,2	35,1	1,59	158,0 ± 13,6	350	3,06	274	3,92
11	d5	70	172	16,5	124	11,9	25,8	1,39	138,1 ± 16,6	166	0,21	130	0,26
12	d8	70	228	21,9	187	17,9	38,9	1,22	121,5 ± 12,4	233	0,1	182	0,13
13	e6	50	163	21,9	113	15,2	32,9	1,44	143,6 ± 17,9	155	0,42	121	0,54
14	e8	70	240	23	207	19,8	43,1	1,16	115,6 ± 11,3	251	0,47	196	0,61
15	f2	50	175	23,5	139	18,7	40,5	1,26	125,5 ± 14,6	176	0,01	138	0,01
16	f3	50	178	23,9	121	16,2	35,3	1,47	146,4 ± 17,6	168	0,62	131	0,79
17	f6	50	152	20,4	141	18,9	41,1	1,08	107,6 ± 12,9	164	0,94	129	1,21
18	g4	70	238	22,8	204	19,6	42,5	1,17	116,4 ± 11,5	248	0,41	194	0,53
19	g7	70	284	27,2	212	20,3	44,1	1,34	133,4 ± 12,6	278	0,11	218	0,14
20	h3	60	217	24,3	139	15,5	33,8	1,56	155,2 ± 17,3	200	1,48	156	1,89
			5072		3964			1,30		20,8		26,6	

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 129,1 ± 18,6

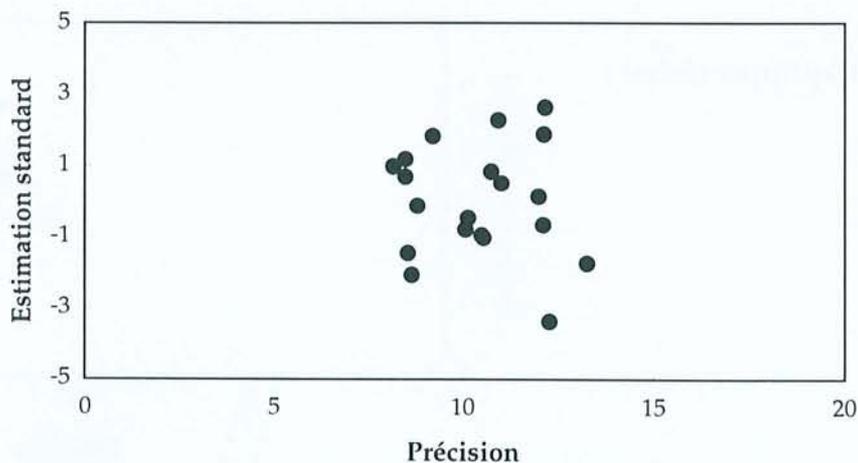
âge groupé = 127,5 ± 4,2

χ<sup>2</sup> = 47,3

ddl = 19

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



SOCLE ARDECHOIS : Col de la Croix Millet (760m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	b1	80	494	41,4	457	38,3	83,2	1,08	107,9 ± 7,5	506	0,29	445	0,33
2	b2	35	224	43	174	33,4	72,4	1,29	128,3 ± 13,3	212	0,7	186	0,8
3	b5	70	474	45,4	374	35,9	77,9	1,27	126,3 ± 9,3	451	1,14	397	1,3
4	b7	80	415	34,8	407	34,1	74,1	1,02	101,8 ± 7,5	437	1,15	385	1,31
5	c3	50	408	54,8	356	47,8	103,8	1,15	114,3 ± 8,8	407	0,01	357	0,01
6	c4	50	377	50,6	310	41,6	90,3	1,22	121,2 ± 9,8	366	0,36	321	0,4
7	c5	100	701	47	558	37,4	81,3	1,26	125,2 ± 7,8	670	1,44	589	1,63
8	c7	50	468	62,8	395	53	115,1	1,18	118,1 ± 8,6	459	0,17	404	0,19
9	c8	100	620	41,6	565	37,9	82,3	1,10	109,5 ± 6,9	631	0,18	554	0,2
10	d6	50	285	38,3	289	38,8	84,2	0,99	98,5 ± 8,6	305	1,37	269	1,56
11	e4	50	277	37,2	287	38,5	83,6	0,97	96,4 ± 8,5	300	1,78	264	2,03
12	f3	48	347	48,5	337	47,1	102,3	1,03	102,8 ± 8,3	364	0,79	320	0,9
13	f5	42	249	39,8	231	36,9	80,1	1,08	107,6 ± 10,2	255	0,16	225	0,18
14	f7	60	198	22,1	206	23	50,0	0,96	96,0 ± 9,8	215	1,34	189	1,53
15	g8	50	299	40,1	285	38,3	83,1	1,05	104,7 ± 9,0	311	0,45	273	0,51
16	h3	42	351	56,1	296	47,3	102,7	1,19	118,2 ± 9,8	344	0,13	303	0,15
17	h5	60	495	55,4	417	46,6	101,3	1,19	118,4 ± 8,4	485	0,19	427	0,22
18	h6	56	408	48,9	337	40,4	87,7	1,21	120,7 ± 9,4	396	0,34	349	0,38
19	i3	70	500	47,9	400	38,4	83,3	1,25	124,6 ± 8,9	479	0,93	421	1,05
20	i8	50	369	49,5	316	42,4	92,1	1,17	116,5 ± 9,4	365	0,05	320	0,06
			7959		6997			1,13				13	14,7

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 112,9 ± 10,4

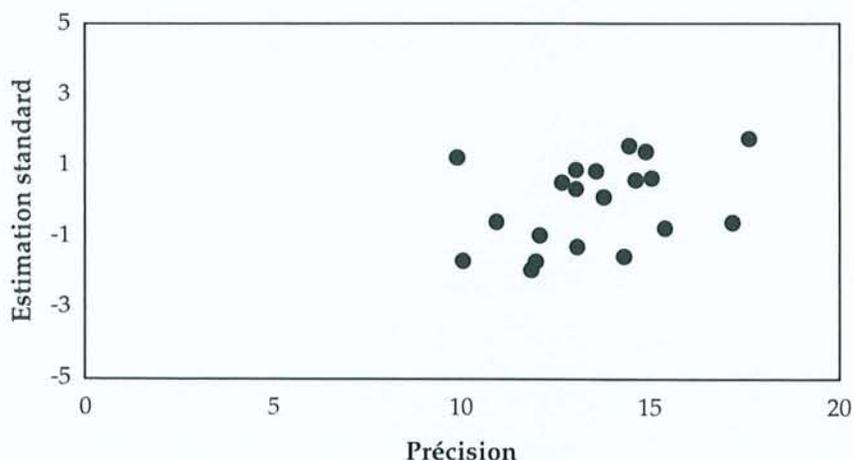
âge groupé = 113,5 ± 3,4

χ<sup>2</sup> = 27,7

ddl = 19

P(χ<sup>2</sup>) > 5%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Ailhon (435m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ
1	a5	100	257	25,7	314	31,4	88,1	0,82	63,4 ± 5,6
2	b1	56	88	15,7	105	18,8	52,6	0,84	64,9 ± 9,5
3	f1	54	95	17,6	100	18,5	52,0	0,95	73,6 ± 10,7
			440		519			0,87	

Calcul du χ <sup>2</sup>			
262	0,09	309	0,08
88,6	0	104	0
89,5	0,34	106	0,29
	0,44		0,37

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 67,3 ± 5,5

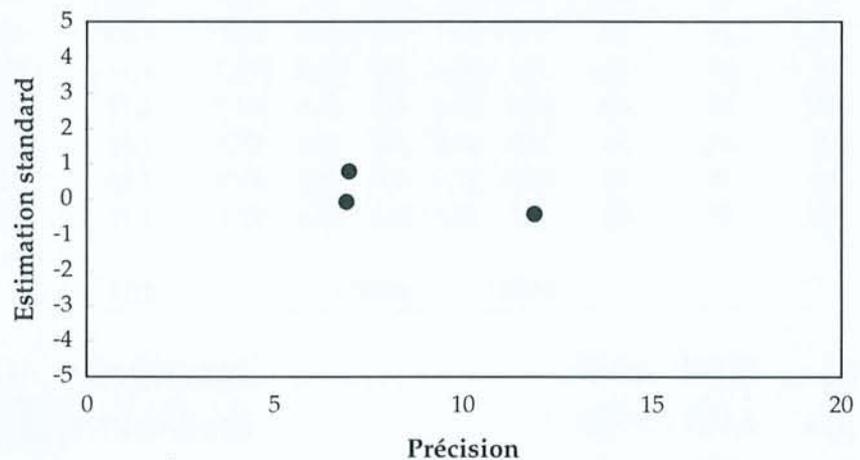
âge groupé = 65,7 ± 4,6

χ<sup>2</sup> = 0,81

ddl = 2

P(χ<sup>2</sup>) > 90%

Graphique radial :



SOCLE ARDECHOIS : Genest (1110m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>	
1	a7	35	64	12,3	53	10,2	22,1	1,21	120,4 ± 22,6	61 0,15 56 0,16
2	b2	45	100	14,9	117	17,4	37,9	0,85	85,4 ± 11,8	113 1,52 104 1,66
3	b3	42	82	13,1	105	16,8	36,4	0,78	78,1 ± 11,7	97,5 2,46 89,5 2,68
4	b7	42	78	12,5	79	12,6	27,4	0,99	98,6 ± 15,9	81,9 0,18 75,1 0,2
5	c2	48	126	17,6	115	16,1	34,9	1,10	109,3 ± 14,4	126 0 115 0
6	c4	56	308	36,9	256	30,7	66,6	1,20	120,0 ± 10,6	294 0,66 270 0,72
7	c5	49	95	13	93	12,7	27,7	1,02	102,0 ± 15,1	98 0,09 90 0,1
8	c7	50	42	5,64	37	4,97	10,8	1,14	113,2 ± 25,7	41,2 0,02 37,8 0,02
9	d1	48	146	20,4	117	16,4	35,5	1,25	124,4 ± 15,7	137 0,58 126 0,63
10	d5	40	83	13,9	59	9,9	21,5	1,41	140,0 ± 24,1	74 1,09 68 1,18
11	d6	42	127	20,3	118	18,9	40,9	1,08	107,4 ± 14,0	128 0 117 0
12	d8	70	128	12,3	110	10,5	22,9	1,16	116,1 ± 15,4	124 0,12 114 0,13
13	e1	40	62	10,4	64	10,7	23,3	0,97	96,8 ± 17,4	65,7 0,21 60,3 0,23
14	e3	36	59	11	61	11,4	24,7	0,97	96,6 ± 17,8	62,6 0,2 57,4 0,22
15	e4	4	28	47	22	36,9	80,1	1,27	126,8 ± 36,3	26,1 0,14 23,9 0,16
16	e5	50	53	7,11	72	9,66	21,0	0,74	73,7 ± 13,5	65,2 2,27 59,8 2,47
17	f1	80	140	11,7	118	9,9	21,5	1,19	118,3 ± 15,1	135 0,22 123 0,24
18	f3	30	59	13,2	52	11,6	25,3	1,13	113,2 ± 21,7	57,9 0,02 53,1 0,02
19	f7	42	130	20,8	150	24	52,0	0,87	86,6 ± 10,6	146 1,75 134 1,9
20	g1	50	54	7,25	40	5,37	11,7	1,35	134,4 ± 28,2	49 0,51 45 0,55
21	g3	56	129	15,5	92	11	23,9	1,40	139,6 ± 19,4	115 1,65 106 1,8
22	g5	50	130	17,4	111	14,9	32,4	1,17	116,8 ± 15,4	126 0,15 115 0,16
			2223		2041			1,10		14 15,3

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 109,9 ± 18,6

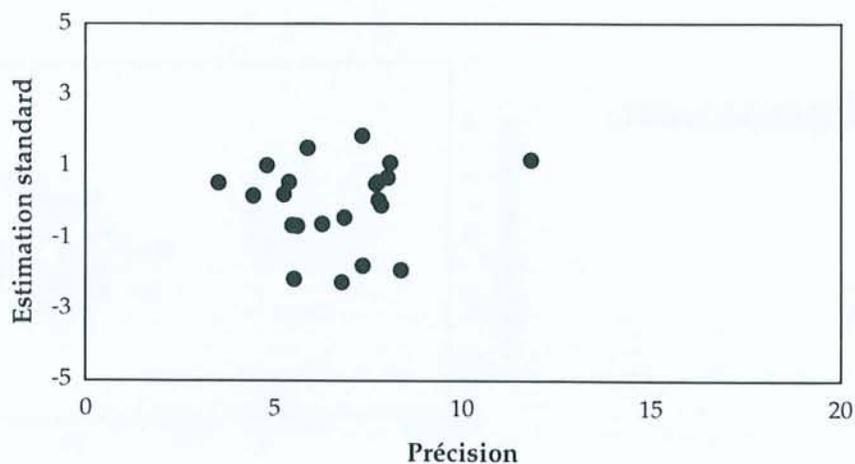
âge groupé = 108,7 ± 4,3

χ<sup>2</sup> = 29,3

ddl = 21

P(χ<sup>2</sup>) > 10%

Graphique radial :



Forages GPF : MM1 229-229,25 (-66,5m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	60	36	6	60	10	28,1	0,60	46,6 ± 9,9	37	0,03	59	0,02
2	a4	70	96	13,7	189	27	75,8	0,51	39,4 ± 5,0	110	1,73	175	1,09
3	a7	50	115	23	193	38,6	108,3	0,60	46,2 ± 5,6	119	0,11	189	0,07
4	a8	100	172	17,2	337	33,7	94,6	0,51	39,6 ± 3,8	196	2,96	313	1,85
5	b1	80	202	25,3	280	35	98,2	0,72	55,9 ± 5,3	186	1,43	296	0,9
6	b4	100	248	24,8	418	41,8	117,3	0,59	46,0 ± 3,9	257	0,29	409	0,18
7	b6	100	139	13,9	252	25,2	70,7	0,55	42,8 ± 4,6	151	0,9	240	0,56
8	b8	100	164	16,4	295	29,5	82,8	0,56	43,1 ± 4,3	177	0,93	282	0,58
9	c4	90	93	10,3	154	17,1	48,0	0,60	46,9 ± 6,3	95,2	0,05	152	0,03
10	c8	100	275	27,5	386	38,6	108,3	0,71	55,2 ± 4,6	255	1,63	406	1,02
11	d3	100	187	18,7	265	26,5	74,4	0,71	54,7 ± 5,4	174	0,95	278	0,6
12	d8	50	233	46,6	306	61,2	171,7	0,76	59,0 ± 5,3	208	3,1	331	1,94
13	e5	100	151	15,1	309	30,9	86,7	0,49	37,9 ± 3,9	177	3,88	283	2,43
14	e7	42	158	37,6	220	52,4	147,0	0,72	55,7 ± 6,0	146	1,05	232	0,66
15	f1	42	156	37,1	213	50,7	142,3	0,73	56,8 ± 6,1	142	1,35	227	0,85
16	g3	49	229	46,7	396	80,8	226,8	0,58	44,9 ± 3,9	241	0,58	384	0,36
17	g4	42	292	69,5	338	80,5	225,8	0,86	66,9 ± 5,6	243	10	387	6,28
18	g6	80	164	20,5	303	37,9	106,3	0,54	42,0 ± 4,2	180	1,41	287	0,88
19	g8	50	48	9,6	65	13	36,5	0,74	57,2 ± 11,0	43,5	0,46	69,5	0,29
20	h3	60	134	22,3	254	42,3	118,8	0,53	41,0 ± 4,5	149	1,6	239	1
21	h5	60	135	22,5	208	34,7	97,3	0,65	50,3 ± 5,7	132	0,06	211	0,04
22	h6	90	231	25,7	376	41,8	117,2	0,61	47,7 ± 4,2	234	0,03	373	0,02
23	h8	56	140	25	244	43,6	122,3	0,57	44,5 ± 4,8	148	0,42	236	0,27
			3798		6061			0,63		35		21,9	

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 48,7 ± 7,6

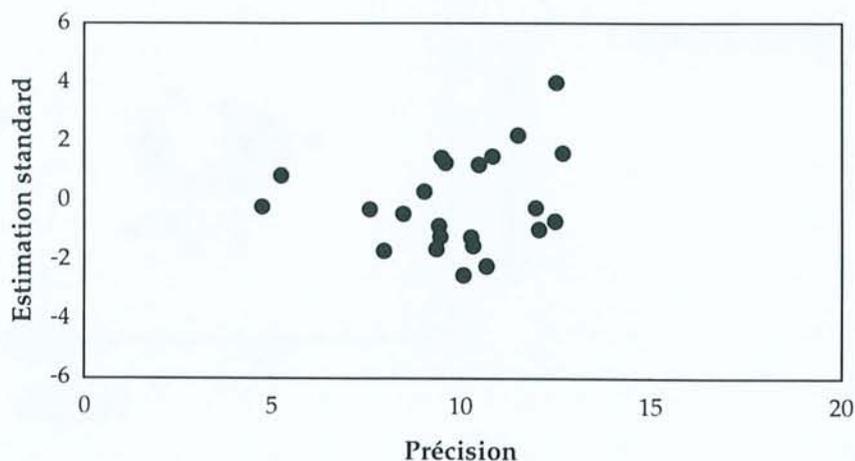
âge groupé = 48,6 ± 1,6

χ<sup>2</sup> = 56,9

ddl = 22

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



Forages GPF : MM1 977,7-977,9 (-815m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	b1	42	64	15,2	99	23,6	66,1	0,65	50,1 ± 8,1	52,2	2,67	111	1,26
2	c1	100	121	12,1	310	31	87,0	0,39	30,3 ± 3,3	138	2,1	293	0,99
3	f6	20	32	16	65	32,5	91,2	0,49	38,2 ± 8,3	31,1	0,03	65,9	0,01
4	j2	45	43	9,56	105	23,3	65,5	0,41	31,8 ± 5,8	47,4	0,41	101	0,19
5	b3	35	12	3,43	27	7,71	21,6	0,44	34,5 ± 12,0	12,5	0,02	26,5	0,01
6	b4	50	55	11	103	20,6	57,8	0,53	41,4 ± 7,0	50,6	0,38	107	0,18
7	h2	50	39	7,8	68	13,6	38,2	0,57	44,5 ± 9,0	34,3	0,66	72,7	0,31
			366		777			0,50				6,26	2,95

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 38,7 ± 7,2

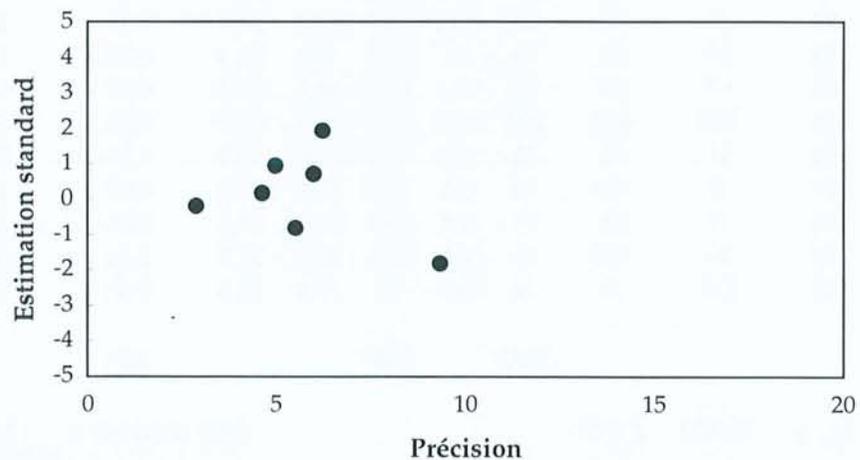
âge groupé = 36,6 ± 2,5

χ<sup>2</sup> = 9,2

ddl = 6

P(χ<sup>2</sup>) > 10%

Graphique radial :



Forages GPF : BA1 1547,7-1547,9 (-1288m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	80	50	6,25	184	23	64,5	0,27	21,1 ± 3,4	57,7	1,02	176	0,33
2	b4	50	72	14,4	207	41,4	116,2	0,35	27,0 ± 3,8	68,7	0,15	210	0,05
3	b6	80	87	10,9	222	27,8	77,9	0,39	30,4 ± 3,9	76,1	1,55	233	0,51
4	b10	50	20	4	56	11,2	31,4	0,36	27,8 ± 7,3	18,7	0,09	57,3	0,03
5	c3	50	27	5,4	103	20,6	57,8	0,26	20,4 ± 4,4	32	0,79	98	0,26
6	c7	90	79	8,78	284	31,6	88,5	0,28	21,6 ± 2,8	89,4	1,22	274	0,4
7	d6	70	90	12,9	255	36,4	102,2	0,35	27,4 ± 3,4	85	0,29	260	0,1
8	d7	100	47	4,7	162	16,2	45,5	0,29	22,6 ± 3,8	51,5	0,39	158	0,13
9	d8	100	59	5,9	219	21,9	61,5	0,27	20,9 ± 3,1	68,5	1,32	210	0,43
10	e6	100	244	24,4	673	67,3	188,8	0,36	28,2 ± 2,2	226	1,44	691	0,47
11	e8	54	82	15,2	235	43,5	122,1	0,35	27,1 ± 3,5	78,1	0,19	239	0,06
12	f8	90	51	5,67	124	13,8	38,7	0,41	31,9 ± 5,4	43,1	1,44	132	0,47
13	f9	100	194	19,4	608	60,8	170,6	0,32	24,8 ± 2,1	198	0,07	604	0,02
14	g6	100	36	3,6	162	16,2	45,5	0,22	17,3 ± 3,2	48,8	3,35	149	1,1
15	g8	90	59	6,56	197	21,9	61,4	0,30	23,3 ± 3,5	63,1	0,26	193	0,09
16	h9	100	195	19,5	543	54,3	152,4	0,36	27,9 ± 2,4	182	0,95	556	0,31
17	i1	70	29	4,14	88	12,6	35,3	0,33	25,6 ± 5,5	28,8	0	88,2	0
18	i10	80	105	13,1	291	36,4	102,1	0,36	28,0 ± 3,3	97,6	0,57	298	0,18
19	j1	50	37	7,4	84	16,8	47,1	0,44	34,2 ± 6,8	29,8	1,73	91,2	0,57
20	j4	40	26	6,5	111	27,8	77,9	0,23	18,2 ± 4,0	33,8	1,78	103	0,58
21	j8	60	22	3,67	66	11	30,9	0,33	25,9 ± 6,4	21,7	0	66,3	0
22	j9	70	22	3,14	69	9,86	27,7	0,32	24,8 ± 6,1	22,4	0,01	68,6	0
23	k5	90	54	6	171	19	53,3	0,32	24,5 ± 3,9	55,4	0,04	170	0,01
24	k7	50	88	17,6	232	46,4	130,2	0,38	29,5 ± 3,8	78,8	1,06	241	0,35
25	k10	100	202	20,2	537	53,7	150,7	0,38	29,2 ± 2,5	182	2,18	557	0,71
26	l4	80	42	5,25	109	13,6	38,2	0,39	29,9 ± 5,5	37,2	0,62	114	0,2
27	l5	100	74	7,4	278	27,8	78,0	0,27	20,7 ± 2,8	86,7	1,87	265	0,61
28	l7	100	74	7,4	289	28,9	81,1	0,26	19,9 ± 2,6	89,4	2,67	274	0,87
29	l9	100	61	6,1	256	25,6	71,8	0,24	18,5 ± 2,7	78,1	3,75	239	1,22
30	l10	70	24	3,43	73	10,4	29,3	0,33	25,6 ± 6,0	23,9	0	73,1	0
			2252		6888			0,32		30,8		10,1	

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 25,1 ± 4,3

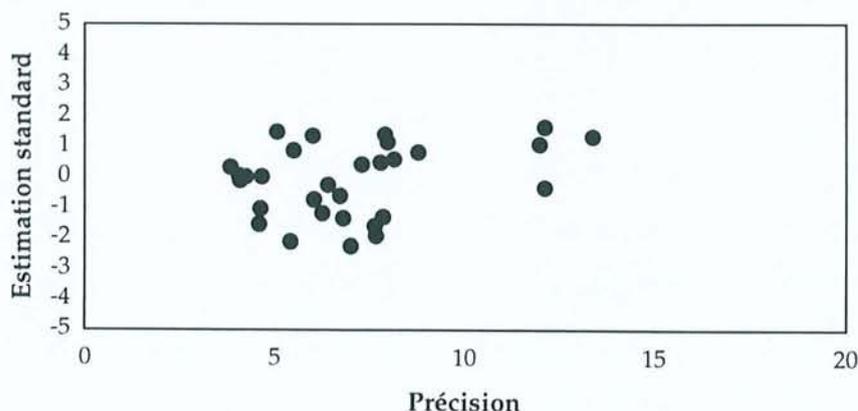
âge groupé = 25,4 ± 0,9

χ<sup>2</sup> = 40,9

ddl = 29

P(χ<sup>2</sup>) > 5%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Montselgues (1040m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ
1	3	35	233	44,7	195	37,4	81,2	1,19	119,1 ± 11,9
2	4	70	424	40,7	363	34,8	75,6	1,17	116,5 ± 8,8
3	5	35	237	45,4	176	33,7	73,3	1,35	134,1 ± 13,8
4	7	63	285	30,4	218	23,2	50,4	1,31	130,2 ± 12,2
5	8	16	112	47	94	39,4	85,6	1,19	118,8 ± 16,9
6	9	35	187	35,9	175	33,6	72,9	1,07	106,7 ± 11,5
7	11	36	286	53,3	256	47,7	103,6	1,12	111,5 ± 10,0
			1764		1477			1,20	

Calcul du χ <sup>2</sup>			
233	0	195	0
428	0,04	359	0,05
225	0,66	188	0,79
274	0,46	229	0,55
112	0	93,9	0
197	0,51	165	0,61
295	0,27	247	0,33
	1,95		2,33

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 119,6 ± 9,7

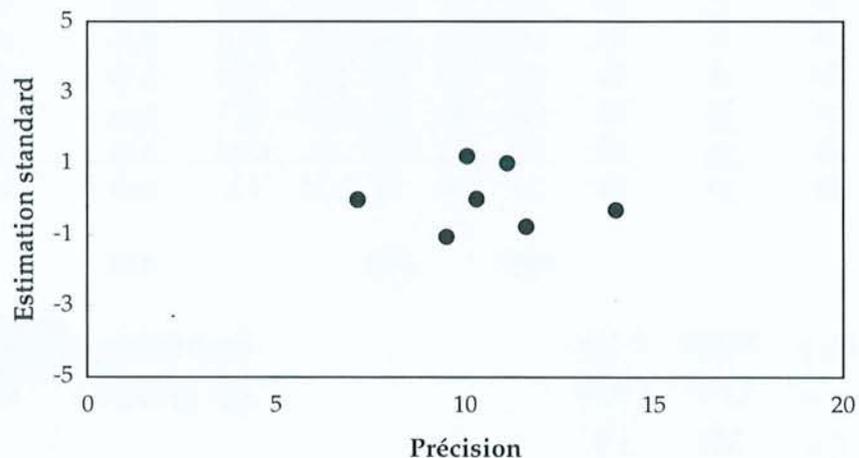
âge groupé = 119,1 ± 5,1

χ<sup>2</sup> = 4,3

ddl = 6

P(χ<sup>2</sup>) > 50%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Planzolles (500m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	50	379	50,9	284	38,1	82,8	1,33	132,9 ± 10,9	302	19,5	361	16,4
2	a2	35	179	34,3	177	33,9	73,7	1,01	101,0 ± 11,0	162	1,73	194	1,45
3	a3	25	27	7,25	49	13,2	28,6	0,55	55,2 ± 13,3	34,6	1,69	41,4	1,41
4	b3	25	55	14,8	59	15,8	34,4	0,93	93,1 ± 17,6	52	0,18	62	0,15
5	b4	63	403	42,9	506	53,9	117,0	0,80	79,7 ± 5,7	414	0,31	495	0,26
6	b6	30	126	28,2	199	44,5	96,7	0,63	63,4 ± 7,4	148	3,31	177	2,77
7	b7	20	94	31,5	109	36,6	79,4	0,86	86,2 ± 12,3	92,5	0,02	110	0,02
8	c1	30	169	37,8	173	38,7	84,0	0,98	97,6 ± 10,8	156	1,1	186	0,92
9	c3	40	73	12,2	146	24,5	53,2	0,50	50,1 ± 7,3	99,8	7,21	119	6,03
10	d2	25	187	50,2	207	55,6	120,7	0,90	90,3 ± 9,4	180	0,31	214	0,26
11	d4	36	274	51,1	390	72,7	157,9	0,70	70,3 ± 5,8	303	2,71	361	2,27
12	d6	28	137	32,8	178	42,7	92,6	0,77	77,0 ± 9,0	144	0,3	171	0,25
13	e2	40	24	4,03	60	10,1	21,9	0,40	40,1 ± 9,7	38,3	5,33	45,7	4,46
14	e3	36	215	40,1	308	57,4	124,7	0,70	69,9 ± 6,4	238	2,29	285	1,92
15	e6	42	104	16,6	114	18,2	39,6	0,91	91,2 ± 12,6	99,4	0,22	119	0,18
16	f1	35	48	9,2	61	11,7	25,4	0,79	78,7 ± 15,3	49,7	0,06	59,3	0,05
17	f2	35	295	56,6	259	49,7	107,8	1,14	113,6 ± 10,1	253	7,15	301	5,99
18	f3	30	228	51	283	63,3	137,5	0,81	80,6 ± 7,4	233	0,1	278	0,09
19	f6	50	244	32,8	309	41,5	90,1	0,79	79,0 ± 7,0	252	0,26	301	0,22
20	f8	30	263	58,8	267	59,7	129,7	0,99	98,4 ± 8,9	242	1,9	288	1,59
21	g3	70	145	13,9	234	22,4	48,7	0,62	62,1 ± 6,7	173	4,46	206	3,73
22	g4	36	205	38,2	247	46	100,0	0,83	83,0 ± 8,1	206	0,01	246	0
23	g5	54	23	2,86	34	4,23	9,2	0,68	67,7 ± 18,4	26	0,34	31	0,29
			3897		4653			0,81		60,5		50,7	

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 80,9 ± 20,8

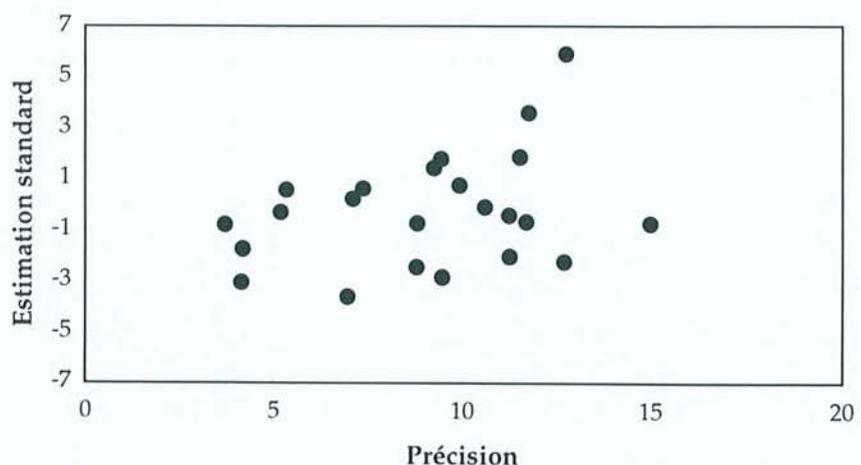
âge groupé = 83,7 ± 2,8

χ<sup>2</sup> = 111

ddl = 22

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Payzac (260m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a8	36	106	29,4	106	29,4	82,6	1,00	77,4 ± 10,8	98,8	0,52	113	0,46
2	c8	48	95	19,8	139	29	81,3	0,68	53,0 ± 7,2	109	1,81	125	1,58
3	g9	56	195	34,8	250	44,6	125,3	0,78	60,5 ± 6,0	207	0,74	238	0,65
4	h8	100	385	38,5	427	42,7	119,8	0,90	69,8 ± 5,2	378	0,11	434	0,1
5	h9	56	118	21,1	162	28,9	81,2	0,73	56,5 ± 7,0	131	1,2	149	1,05
6	h10	50	165	33	142	28,4	79,7	1,16	89,9 ± 10,5	143	3,36	164	2,93
7	j8	25	42	16,8	41	16,4	46,0	1,02	79,3 ± 17,5	38,7	0,28	44,3	0,25
			1106		1267			0,90				8,03	7,01

N<sub>d</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>d</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 69,5 ± 13,5

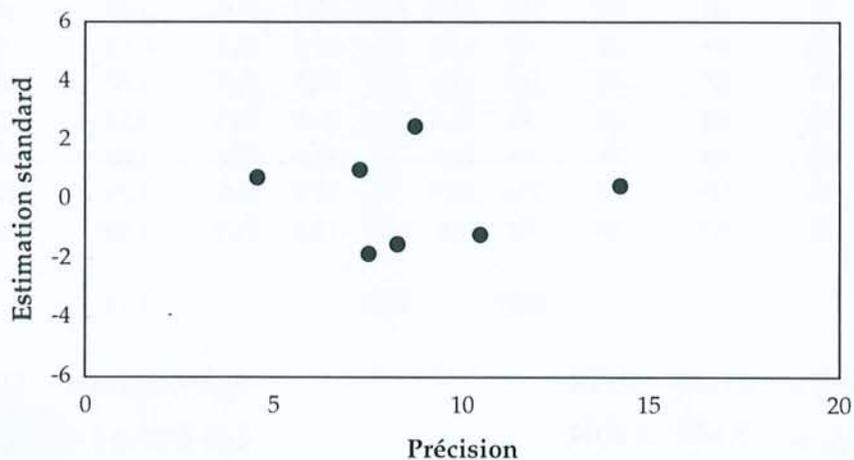
âge groupé = 67,6 ± 3,2

χ<sup>2</sup> = 15,0

ddl = 6

P(χ<sup>2</sup>) < 2%

Graphique radial :



GRANITE DU MONT LOZERE : Col du Pré de la Dame (1415m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a3	49	64	8,77	53	7,26	15,8	1,21	120,4 ± 22,6	61	0,15	56	0,16
2	a4	60	160	17,9	133	14,9	32,3	1,20	119,9 ± 14,4	153	0,34	140	0,37
3	a6	40	80	13,4	72	12,1	26,2	1,11	110,9 ± 18,2	79,2	0,01	72,8	0,01
4	b1	60	123	13,8	103	11,5	25,0	1,19	119,1 ± 16,2	118	0,23	108	0,25
5	b9	54	57	7,08	60	7,46	16,2	0,95	94,9 ± 17,7	61	0,26	56	0,29
6	c2	50	58	7,79	56	7,52	16,3	1,04	103,4 ± 19,5	59,4	0,03	54,6	0,04
7	c4	42	52	8,31	62	9,91	21,5	0,84	83,9 ± 15,9	59,4	0,93	54,6	1,01
8	c7	48	31	4,33	25	3,5	7,6	1,24	123,6 ± 33,4	29,2	0,11	26,8	0,12
9	c9	35	22	4,22	17	3,26	7,1	1,29	128,9 ± 41,8	20,3	0,14	18,7	0,15
10	c10	34	41	8,09	25	4,93	10,7	1,64	163,0 ± 41,6	34,4	1,26	31,6	1,38
11	d6	50	60	8,05	45	6,04	13,1	1,33	132,8 ± 26,4	54,7	0,51	50,3	0,55
12	e4	72	120	11,2	109	10,2	22,1	1,10	109,9 ± 14,8	119	0	110	0
13	e7	49	63	8,63	52	7,12	15,5	1,21	120,8 ± 22,8	60	0,15	55	0,17
14	f2	50	73	9,8	69	9,26	20,1	1,06	105,6 ± 17,9	74	0,01	68	0,02
15	f6	60	44	4,92	30	3,36	7,3	1,47	145,9 ± 34,7	38,6	0,76	35,4	0,83
16	f8	42	76	12,1	106	16,9	36,8	0,72	71,8 ± 10,9	94,9	3,76	87,1	4,09
17	f9	30	96	21,5	81	18,1	39,3	1,19	118,2 ± 18,1	92,3	0,15	84,7	0,16
18	g2	80	101	8,47	124	10,4	22,6	0,81	81,5 ± 11,1	117	2,27	108	2,47
19	g3	70	155	14,9	149	14,3	31,0	1,04	103,8 ± 12,2	158	0,08	146	0,08
20	g8	35	50	9,59	55	10,5	22,9	0,91	90,8 ± 17,9	54,7	0,41	50,3	0,45
21	g9	50	146	19,6	137	18,4	39,9	1,07	106,4 ± 12,9	148	0,02	135	0,02
22	h2	49	85	11,6	69	9,45	20,5	1,23	122,8 ± 20,1	80,3	0,28	73,7	0,3
23	h3	35	84	16,1	83	15,9	34,6	1,01	101,1 ± 15,8	87,1	0,11	79,9	0,12
24	h5	42	116	18,5	92	14,7	31,9	1,26	125,7 ± 17,8	108	0,53	99,6	0,57
25	h7	36	70	13	54	10,1	21,9	1,30	129,2 ± 23,6	64,6	0,44	59,4	0,48
			2027		1861			1,14		12,9		14,1	

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 113,4 ± 20,3

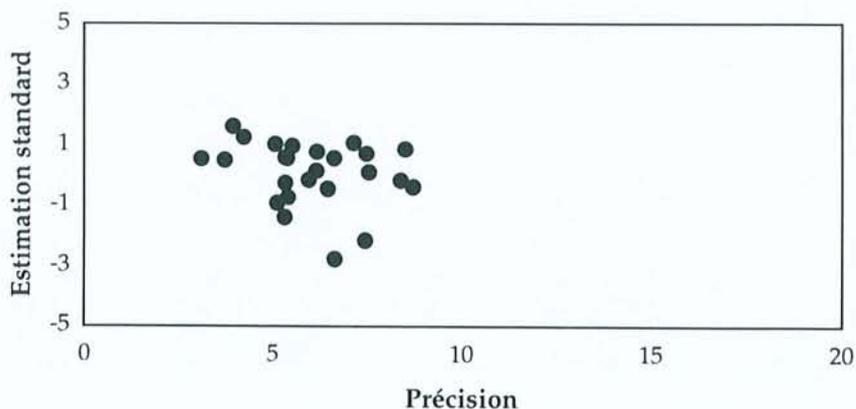
âge groupé = 108,7 ± 4,4

χ<sup>2</sup> = 27,0

ddl = 24

P(χ<sup>2</sup>) > 30%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Aigoual (1565m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	70	132	18,9	76	10,9	27,0	1,74	150,7 ± 22,0	113	3,17	94,9	3,78
2	a4	80	261	32,6	251	31,4	78,1	1,04	90,6 ± 8,3	278	1,08	234	1,28
3	b1	50	87	17,4	76	15,2	37,8	1,14	99,7 ± 15,8	88,6	0,03	74,4	0,03
4	b2	50	61	12,2	32	6,4	15,9	1,91	165,2 ± 36,3	50,6	2,16	42,4	2,57
5	b5	60	67	11,2	46	7,67	19,1	1,46	126,6 ± 24,4	61,4	0,51	51,6	0,6
6	c2	60	94	15,7	61	10,2	25,3	1,54	133,9 ± 22,3	84,3	1,13	70,7	1,34
7	c5	40	56	14	47	11,8	29,2	1,19	103,8 ± 20,7	56	0	47	0
8	c8	40	68	17	47	11,8	29,2	1,45	125,8 ± 24,1	62,5	0,48	52,5	0,57
9	c9	50	83	16,6	64	12,8	31,9	1,30	112,8 ± 19,0	79,9	0,12	67,1	0,14
10	d3	100	113	11,3	105	10,5	26,1	1,08	93,8 ± 12,9	119	0,26	99,5	0,3
11	d4	42	87	20,7	91	21,7	53,9	0,96	83,4 ± 12,7	96,8	0,98	81,2	1,17
12	d6	50	66	13,2	59	11,8	29,4	1,12	97,5 ± 17,6	67,9	0,06	57,1	0,07
13	d7	36	73	20,3	54	15	37,3	1,35	117,6 ± 21,3	69	0,23	58	0,27
14	e2	35	121	34,6	93	26,6	66,1	1,30	113,2 ± 15,9	116	0,19	97,7	0,22
15	e3	50	200	40	155	31	77,2	1,29	112,3 ± 12,3	193	0,26	162	0,3
16	e5	50	59	11,8	55	11	27,4	1,07	93,5 ± 17,7	62	0,14	52	0,17
17	e6	50	110	22	132	26,4	65,7	0,83	72,7 ± 9,6	132	3,53	110	4,2
18	e7	48	55	11,5	39	8,13	20,2	1,41	122,6 ± 25,8	51,1	0,3	42,9	0,36
19	f9	36	106	29,4	91	25,3	62,9	1,16	101,4 ± 14,7	107	0,01	89,9	0,01
20	g3	40	53	13,3	65	16,3	40,5	0,82	71,2 ± 13,3	64,1	1,94	53,9	2,31
			1952		1639			1,26			16,6		19,7

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 109,5 ± 24,0

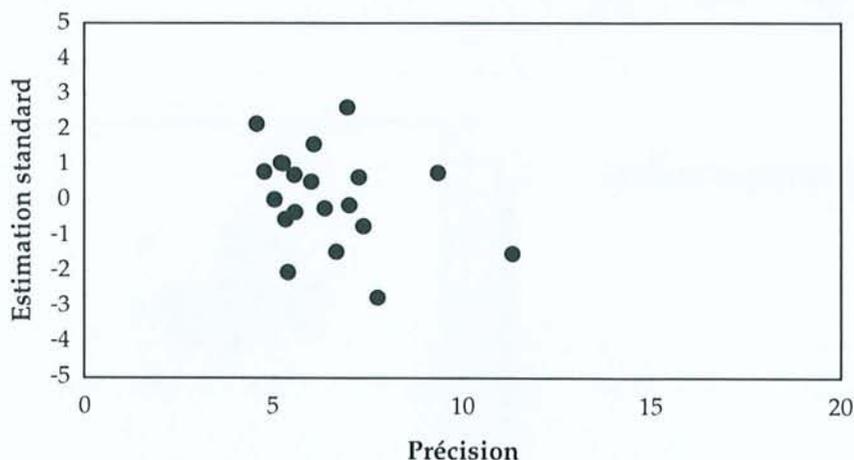
âge groupé = 103,7 ± 4,3

χ<sup>2</sup> = 36,3

ddl = 19

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Saint Jean du Gard (212m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyse : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	70	78	11,1	155	22,1	55,1	0,50	44,0 ± 6,2	79,4	0,02	154	0,01
2	a5	48	69	14,4	156	32,5	80,9	0,44	38,7 ± 5,7	76,6	0,76	148	0,39
3	a7	60	28	4,67	39	6,5	16,2	0,72	62,7 ± 15,6	22,8	1,17	44,2	0,61
4	b3	100	25	2,5	52	5,2	12,9	0,48	42,1 ± 10,3	26,2	0,06	50,8	0,03
5	b5	50	66	13,2	134	26,8	66,7	0,49	43,1 ± 6,6	68,1	0,07	132	0,03
6	b7	100	56	5,6	76	7,6	18,9	0,74	64,4 ± 11,4	45	2,71	87	1,4
7	c3	50	59	11,8	108	21,6	53,8	0,55	47,8 ± 7,8	56,9	0,08	110	0,04
8	c7	100	49	4,9	97	9,7	24,1	0,51	44,2 ± 7,8	49,7	0,01	96,3	0,01
9	d1	56	19	3,39	33	5,89	14,7	0,58	50,3 ± 14,6	17,7	0,09	34,3	0,05
10	d6	80	21	2,63	48	6	14,9	0,44	38,3 ± 10,1	23,5	0,27	45,5	0,14
11	e2	100	103	10,3	161	16,1	40,1	0,64	55,9 ± 7,2	89,9	1,9	174	0,98
12	e4	70	64	9,14	145	20,7	51,6	0,44	38,6 ± 5,9	71,2	0,73	138	0,38
13	e5	60	45	7,5	105	17,5	43,6	0,43	37,5 ± 6,7	51,1	0,73	98,9	0,38
14	e7	100	49	4,9	75	7,5	18,7	0,65	57,1 ± 10,6	42,2	1,08	81,8	0,56
15	f2	100	75	7,5	158	15,8	39,3	0,47	41,5 ± 5,9	79,4	0,24	154	0,12
16	f6	60	98	16,3	194	32,3	80,5	0,51	44,2 ± 5,6	99,5	0,02	193	0,01
17	g2	100	45	4,5	109	10,9	27,1	0,41	36,1 ± 6,5	52,5	1,06	102	0,55
18	g5	70	81	11,6	153	21,9	54,4	0,53	46,3 ± 6,5	79,7	0,02	154	0,01
19	h5	72	82	11,4	209	29	72,3	0,39	34,3 ± 4,6	99,1	2,96	192	1,53
20	h6	90	37	4,11	49	5,44	13,6	0,76	65,9 ± 14,5	29,3	2,03	56,7	1,05
21	h8	100	52	5,2	91	9,1	22,7	0,57	50,0 ± 8,8	48,7	0,22	94,3	0,11
22	i2	100	54	5,4	82	8,2	20,4	0,66	57,6 ± 10,2	46,3	1,27	89,7	0,66
23	i3	100	38	3,8	70	7	17,4	0,54	47,5 ± 9,6	36,8	0,04	71,2	0,02
24	i4	100	40	4	81	8,1	20,2	0,49	43,2 ± 8,4	41,2	0,04	79,8	0,02
			1333		2580			0,54		17,6			9,08

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 47,1 ± 9,1

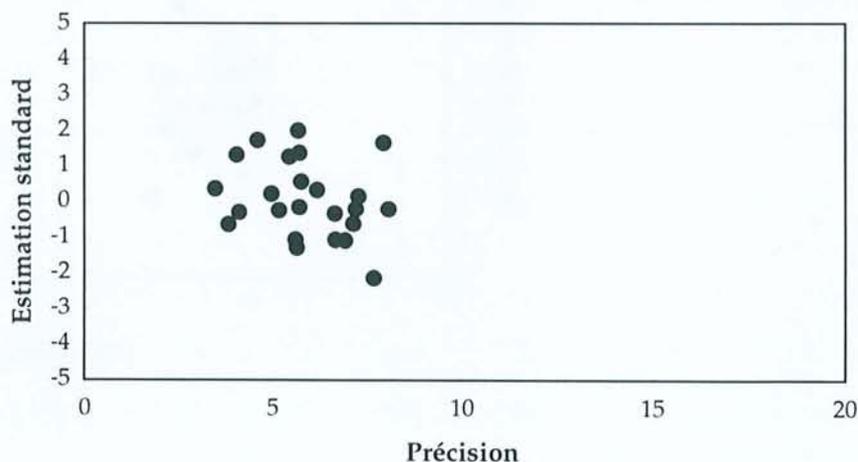
âge groupé = 45,2 ± 1,9

χ<sup>2</sup> = 26,7

ddl = 23

P(χ<sup>2</sup>) > 20%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Col du Mercou (565m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 31/01/96

Temps : 250 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a2	56	225	27	421	50,5	109,6	0,53	53,6 ± 4,6	261	4,85	385	3,28
2	b6	49	54	7,4	76	10,4	22,6	0,71	71,1 ± 12,8	52,4	0,05	77,6	0,03
3	b8	40	92	15,4	140	23,5	51,0	0,66	65,8 ± 9,0	93,6	0,03	138	0,02
4	b9	36	108	20,1	148	27,6	59,9	0,73	73,0 ± 9,4	103	0,22	153	0,15
5	c1	60	50	5,59	66	7,38	16,0	0,76	75,8 ± 14,3	46,8	0,22	69,2	0,15
6	c2	70	46	4,41	81	7,77	16,9	0,57	56,9 ± 10,6	51,2	0,53	75,8	0,36
7	c7	60	106	11,9	140	15,7	34,0	0,76	75,8 ± 9,9	99,2	0,46	147	0,31
8	d1	80	465	39	640	53,7	116,6	0,73	72,7 ± 4,8	446	0,84	659	0,57
9	d5	40	49	8,22	52	8,72	18,9	0,94	94,1 ± 18,9	40,7	1,68	60,3	1,13
10	d6	70	50	4,79	79	7,57	16,4	0,63	63,4 ± 11,6	52	0,08	77	0,05
11	d9	36	54	10,1	89	16,6	36,0	0,61	60,8 ± 10,6	57,7	0,23	85,3	0,16
12	e1	70	227	21,8	331	31,7	68,9	0,69	68,7 ± 6,2	225	0,02	333	0,01
13	e5	40	116	19,5	178	29,9	64,8	0,65	65,3 ± 8,0	119	0,06	175	0,04
14	e7	81	94	7,79	167	13,8	30,0	0,56	56,4 ± 7,4	105	1,21	156	0,82
15	f1	60	94	10,5	133	14,9	32,3	0,71	70,7 ± 9,7	91,6	0,07	135	0,04
16	f3	60	63	7,05	112	12,5	27,2	0,56	56,4 ± 9,0	70,6	0,81	104	0,55
17	f4	36	46	8,58	63	11,7	25,5	0,73	73,1 ± 14,3	44	0,09	65	0,06
18	g5	60	37	4,14	63	7,05	15,3	0,59	58,8 ± 12,3	40,3	0,28	59,7	0,19
19	g6	35	196	37,6	220	42,2	91,6	0,89	89,0 ± 9,0	168	4,75	248	3,21
20	g8	70	85	8,15	140	13,4	29,1	0,61	60,8 ± 8,5	90,7	0,36	134	0,25
			2257		3339			0,68			16,8		11,4

N<sub>d</sub> = 25120 ± 158

ρ<sub>d</sub> = 5,605 ± 0,04

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 68,1 ± 10,7

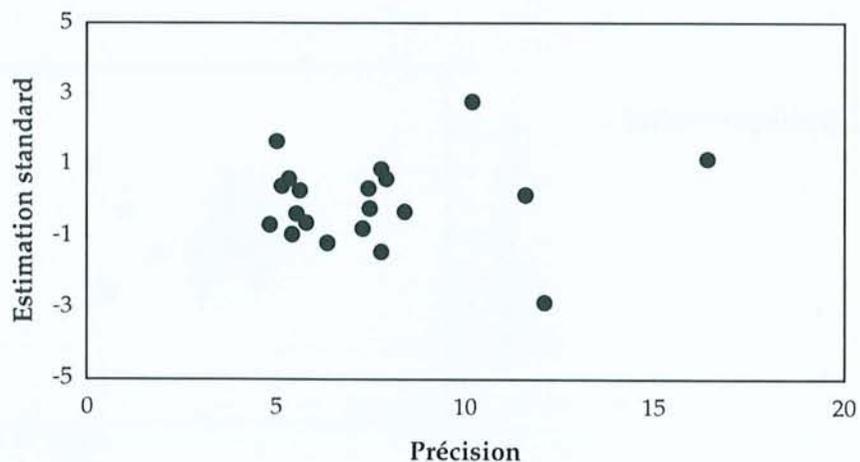
âge groupé = 67,7 ± 2,5

χ<sup>2</sup> = 28,2

ddl = 19

P(χ<sup>2</sup>) > 5%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Asclier 2 (880m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a2	90	74	8,22	98	10,9	27,1	0,76	65,9 ± 10,3	83,1	1	88,9	0,94
2	a5	80	41	5,13	44	5,5	13,7	0,93	81,3 ± 17,8	41,1	0	43,9	0
3	a6	50	65	13	70	14	34,8	0,93	81,0 ± 14,1	65,3	0	69,7	0
4	b5	80	56	7	62	7,75	19,3	0,90	78,8 ± 14,7	57	0,02	61	0,02
5	b7	30	44	14,7	54	18	44,8	0,81	71,1 ± 14,6	47,4	0,24	50,6	0,22
6	c5	40	78	19,5	94	23,5	58,5	0,83	72,4 ± 11,2	83,1	0,32	88,9	0,3
7	c6	40	45	11,3	41	10,3	25,5	1,10	95,6 ± 20,8	41,6	0,28	44,4	0,26
8	c7	70	76	10,9	63	9	22,4	1,21	105,0 ± 18,1	67,2	1,16	71,8	1,08
9	d5	48	111	23,1	123	25,6	63,8	0,90	78,7 ± 10,5	113	0,04	121	0,04
10	e4	72	146	20,3	181	25,1	62,6	0,81	70,4 ± 8,0	158	0,92	169	0,86
11	e5	70	74	10,6	93	13,3	33,1	0,80	69,5 ± 11,0	80,7	0,56	86,3	0,52
12	e8	60	53	8,83	60	10	24,9	0,88	77,1 ± 14,7	54,6	0,05	58,4	0,04
13	f5	48	86	17,9	94	19,6	48,7	0,91	79,8 ± 12,1	87	0,01	93	0,01
14	f6	72	70	9,72	66	9,17	22,8	1,06	92,4 ± 16,0	65,7	0,28	70,3	0,26
15	f8	63	46	7,3	60	9,52	23,7	0,77	67,0 ± 13,2	51,2	0,54	54,8	0,5
16	g2	80	72	9	65	8,13	20,2	1,11	96,5 ± 16,7	66,2	0,5	70,8	0,47
17	g3	48	72	15	74	15,4	38,4	0,97	84,8 ± 14,2	70,6	0,03	75,4	0,03
18	g4	54	75	13,9	59	10,9	27,2	1,27	110,6 ± 19,4	64,8	1,62	69,2	1,51
19	g6	60	150	25	143	23,8	59,3	1,05	91,4 ± 10,9	142	0,5	151	0,46
20	h6	60	51	8,5	54	9	22,4	0,94	82,4 ± 16,2	50,8	0	54,2	0
21	h7	40	55	13,8	48	12	29,9	1,15	99,8 ± 19,9	49,8	0,55	53,2	0,51
			1540		1646			0,96		8,6		8,05	

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 83,4 ± 12,8

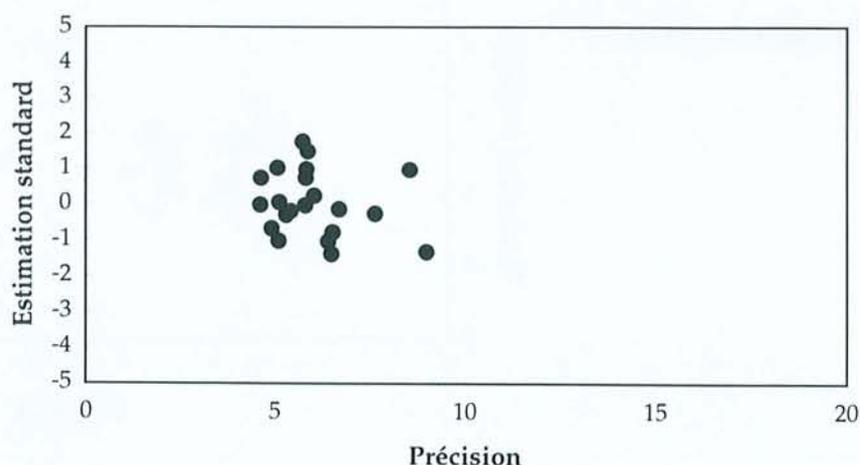
âge groupé = 81,6 ± 3,5

χ<sup>2</sup> = 16,7

ddl = 20

P(χ<sup>2</sup>) > 50%

Graphique radial :



**BORDURE TRIASIQUE : Ste Croix de Caderle (540m)**

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 03/09/96

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	80	231	28,9	301	37,6	105,6	0,77	59,5 ± 5,4	235	0,06	297	0,04
2	a5	72	179	24,9	191	26,5	74,4	0,94	72,6 ± 7,8	163	1,53	207	1,21
3	a8	100	247	24,7	285	28,5	80,0	0,87	67,1 ± 6,1	235	0,65	297	0,52
4	b4	100	326	32,6	299	29,9	83,9	1,09	84,3 ± 7,1	276	9,2	349	7,26
5	b6	100	339	33,9	594	59,4	166,7	0,57	44,3 ± 3,2	411	12,8	522	10,1
6	b9	100	217	21,7	305	30,5	85,6	0,71	55,2 ± 5,1	230	0,76	292	0,6
7	c3	100	321	32,1	409	40,9	114,8	0,78	60,8 ± 4,8	322	0	408	0
8	c9	100	338	33,8	467	46,7	131,0	0,72	56,1 ± 4,2	355	0,82	450	0,64
9	d3	70	183	26,1	225	32,1	90,2	0,81	63,0 ± 6,5	180	0,05	228	0,04
10	d4	100	92	9,2	152	15,2	42,7	0,61	47,0 ± 6,3	108	2,26	136	1,79
11	e2	70	304	43,4	369	52,7	147,9	0,82	63,8 ± 5,2	297	0,17	376	0,14
12	e3	50	118	23,6	262	52,4	147,0	0,45	35,0 ± 4,0	168	14,7	212	11,6
13	e5	50	248	49,6	234	46,8	131,3	1,06	82,0 ± 7,7	213	5,91	269	4,66
14	e6	70	160	22,9	225	32,1	90,2	0,71	55,1 ± 5,9	170	0,56	215	0,45
15	f3	56	258	46,1	316	56,4	158,3	0,82	63,3 ± 5,5	253	0,09	321	0,07
16	g1	50	214	42,8	243	48,6	136,4	0,88	68,2 ± 6,6	202	0,77	255	0,61
17	g3	63	245	38,9	329	52,2	146,5	0,74	57,7 ± 5,1	253	0,26	321	0,21
18	g6	90	57	6,33	79	8,78	24,6	0,72	55,9 ± 9,8	60	0,15	76	0,12
19	g9	50	212	42,4	282	56,4	158,3	0,75	58,3 ± 5,5	218	0,16	276	0,12
20	h5	60	251	41,8	287	47,8	134,2	0,87	67,7 ± 6,1	237	0,79	301	0,63
21	h6	80	266	33,3	238	29,8	83,5	1,12	86,4 ± 8,0	222	8,6	282	6,79
22	i2	100	209	20,9	257	25,7	72,1	0,81	63,0 ± 6,1	206	0,06	260	0,05
23	i5	50	159	31,8	209	41,8	117,3	0,76	59,0 ± 6,4	162	0,07	206	0,05
			5174		6558			0,80		60,4		47,6	

N<sub>a</sub> = 26022 ± 161

ρ<sub>a</sub> = 4,337 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 62,0 ± 12,1

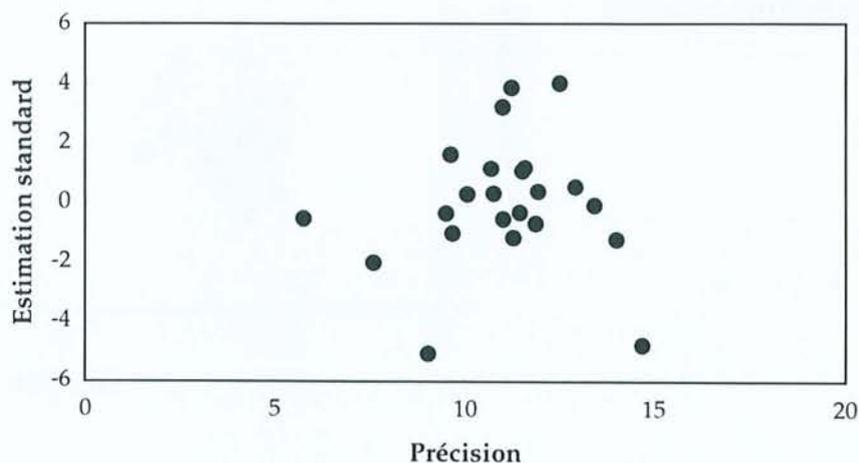
âge groupé = 61,1 ± 1,9

χ<sup>2</sup> = 108

ddl = 22

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Montals (1305m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	56	53	9,46	56	10	24,9	0,95	82,5 ± 15,9	53,7	0,01	55,3	0,01
2	a6	70	58	8,29	77	11	27,4	0,75	65,8 ± 11,6	66,6	1,1	68,4	1,07
3	a7	50	42	8,4	69	13,8	34,4	0,61	53,2 ± 10,5	54,7	2,96	56,3	2,88
4	b2	50	39	7,8	32	6,4	15,9	1,22	106,1 ± 25,4	35	0,45	36	0,44
5	b7	100	75	7,5	85	8,5	21,2	0,88	77,0 ± 12,3	78,9	0,19	81,1	0,19
6	c1	50	119	23,8	101	20,2	50,3	1,18	102,6 ± 14,1	108	1,02	112	0,99
7	c3	40	75	18,8	75	18,8	46,7	1,00	87,2 ± 14,4	74	0,01	76	0,01
8	c4	50	31	6,2	48	9,6	23,9	0,65	56,4 ± 13,1	39	1,62	40	1,58
9	c6	56	67	12	47	8,39	20,9	1,43	123,9 ± 23,8	56,2	2,07	57,8	2,01
10	c8	42	36	8,57	41	9,76	24,3	0,88	76,6 ± 17,6	38	0,1	39	0,1
11	d2	100	104	10,4	105	10,5	26,1	0,99	86,4 ± 12,1	103	0,01	106	0,01
12	d3	50	54	10,8	59	11,8	29,4	0,92	79,8 ± 15,2	55,7	0,05	57,3	0,05
13	d5	50	42	8,4	50	10	24,9	0,84	73,3 ± 15,5	45,4	0,25	46,6	0,24
14	d7	54	50	9,26	44	8,15	20,3	1,14	99,0 ± 20,6	46,4	0,29	47,6	0,28
15	e1	70	121	17,3	134	19,1	47,7	0,90	78,8 ± 10,1	126	0,18	129	0,17
16	e7	50	68	13,6	81	16,2	40,3	0,84	73,3 ± 12,2	73,5	0,41	75,5	0,4
17	f1	54	123	22,8	113	20,9	52,1	1,09	94,8 ± 12,6	116	0,38	120	0,37
18	f3	42	111	26,4	87	20,7	51,6	1,28	111,0 ± 16,1	97,6	1,83	100	1,78
19	f4	50	48	9,6	47	9,4	23,4	1,02	89,0 ± 18,4	46,8	0,03	48,2	0,03
20	g5	42	46	11	46	11	27,3	1,00	87,2 ± 18,3	45,4	0,01	46,6	0,01
21	g6	35	102	29,1	108	30,9	76,8	0,94	82,4 ± 11,6	104	0,02	106	0,02
			1464		1505			0,98			13		12,7

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 85,1 ± 17,2

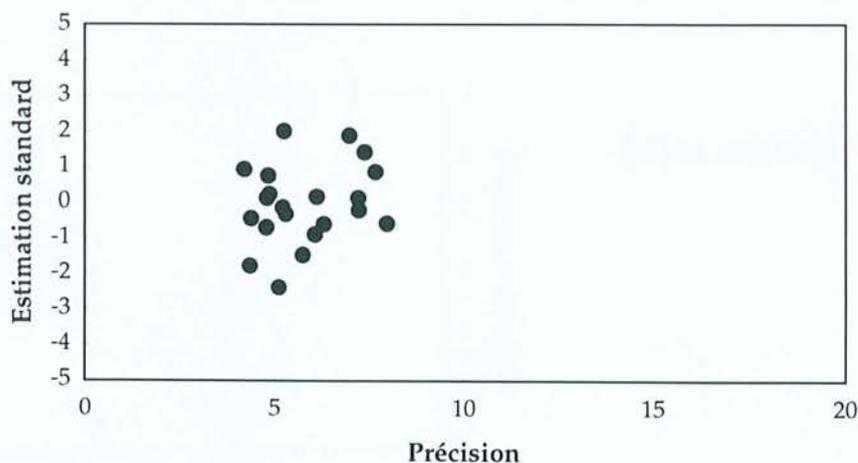
âge groupé = 84,8 ± 3,8

χ<sup>2</sup> = 25,7

ddl = 20

P(χ<sup>2</sup>) > 10%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Le Gasquet (300m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a2	49	54	11	53	10,8	26,9	1,02	88,8 ± 17,3	47	1,05	60	0,82
2	a3	48	101	21	109	22,7	56,5	0,93	80,8 ± 11,3	92,2	0,84	118	0,66
3	a5	70	33	4,71	40	5,71	14,2	0,83	72,0 ± 17,0	32	0,03	41	0,02
4	a6	100	123	12,3	154	15,4	38,3	0,80	69,7 ± 8,6	122	0,02	155	0,01
5	a7	42	34	8,1	52	12,4	30,8	0,65	57,1 ± 12,7	37,8	0,37	48,2	0,29
6	b2	49	74	15,1	101	20,6	51,3	0,73	64,0 ± 9,9	76,8	0,1	98,2	0,08
7	b7	64	53	8,28	95	14,8	36,9	0,56	48,8 ± 8,5	65	2,21	83	1,73
8	b8	50	32	6,4	49	9,8	24,4	0,65	57,1 ± 13,0	35,6	0,36	45,4	0,28
9	c5	40	56	14	55	13,8	34,2	1,02	88,8 ± 17,0	48,7	1,08	62,3	0,85
10	d2	50	68	13,6	119	23,8	59,2	0,57	50,0 ± 7,7	82,1	2,42	105	1,89
11	d3	60	94	15,7	98	16,3	40,7	0,96	83,7 ± 12,3	84,3	1,12	108	0,88
12	e2	35	48	13,7	72	20,6	51,2	0,67	58,3 ± 11,0	52,7	0,42	67,3	0,33
13	e4	90	130	14,4	153	17	42,3	0,85	74,2 ± 9,0	124	0,27	159	0,21
14	e6	40	96	24	137	34,3	85,3	0,70	61,2 ± 8,3	102	0,39	131	0,3
15	f4	90	157	17,4	203	22,6	56,1	0,77	67,5 ± 7,4	158	0,01	202	0,01
16	f5	40	47	11,8	79	19,8	49,2	0,59	52,0 ± 9,7	55,3	1,25	70,7	0,98
17	g4	50	63	12,6	53	10,6	26,4	1,19	103,5 ± 19,5	50,9	2,86	65,1	2,24
18	g5	36	28	7,78	38	10,6	26,3	0,74	64,4 ± 16,1	29	0,03	37	0,03
19	h6	42	74	17,6	94	22,4	55,7	0,79	68,7 ± 10,8	73,8	0	94,2	0
20	i8	100	49	4,9	77	7,7	19,2	0,64	55,6 ± 10,3	55,3	0,72	70,7	0,56
21	i9	40	69	17,3	64	16	39,8	1,08	94,0 ± 16,5	58,4	1,93	74,6	1,51
			1483		1895			0,80		17,5		13,7	

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 69,5 ± 15,4

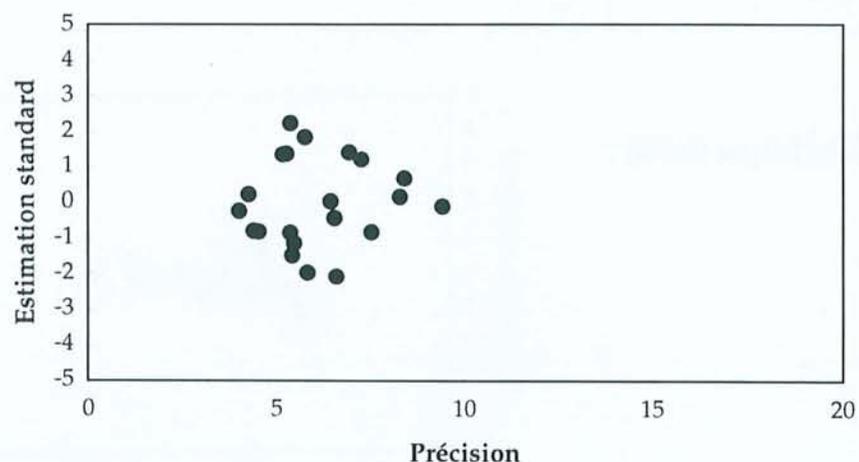
âge groupé = 68,3 ± 2,9

χ<sup>2</sup> = 31,1

ddl = 20

P(χ<sup>2</sup>) > 5%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : La Fourme (200m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyse : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	90	115	12,8	189	21	52,3	0,61	53,2 ± 6,4	111	0,12	193	0,07
2	a4	81	41	5,06	78	9,63	24,0	0,53	46,0 ± 8,9	43,6	0,15	75,4	0,09
3	b1	60	69	11,5	128	21,3	53,1	0,54	47,1 ± 7,1	72,2	0,14	125	0,08
4	b7	54	84	15,6	145	26,9	66,8	0,58	50,7 ± 7,1	83,9	0	145	0
5	c7	100	23	2,3	51	5,1	12,7	0,45	39,5 ± 10,0	27,1	0,62	46,9	0,36
6	d1	60	43	7,17	81	13,5	33,6	0,53	46,4 ± 8,8	45,4	0,13	78,6	0,07
7	d2	50	51	10,2	81	16,2	40,3	0,63	55,0 ± 9,9	48,3	0,15	83,7	0,08
8	d6	70	26	3,71	49	7	17,4	0,53	46,4 ± 11,3	27,5	0,08	47,5	0,05
9	d8	100	141	14,1	244	24,4	60,7	0,58	50,5 ± 5,5	141	0	244	0
10	e1	70	50	7,14	64	9,14	22,8	0,78	68,2 ± 13,0	41,8	1,63	72,2	0,94
11	e2	70	23	3,29	54	7,71	19,2	0,43	37,3 ± 9,3	28,2	0,96	48,8	0,55
12	e5	70	27	3,86	52	7,43	18,5	0,52	45,4 ± 10,8	28,9	0,13	50,1	0,07
13	e6	30	109	36,3	193	64,3	160,1	0,56	49,4 ± 6,0	111	0,02	191	0,01
14	e7	54	39	7,22	66	12,2	30,4	0,59	51,7 ± 10,5	38,5	0,01	66,5	0
15	e8	100	60	6	107	10,7	26,6	0,56	49,0 ± 8,0	61,2	0,02	106	0,01
16	f4	100	43	4,3	65	6,5	16,2	0,66	57,8 ± 11,5	39,6	0,3	68,4	0,17
17	f8	60	34	5,67	56	9,33	23,2	0,61	53,1 ± 11,6	33	0,03	57	0,02
18	g2	60	59	9,83	76	12,7	31,5	0,78	67,8 ± 11,9	49,4	1,85	85,6	1,07
19	g6	70	50	7,14	79	11,3	28,1	0,63	55,3 ± 10,1	47,3	0,16	81,8	0,09
20	g7	60	34	5,67	64	10,7	26,6	0,53	46,5 ± 9,9	35,9	0,1	62,1	0,06
21	g8	60	35	5,83	44	7,33	18,3	0,80	69,5 ± 15,8	28,9	1,27	50,1	0,73
22	h1	90	94	10,4	170	18,9	47,0	0,55	48,4 ± 6,3	96,7	0,08	167	0,04
23	h2	54	62	11,5	117	21,7	53,9	0,53	46,3 ± 7,4	65,6	0,19	113	0,11
24	h6	60	18	3	47	7,83	19,5	0,38	33,5 ± 9,3	23,8	1,42	41,2	0,82
25	h8	70	56	8	98	14	34,8	0,57	50,0 ± 8,5	56,4	0	97,6	0
			1386		2398			0,58		9,55		5,52	

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 50,6 ± 8,7

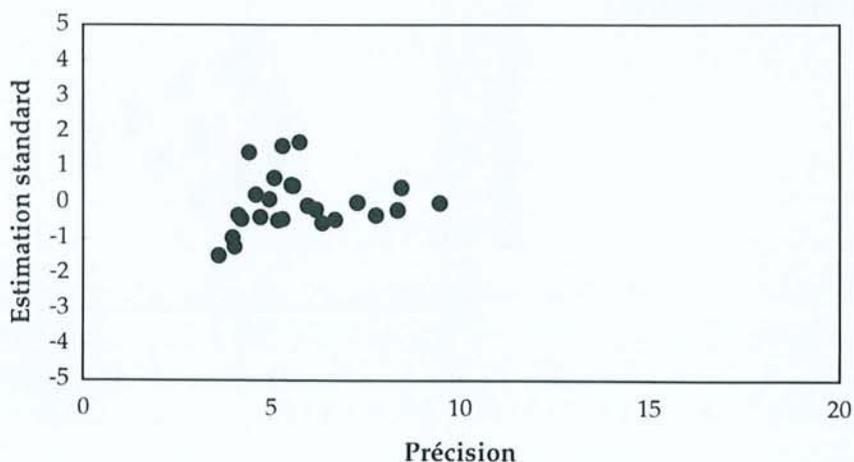
âge groupé = 50,5 ± 2,1

χ<sup>2</sup> = 15,1

ddl = 24

P(χ<sup>2</sup>) > 90%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Grimal (691m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a4	50	88	17,6	147	29,4	73,2	0,60	52,3 ± 7,2	116	6,64	119	6,45
2	a5	72	112	15,6	136	18,9	47,0	0,82	71,9 ± 9,3	122	0,84	126	0,82
3	a7	80	157	19,6	131	16,4	40,8	1,20	104,4 ± 12,6	142	1,62	146	1,57
4	b1	48	41	8,54	47	9,79	24,4	0,87	76,1 ± 16,4	43,3	0,13	44,7	0,12
5	b6	90	84	9,33	89	9,89	24,6	0,94	82,3 ± 12,7	85,2	0,02	87,8	0,02
6	c5	49	25	5,1	25	5,1	12,7	1,00	87,2 ± 24,8	24,6	0,01	25,4	0,01
7	c8	100	94	9,4	94	9,4	23,4	1,00	87,2 ± 12,9	92,6	0,02	95,4	0,02
8	d3	35	81	23,1	83	23,7	59,0	0,98	85,1 ± 13,5	80,8	0	83,2	0
9	d4	100	129	12,9	136	13,6	33,9	0,95	82,7 ± 10,4	131	0,02	134	0,02
10	d6	50	47	9,4	68	13,6	33,9	0,69	60,4 ± 11,6	56,6	1,64	58,4	1,59
11	d8	100	131	13,1	121	12,1	30,1	1,08	94,3 ± 12,1	124	0,38	128	0,37
12	e1	50	126	25,2	133	26,6	66,2	0,95	82,6 ± 10,5	128	0,02	131	0,02
13	e4	70	222	31,7	204	29,1	72,5	1,09	94,8 ± 9,5	210	0,71	216	0,69
14	e8	90	74	8,22	81	9	22,4	0,91	79,7 ± 13,0	76,3	0,07	78,7	0,07
15	f1	50	26	5,2	31	6,2	15,4	0,84	73,2 ± 19,6	28,1	0,15	28,9	0,15
16	f9	40	95	23,8	93	23,3	57,9	1,02	89,1 ± 13,2	92,6	0,06	95,4	0,06
17	g2	50	119	23,8	93	18,6	46,3	1,28	111,4 ± 15,7	104	2,04	108	1,98
18	g4	50	63	12,6	54	10,8	26,9	1,17	101,6 ± 19,0	57,6	0,5	59,4	0,49
19	g6	80	82	10,3	82	10,3	25,5	1,00	87,2 ± 13,8	80,8	0,02	83,2	0,02
20	g7	70	83	11,9	85	12,1	30,2	0,98	85,2 ± 13,3	82,7	0	85,3	0
21	h2	70	50	7,14	64	9,14	22,8	0,78	68,2 ± 13,0	56,1	0,67	57,9	0,65
22	h4	40	33	8,25	25	6,25	15,6	1,32	114,8 ± 30,6	28,6	0,69	29,4	0,67
			1962		2022			0,98		16,3		15,8	

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

âge moyen = 85,1 ± 15,2

χ<sup>2</sup> = 32,0

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

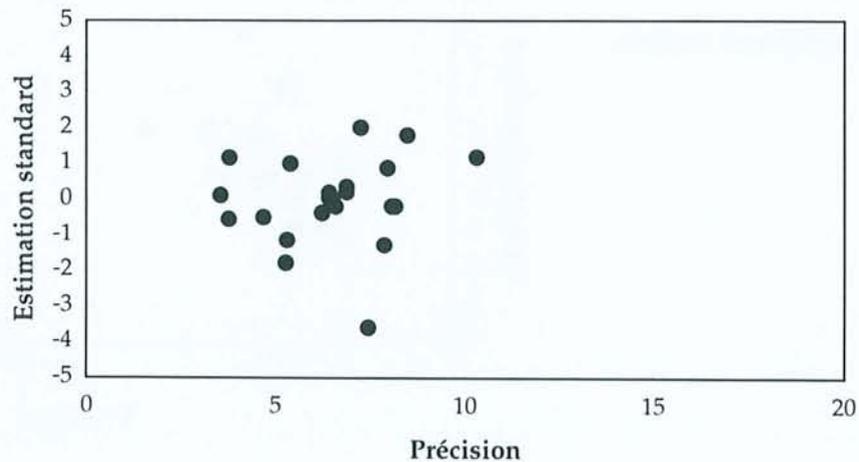
âge groupé = 84,6 ± 3,4

ddl = 21

ζ = 359 ± 9

P(χ<sup>2</sup>) > 5%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Tribale (612m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyse : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a3	72	25	3,47	58	8,06	20,1	0,43	37,7 ± 9,1	32,6	1,76	50,4	1,14
2	a5	40	30	7,5	57	14,3	35,5	0,53	46,0 ± 10,4	34,1	0,5	52,9	0,32
3	b1	40	61	15,3	90	22,5	56,0	0,68	59,2 ± 9,9	59,3	0,05	91,7	0,03
4	b5	49	13	2,65	33	6,73	16,8	0,39	34,5 ± 11,3	18,1	1,41	27,9	0,91
5	c1	36	24	6,67	40	11,1	27,7	0,60	52,5 ± 13,6	25,1	0,05	38,9	0,03
6	c4	70	44	6,29	74	10,6	26,3	0,59	52,0 ± 10,0	46,3	0,12	71,7	0,07
7	d3	40	26	6,5	74	18,5	46,1	0,35	30,8 ± 7,1	39,2	4,47	60,8	2,89
8	d'5	48	28	5,83	54	11,3	28,0	0,52	45,4 ± 10,6	32,2	0,54	49,8	0,35
9	d'7	100	60	6	85	8,5	21,2	0,71	61,7 ± 10,5	56,9	0,17	88,1	0,11
10	e2	63	116	18,4	156	24,8	61,6	0,74	64,9 ± 8,1	107	0,8	165	0,52
11	e7	40	38	9,5	62	15,5	38,6	0,61	53,6 ± 11,1	39,2	0,04	60,8	0,03
12	e8	48	11	2,29	18	3,75	9,3	0,61	53,4 ± 20,5	11,4	0,01	17,6	0,01
13	f2	35	15	4,29	23	6,57	16,4	0,65	57,0 ± 19,0	14,9	0	23,1	0
14	f7	60	17	2,83	41	6,83	17,0	0,41	36,3 ± 10,5	22,8	1,46	35,2	0,94
15	f8	60	62	10,3	98	16,3	40,7	0,63	55,3 ± 9,1	62,8	0,01	97,2	0,01
16	g4	72	76	10,6	99	13,8	34,2	0,77	67,0 ± 10,4	68,7	0,78	106	0,5
17	g5	90	25	2,78	49	5,44	13,6	0,51	44,6 ± 11,0	29	0,56	45	0,36
18	h7	56	42	7,5	40	7,14	17,8	1,05	91,5 ± 20,3	32,2	3	49,8	1,94
19	h8	80	70	8,75	54	6,75	16,8	1,30	112,8 ± 20,6	48,7	9,35	75,3	6,04
20	i3	64	49	7,66	65	10,2	25,3	0,75	65,8 ± 12,6	44,7	0,41	69,3	0,26
21	i5	56	11	1,96	35	6,25	15,6	0,31	27,5 ± 9,5	18,1	2,76	27,9	1,78
			843		1305			0,63			28,3		18,3

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 54,8 ± 19,8

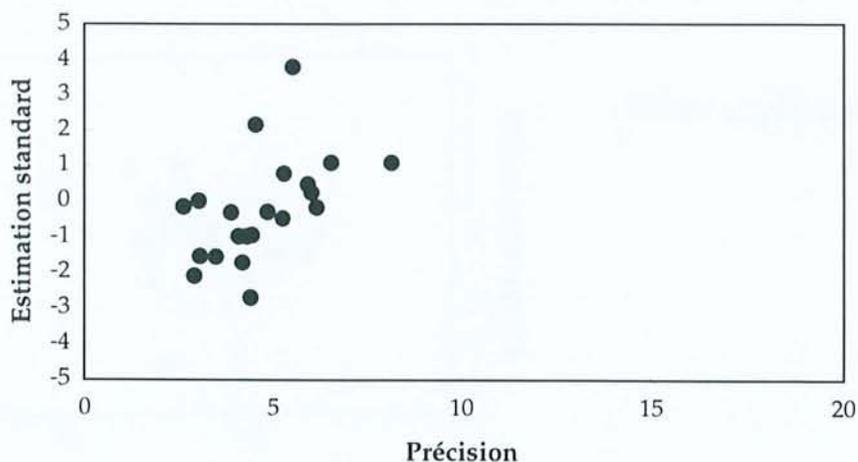
âge groupé = 56,5 ± 2,9

χ<sup>2</sup> = 46,5

ddl = 20

P(χ<sup>2</sup>) < 1%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Le Ranc (350m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a3	70	157	22,4	235	33,6	83,6	0,67	58,4 ± 6,2	158	0,01	234	0,01
2	a4	90	102	11,3	131	14,6	36,2	0,78	68,0 ± 9,1	94,2	0,65	139	0,44
3	a6	36	35	9,72	48	13,3	33,2	0,73	63,7 ± 14,2	33,6	0,06	49,4	0,04
4	a7	48	36	7,5	73	15,2	37,9	0,49	43,1 ± 8,9	44,1	1,48	64,9	1
5	b4	45	60	13,3	119	26,4	65,8	0,50	44,1 ± 7,1	72,4	2,11	107	1,43
6	b5	48	89	18,5	122	25,4	63,3	0,73	63,7 ± 9,0	85,3	0,16	126	0,11
7	b6	63	20	3,17	38	6,03	15,0	0,53	46,0 ± 12,8	23,4	0,51	34,6	0,34
8	b7	60	38	6,33	55	9,17	22,8	0,69	60,4 ± 12,8	37,6	0	55,4	0
9	d1	70	73	10,4	126	18	44,8	0,58	50,7 ± 7,6	80,5	0,69	119	0,47
10	d2	50	41	8,2	60	12	29,9	0,68	59,7 ± 12,2	40,8	0	60,2	0
11	d4	64	107	16,7	163	25,5	63,4	0,66	57,4 ± 7,3	109	0,04	161	0,03
12	d5	60	156	26	154	25,7	63,9	1,01	88,3 ± 10,3	125	7,51	185	5,09
13	d8	60	46	7,67	70	11,7	29,0	0,66	57,4 ± 11,0	46,9	0,02	69,1	0,01
14	e1	50	42	8,4	57	11,4	28,4	0,74	64,4 ± 13,2	40	0,1	59	0,07
15	e2	40	50	12,5	89	22,3	55,4	0,56	49,1 ± 8,8	56,2	0,68	82,8	0,46
16	e5	50	62	12,4	96	19,2	47,8	0,65	56,4 ± 9,3	63,9	0,06	94,1	0,04
17	e6	50	80	16	111	22,2	55,3	0,72	63,0 ± 9,4	77,2	0,1	114	0,07
18	e8	70	129	18,4	168	24	59,7	0,77	67,1 ± 8,0	120	0,66	177	0,45
19	f6	50	90	18	125	25	62,2	0,72	62,9 ± 8,8	86,9	0,11	128	0,07
20	f8	63	45	7,14	66	10,5	26,1	0,68	59,6 ± 11,6	44,9	0	66,1	0
21	g3	54	33	6,11	53	9,81	24,4	0,62	54,4 ± 12,1	34,8	0,09	51,2	0,06
22	g6	70	70	10	101	14,4	35,9	0,69	60,6 ± 9,5	69,1	0,01	102	0,01
23	g7	90	35	3,89	73	8,11	20,2	0,48	42,0 ± 8,7	43,7	1,72	64,3	1,17
24	g8	63	35	5,56	65	10,3	25,7	0,54	47,1 ± 9,9	40,4	0,73	59,6	0,49
25	h3	80	35	4,38	60	7,5	18,7	0,58	51,0 ± 10,9	38,4	0,3	56,6	0,21
26	h4	60	30	5	41	6,83	17,0	0,73	63,9 ± 15,4	28,7	0,06	42,3	0,04
			1696		2499			0,66				17,9	12,1

N<sub>a</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>a</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 57,8 ± 9,9

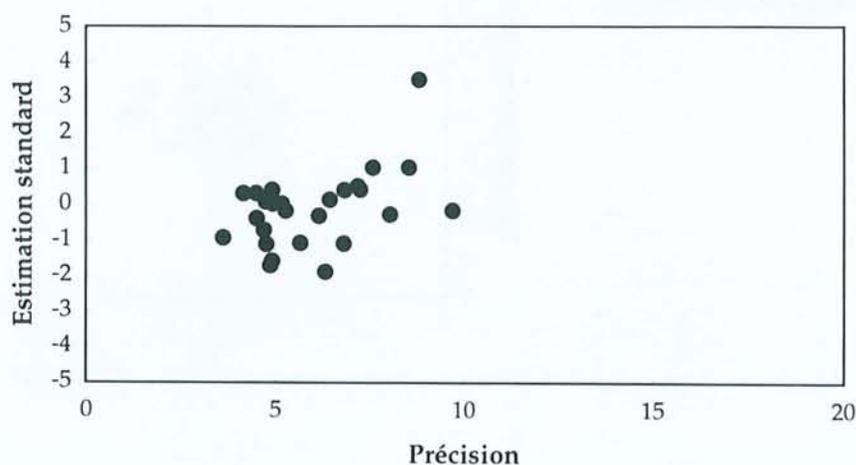
âge groupé = 59,3 ± 2,4

χ<sup>2</sup> = 30,0

ddl = 25

P(χ<sup>2</sup>) > 20%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Perriers (950m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>				
1	a2	100	133	13,3	118	11,8	29,4	1,13	98,2 ± 12,7	126	0,41	125	0,41
2	b6	40	42	10,5	39	9,75	24,3	1,08	93,8 ± 21,0	40,6	0,05	40,4	0,05
3	b7	49	79	16,1	85	17,3	43,2	0,93	81,1 ± 12,8	82,2	0,13	81,8	0,13
4	c1	56	58	10,4	57	10,2	25,3	1,02	88,7 ± 16,7	57,7	0	57,3	0
5	c5	70	105	15	114	16,3	40,5	0,92	80,3 ± 11,0	110	0,21	109	0,21
6	c9	60	176	29,3	200	33,3	83,0	0,88	76,8 ± 8,2	189	0,83	187	0,83
7	d6	50	49	9,8	54	10,8	26,9	0,91	79,2 ± 15,7	51,6	0,13	51,4	0,14
8	e1	70	191	27,3	199	28,4	70,8	0,96	83,7 ± 8,7	196	0,1	194	0,1
9	e3	100	136	13,6	133	13,3	33,1	1,02	89,1 ± 11,1	135	0,01	134	0,01
10	e4	42	59	14	48	11,4	28,4	1,23	107,0 ± 21,0	53,6	0,54	53,4	0,54
11	e7	63	62	9,84	65	10,3	25,7	0,95	83,2 ± 14,9	63,7	0,04	63,3	0,04
12	e8	54	38	7,04	53	9,81	24,4	0,72	62,6 ± 13,4	45,6	1,27	45,4	1,28
13	f2	70	144	20,6	139	19,9	49,4	1,04	90,3 ± 11,0	142	0,03	141	0,03
14	f4	50	58	11,6	67	13,4	33,4	0,87	75,5 ± 13,7	62,7	0,35	62,3	0,35
15	f8	90	89	9,89	83	9,22	23,0	1,07	93,4 ± 14,4	86,2	0,09	85,8	0,09
16	g4	50	67	13,4	53	10,6	26,4	1,26	110,0 ± 20,4	60,2	0,78	59,8	0,78
17	g5	70	87	12,4	86	12,3	30,6	1,01	88,2 ± 13,6	86,7	0	86,3	0
18	g8	70	64	9,14	59	8,43	21,0	1,08	94,5 ± 17,2	61,7	0,09	61,3	0,09
19	h6	54	77	14,3	73	13,5	33,7	1,05	91,9 ± 15,2	75,2	0,04	74,8	0,04
20	h7	80	99	12,4	85	10,6	26,4	1,16	101,4 ± 15,2	92,2	0,49	91,8	0,5
21	h8	45	71	15,8	64	14,2	35,4	1,11	96,7 ± 16,8	67,7	0,16	67,3	0,16
			1884		1874			1,02			5,76		5,79

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 88,9 ± 11,1

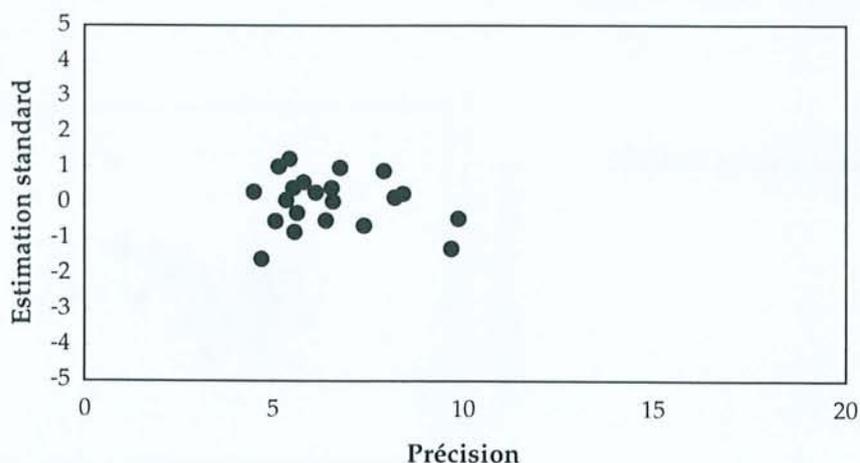
âge groupé = 87,7 ± 3,6

χ<sup>2</sup> = 11,5

ddl = 20

P(χ<sup>2</sup>) > 90%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Le Berquet (280m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>	
1	a2	36	54	15	77	21,4	53,2	0,70	61,3 ± 11,0	51,9 0,08 79,1 0,06
2	a3	70	23	3,29	46	6,57	16,4	0,50	43,7 ± 11,2	27,3 0,69 41,7 0,45
3	a7	100	56	5,6	113	11,3	28,1	0,50	43,4 ± 7,2	67 1,79 102 1,18
4	b1	70	58	8,29	118	16,9	42,0	0,49	43,0 ± 7,0	69,7 1,98 106 1,3
5	b4	50	58	11,6	94	18,8	46,8	0,62	53,9 ± 9,1	60,2 0,08 91,8 0,05
6	c2	56	64	11,4	103	18,4	45,8	0,62	54,3 ± 8,7	66,2 0,07 101 0,05
7	c3	50	111	22,2	110	22	54,8	1,01	88,0 ± 12,0	87,6 6,27 133 4,12
8	c5	40	49	12,3	70	17,5	43,6	0,70	61,2 ± 11,5	47,2 0,07 71,8 0,05
9	c6	49	40	8,16	62	12,7	31,5	0,65	56,4 ± 11,5	40,4 0 61,6 0
10	d2	32	14	4,38	20	6,25	15,6	0,70	61,2 ± 21,4	13,5 0,02 20,5 0,01
11	d4	70	32	4,57	53	7,57	18,8	0,60	52,8 ± 11,9	33,7 0,08 51,3 0,05
12	d6	60	46	7,67	63	10,5	26,1	0,73	63,8 ± 12,5	43,2 0,18 65,8 0,12
13	e3	40	69	17,3	84	21	52,3	0,82	71,7 ± 11,8	60,6 1,16 92,4 0,76
14	e4	48	82	17,1	94	19,6	48,7	0,87	76,1 ± 11,7	69,7 2,16 106 1,42
15	e6	50	90	18	139	27,8	69,2	0,65	56,6 ± 7,8	90,7 0,01 138 0
16	e7	32	31	9,69	77	24,1	59,9	0,40	35,2 ± 7,5	42,8 3,25 65,2 2,13
17	f3	50	54	10,8	84	16,8	41,8	0,64	56,2 ± 9,9	54,7 0,01 83,3 0,01
18	f6	40	53	13,3	103	25,8	64,1	0,51	45,0 ± 7,7	61,8 1,26 94,2 0,82
19	f7	70	72	10,3	99	14,1	35,2	0,73	63,5 ± 10,0	67,8 0,27 103 0,17
20	g3	45	81	18	128	28,4	70,8	0,63	55,3 ± 8,0	82,8 0,04 126 0,03
21	g8	40	39	9,75	55	13,8	34,2	0,71	61,9 ± 13,1	37,2 0,08 56,8 0,05
			1176		1792			0,66		19,6 12,8

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 57,4 ± 12,1

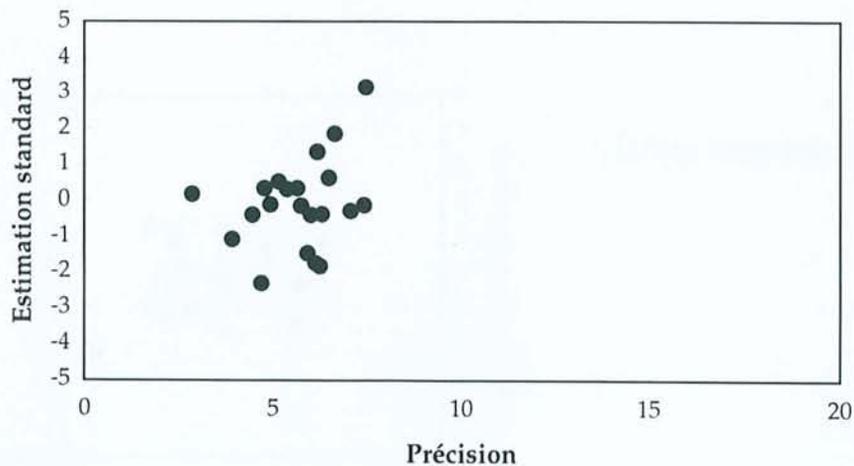
âge groupé = 57,4 ± 2,6

χ<sup>2</sup> = 32,4

ddl = 20

P(χ<sup>2</sup>) < 5%

Graphique radial :



GRANITE DE SAINT GUIRAL LIRON : Clède (430m)

Irradiation : ORPHEE (P1)

Date : 28/10/97

Temps : 240 sec

Analyste : JB

	grain	aire	N <sub>s</sub>	ρ <sub>s</sub>	N <sub>i</sub>	ρ <sub>i</sub>	U	N <sub>s</sub> /N <sub>i</sub>	Age ± 1σ	Calcul du χ <sup>2</sup>			
1	a1	64	222	34,7	214	33,4	83,2	1,04	90,4 ± 8,9	218	0,07	218	0,07
2	a3	50	46	9,2	42	8,4	20,9	1,10	95,4 ± 20,5	44	0,09	44	0,09
3	a4	80	154	19,3	193	24,1	60,1	0,80	69,7 ± 7,7	174	2,2	173	2,2
4	a6	60	132	22	110	18,3	45,6	1,20	104,5 ± 13,7	121	0,99	121	0,99
5	b5	64	100	15,6	116	18,1	45,1	0,86	75,2 ± 10,4	108	0,6	108	0,6
6	b7	49	75	15,3	60	12,2	30,5	1,25	108,8 ± 19,0	67,5	0,83	67,5	0,83
7	c1	100	84	8,4	95	9,5	23,6	0,88	77,2 ± 11,7	89,5	0,34	89,5	0,34
8	c3	70	117	16,7	129	18,4	45,9	0,91	79,1 ± 10,3	123	0,3	123	0,3
9	d4	80	27	3,38	29	3,63	9,0	0,93	81,2 ± 21,8	28	0,04	28	0,04
10	d5	50	43	8,6	46	9,2	22,9	0,93	81,5 ± 17,4	44,5	0,05	44,5	0,05
11	d7	80	66	8,25	69	8,63	21,5	0,96	83,4 ± 14,5	67,5	0,03	67,5	0,03
12	e2	60	64	10,7	69	11,5	28,6	0,93	80,9 ± 14,2	66,5	0,1	66,5	0,1
13	e5	50	70	14	69	13,8	34,4	1,01	88,4 ± 15,2	69,5	0	69,5	0
14	e6	60	23	3,83	17	2,83	7,1	1,35	117,7 ± 37,8	20	0,45	20	0,45
15	e7	70	108	15,4	93	13,3	33,1	1,16	101,1 ± 14,5	101	0,56	100	0,56
16	f6	60	98	16,3	94	15,7	39,0	1,04	90,9 ± 13,3	96	0,04	96	0,04
17	g1	80	102	12,8	106	13,3	33,0	0,96	83,9 ± 11,8	104	0,04	104	0,04
18	g2	80	60	7,5	76	9,5	23,6	0,79	68,9 ± 12,0	68	0,94	68	0,95
19	g5	100	26	2,6	37	3,7	9,2	0,70	61,4 ± 15,8	31,5	0,96	31,5	0,96
20	g8	70	302	43,1	262	37,4	93,2	1,15	100,4 ± 8,8	282	1,41	282	1,41
21	h2	60	50	8,33	49	8,17	20,3	1,02	89,0 ± 18,0	49,5	0	49,5	0
22	h4	60	49	8,17	42	7	17,4	1,17	101,6 ± 21,5	45,5	0,27	45,5	0,27
23	h9	90	22	2,44	22	2,44	6,1	1,00	87,2 ± 26,4	22	0	22	0
			2040		2039			1,01		10,3		10,3	

N<sub>d</sub> = 29334 ± 171

ρ<sub>d</sub> = 4,889 ± 0,03

ζ = 359 ± 9

âge moyen = 87,8 ± 13,7

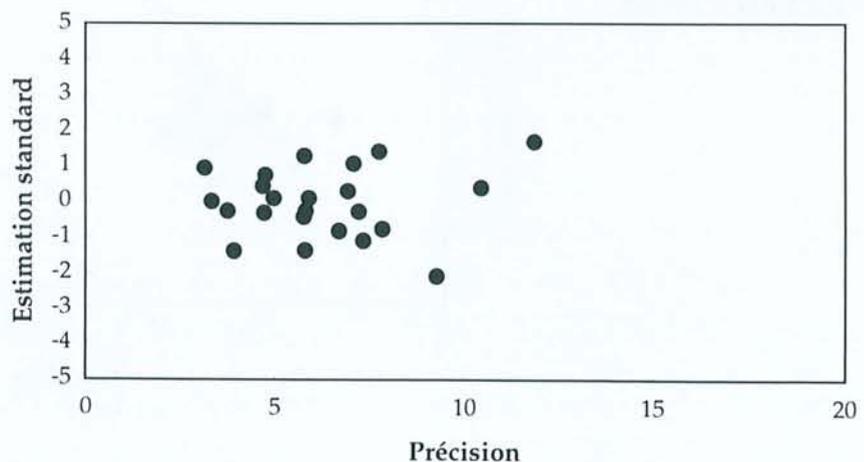
âge groupé = 87,2 ± 3,5

χ<sup>2</sup> = 20,6

ddl = 22

P(χ<sup>2</sup>) > 50%

Graphique radial :



## ANNEXE III

### ANALYSE A LA MICROSONDE ELECTRONIQUE

Tableau de résultats pour les échantillons :

- du Bassin de Paris
  - de mer du Nord
  - les échantillons de la bordure Sud-Est du Massif Central
  - les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable
-

Les éléments majeurs présents dans les cristaux d'apatite ont été analysés par une microsonde électronique CAMECA SX 50 soit au service commun de microanalyse de l'Université Nancy I pour les échantillons du bassin de Paris, de mer du Nord, de Balazuc et du socle ardéchois soit au laboratoire de sédimentologie et de géochimie de l'Université Paris Sud pour les échantillons du granite de St Guiral Liron, de la bordure triasique et les cristaux d'apatite naturels.

A Nancy, les conditions d'analyse en routine sont une tension de 15 kV, un courant de faisceau de 10 nA et un diamètre de faisceau de 5  $\mu\text{m}$ . Le volume d'échantillon excité correspond à un cube de 10  $\mu\text{m}^3$ . Le temps d'acquisition est d'environ 4 minutes pour chaque point. Les corrections ont été réalisées en utilisant le programme PAP fourni par Cameca. Les différents éléments sont analysés par quatre spectromètres : les cristaux standard PET, TAP et LIF respectivement pour les analyses de Cl - K - Ca - Ba, Na - Mg - Si - P - Sr, Mn - Fe et le cristal PC1 pour le dosage du F. L'oxygène est déterminé par stœchiométrie. Les standards utilisés pour l'analyse sont des cristaux naturels ou synthétiques : albite pour Na, oligoclase pour Mg, orthose pour Si et K, hématite pour Fe, un oxyde de Sr pour le Sr, un oxyde de Mn pour le Mn, une chlorapatite synthétique pour P, Ca et Cl et un topaze pour le F. Le temps de comptage est de 30 secondes pour le F, 20 secondes pour le Cl, Fe, Mg, Mn, Si et Sr et 10 secondes pour le Ba, Ca, K, Na et P.

A Orsay, les conditions d'analyse sont identiques à l'exception du courant de faisceau valant 11,7 nA. Les différents éléments sont analysés par trois spectromètres : les cristaux standard PET, TAP et LIF respectivement pour les analyses de P - S - Cl - Ca, F - Na - Mg - Si - Al, Mn - Fe. Les standards utilisés sont l'apatite de Durango pour F, P et Ca, une albite pour Na, Al et Si, un oxyde de magnésium pour Mg, une célestine pour S, cancrin pour Cl, un oxyde de manganèse pour Mn et un oxyde de fer pour Fe. Le temps de comptage est de 30 secondes pour S, Cl et Mn, 20 secondes pour F, Na, P et Fe et 10 secondes pour le Mg, Al, Si et Ca.

Les analyses sont réalisées sur des échantillons métallisés au carbone. Les résultats correspondent à la moyenne de trois analyses pour les mesures réalisées à Nancy et deux ou trois pour celles réalisées à Orsay. Les analyses dont la somme

des oxydes est inférieure à 97% ont été rejetées. Seules les faces prismatiques ont été étudiées afin de limiter le drainage des atomes de Cl et de F par le faisceau électronique (Stormer *et al.*, 1993).

Tableau III-A : résultats de l'analyse à la microsonde électronique de l'échantillon 1 du bassin de Paris.

	e2	e2	e2	a3	a3	a3	d3	d3	d3	a5	a5	a5	h7	h7	h7
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	42,35	42,27	41,98	42,14	41,76	41,68	41,27	41,85	41,15	42,28	42,15	42,52	41,64	41,91	42,24
CaO	54,10	53,76	54,00	54,51	54,85	55,20	54,21	54,20	53,50	54,54	54,18	54,36	53,43	54,32	53,63
SrO	0,00	0,00	0,00	0,04	0,00	0,08	0,03	0,01	0,04	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
MnO	0,53	0,64	0,46	0,03	0,00	0,12	0,32	0,31	0,31	0,41	0,47	0,42	0,47	0,38	0,69
Na <sub>2</sub> O	0,13	0,14	0,16	0,04	0,10	0,08	0,12	0,11	0,12	0,08	0,11	0,12	0,15	0,11	0,08
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,65	0,00	0,05	0,40	0,29	0,48	0,00	0,37	0,26	0,00	0,26	0,15	0,09	0,00	0,00
H <sub>2</sub> O	0,32	0,31	0,32	0,61	0,56	0,60	0,33	0,34	0,32	0,46	0,49	0,53	0,35	0,36	0,39
F	3,09	3,09	3,05	2,45	2,52	2,47	3,00	2,99	2,98	2,72	2,64	2,59	2,93	2,93	2,87
Cl	0,00	0,00	0,03	0,03	0,06	0,03	0,00	0,02	0,01	0,11	0,11	0,13	0,06	0,08	0,08
Σ	101,2	100,2	100,0	100,2	100,1	100,7	99,3	100,2	98,7	100,6	100,4	100,8	99,1	100,1	100,0
P	6,03	6,06	6,03	6,03	6,00	5,97	5,99	6,02	6,01	6,03	6,03	6,05	6,04	6,02	6,06
Ca	9,76	9,75	9,82	9,87	9,97	10,00	9,96	9,86	9,89	9,85	9,81	9,79	9,81	9,88	9,74
Sr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Mn	0,08	0,09	0,07	0,00	0,00	0,02	0,05	0,04	0,05	0,06	0,07	0,06	0,07	0,05	0,10
Na	0,04	0,05	0,05	0,01	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,02	0,04	0,04	0,05	0,04	0,03
Ce	0,04	0,00	0,00	0,02	0,02	0,03	0,00	0,02	0,02	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00
OH	0,35	0,35	0,36	0,68	0,63	0,67	0,37	0,39	0,37	0,52	0,56	0,59	0,39	0,41	0,44
F	1,65	1,65	1,63	1,31	1,35	1,32	1,63	1,60	1,62	1,45	1,41	1,38	1,59	1,57	1,54
Cl	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,03	0,04	0,02	0,02	0,02

Tableau III-B : résultats de l'analyse à la microsonde électronique de l'échantillon 2 du bassin de Paris.

	e4	e4	e4	g5	g5	g5	j6	j6	j6	b8	b8	b8	a10	a10	a10
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	42,00	41,94	41,65	42,60	42,05	41,91	41,63	41,87	41,92	42,34	42,19	41,64	42,25	41,40	42,20
CaO	54,88	55,65	55,22	54,35	54,69	54,96	55,39	54,83	55,69	54,85	54,20	54,01	55,16	54,56	55,27
SrO	0,02	0,00	0,08	0,00	0,02	0,00	0,05	0,08	0,04	0,00	0,00	0,00	0,06	0,12	0,09
MnO	0,00	0,03	0,00	0,12	0,00	0,11	0,20	0,13	0,01	0,23	0,44	0,54	0,00	0,00	0,19
Na <sub>2</sub> O	0,03	0,00	0,03	0,11	0,09	0,02	0,05	0,02	0,00	0,13	0,12	0,15	0,03	0,03	0,07
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,08	0,00	0,00	0,05	0,00	0,00	0,00	0,54	0,28	0,00	0,51	0,00	0,00	0,44	0,00
H <sub>2</sub> O	0,51	0,58	0,58	0,00	0,05	0,04	0,43	0,36	0,45	0,54	0,54	0,62	0,53	0,54	0,53
F	2,65	2,52	2,48	3,79	3,62	3,65	2,82	2,96	2,79	2,59	2,57	2,39	2,63	2,53	2,64
Cl	0,04	0,02	0,05	0,00	0,02	0,02	0,04	0,05	0,03	0,07	0,08	0,03	0,02	0,06	0,02
Σ	100,2	100,7	100,1	101,0	100,5	100,7	100,6	100,8	101,2	100,7	100,6	99,4	100,7	99,7	101,0
P	6,02	5,98	5,98	6,06	6,03	6,01	5,97	5,99	5,97	6,03	6,03	6,01	6,02	5,98	6,00
Ca	9,95	10,04	10,04	9,79	9,92	9,97	10,04	9,93	10,04	9,88	9,80	9,87	9,94	9,98	9,95
Sr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
Mn	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,02	0,03	0,02	0,00	0,03	0,06	0,08	0,00	0,00	0,03
Na	0,00	0,00	0,01	0,04	0,03	0,00	0,02	0,00	0,00	0,04	0,04	0,05	0,00	0,01	0,02
Ce	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,02	0,00	0,03	0,00	0,00	0,03	0,00
OH	0,57	0,65	0,66	0,00	0,05	0,04	0,48	0,40	0,51	0,61	0,61	0,70	0,59	0,62	0,59
F	1,42	1,34	1,33	2,02	1,94	1,95	1,51	1,58	1,49	1,38	1,37	1,29	1,40	1,37	1,40
Cl	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	0,02	0,02	0,00	0,00	0,02	0,00

Tableau III-C : résultats de l'analyse à la microsonde électronique de l'échantillon 3 du bassin de Paris.

	f2	f2	f2	g2	g2	g2	e3	e3	e3	a6	a6	a6	f7	f7	f7	j7	j7	j7
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	42,65	42,08	41,99	42,28	42,10	41,64	41,67	42,19	42,49	42,27	42,22	41,72	42,56	42,27	42,21	42,18	42,21	42,70
CaO	54,80	54,77	54,38	55,21	54,81	55,36	54,24	54,46	54,49	55,15	55,08	55,40	54,74	54,58	54,66	54,12	54,07	54,51
SrO	0,00	0,00	0,02	0,12	0,12	0,01	0,00	0,00	0,00	0,04	0,00	0,08	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00
MnO	0,37	0,36	0,52	0,00	0,08	0,07	0,55	0,48	0,40	0,18	0,28	0,36	0,54	0,68	0,47	0,42	0,55	0,48
Na <sub>2</sub> O	0,15	0,13	0,12	0,01	0,07	0,05	0,13	0,14	0,18	0,13	0,18	0,14	0,10	0,14	0,15	0,19	0,22	0,11
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,00	0,00	0,00	0,15	0,12	0,00	0,05	0,00	0,54	0,53	0,50	0,00	0,17	0,05	0,04	0,27	0,28	0,04
H <sub>2</sub> O	0,37	0,38	0,38	0,61	0,59	0,58	0,38	0,40	0,46	0,41	0,43	0,44	0,43	0,44	0,41	0,43	0,46	0,56
F	2,98	2,93	2,93	2,48	2,51	2,49	2,92	2,90	2,79	2,89	2,86	2,81	2,83	2,83	2,86	2,81	2,75	2,57
Cl	0,02	0,01	0,01	0,00	0,01	0,03	0,00	0,01	0,02	0,03	0,01	0,03	0,07	0,02	0,07	0,06	0,05	0,06
Σ	101,3	100,7	100,4	100,9	100,4	100,2	99,9	100,6	101,4	101,6	101,5	101,0	101,4	101,0	100,9	100,5	100,6	101,0
P	6,04	6,01	6,02	6,01	6,02	5,97	6,00	6,03	6,03	6,00	6,00	5,96	6,03	6,02	6,02	6,03	6,03	6,05
Ca	9,82	9,90	9,86	9,94	9,91	10,05	9,89	9,84	9,79	9,90	9,90	10,02	9,82	9,83	9,86	9,80	9,78	9,78
Sr	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Mn	0,05	0,05	0,07	0,00	0,01	0,01	0,08	0,07	0,06	0,03	0,04	0,05	0,08	0,10	0,07	0,06	0,08	0,07
Na	0,05	0,04	0,04	0,00	0,02	0,02	0,04	0,05	0,06	0,04	0,06	0,04	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,04
Ce	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03	0,03	0,03	0,00	0,01	0,00	0,00	0,02	0,02	0,00
OH	0,42	0,43	0,43	0,68	0,66	0,66	0,43	0,45	0,51	0,46	0,48	0,49	0,48	0,49	0,46	0,48	0,52	0,62
F	1,57	1,57	1,57	1,32	1,34	1,33	1,57	1,55	1,48	1,53	1,52	1,50	1,50	1,50	1,52	1,50	1,47	1,36
Cl	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,02	0,02	0,01	0,02

Tableau III-D : résultats de l'analyse à la microsonde électronique de l'échantillon E de mer du Nord.

	h1	i1	b2	h2	c3	f3	J3	g4	h4	b5	f5	h5	j6	i7	i8	g10	f11
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	41,89	42,30	41,82	41,09	40,71	41,37	41,26	40,97	41,97	41,83	41,53	41,50	39,98	41,79	42,34	42,73	41,29
CaO	55,27	55,72	55,76	55,63	55,92	55,63	55,69	55,67	55,16	55,80	55,66	55,86	56,08	55,78	55,75	55,73	56,04
SrO	0,00	0,01	0,01	0,12	0,19	0,21	0,00	0,24	0,01	0,01	0,01	0,19	0,07	0,30	0,03	0,22	0,05
MnO	0,09	0,03	0,06	0,05	0,09	0,05	0,14	0,09	0,04	0,10	0,06	0,04	0,09	0,01	0,02	0,02	0,00
Na <sub>2</sub> O	0,12	0,09	0,08	0,07	0,08	0,03	0,09	0,08	0,09	0,01	0,01	0,11	0,00	0,02	0,15	0,04	0,00
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,18	0,15	0,18	0,15	0,00	0,15	0,15	0,00	0,34	0,22	0,10	0,02	0,01	0,23	0,00	0,03	0,13
H <sub>2</sub> O	0,30	0,41	0,55	0,31	0,26	0,11	0,67	0,32	0,61	0,59	0,44	0,52	0,24	0,63	0,39	0,80	0,81
F	3,12	2,90	2,56	3,05	3,14	3,56	2,30	3,01	2,46	2,49	2,79	2,60	3,16	2,39	2,95	2,09	1,96
Cl	0,01	0,02	0,06	0,02	0,02	0,01	0,01	0,04	0,00	0,04	0,04	0,04	0,00	0,08	0,01	0,03	0,13
Σ	101,0	101,6	101,1	100,5	100,4	101,1	100,3	100,4	100,7	101,1	100,6	100,9	99,6	101,2	101,6	101,7	100,4
	h1	i1	b2	h2	c3	f3	J3	g4	h4	b5	f5	h5	j6	i7	i8	g10	f11
P	5,98	5,99	5,96	5,92	5,89	5,93	5,93	5,91	5,99	5,96	5,95	5,94	5,84	5,95	5,99	6,02	5,92
Ca	9,99	9,99	10,06	10,15	10,23	10,10	10,13	10,17	9,97	10,06	10,10	10,12	10,37	10,06	9,99	9,93	10,17
Sr	0,00	0,00	0,00	0,01	0,02	0,02	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,02	0,01	0,03	0,00	0,02	0,00
Mn	0,01	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00
Na	0,04	0,03	0,03	0,02	0,03	0,01	0,03	0,03	0,03	0,00	0,00	0,04	0,00	0,01	0,05	0,01	0,00
Ce	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	0,02	0,01	0,01	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01
OH	0,33	0,46	0,62	0,35	0,30	0,13	0,76	0,37	0,69	0,66	0,50	0,59	0,27	0,71	0,44	0,89	0,91
F	1,66	1,53	1,36	1,64	1,70	1,91	1,23	1,62	1,31	1,33	1,49	1,39	1,73	1,27	1,56	1,10	1,05
Cl	0,00	0,01	0,02	0,01	0,01	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,01	0,01	0,00	0,02	0,00	0,01	0,04

Tableau III-E : résultats de l'analyse à la microsonde électronique de l'échantillon X de mer du Nord.

	<b>a1</b>	<b>d1</b>	<b>e1</b>	<b>a2</b>	<b>b2</b>	<b>d2</b>	<b>e2</b>	<b>a3</b>	<b>d3</b>	<b>e3</b>	<b>c5</b>	<b>e6</b>
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	42,37	42,05	42,43	41,82	42,15	41,79	41,77	42,31	41,91	41,73	42,52	42,53
CaO	55,35	55,71	55,41	55,91	55,60	55,80	55,69	55,73	55,95	55,95	55,61	55,23
SrO	0,01	0,15	0,00	0,13	0,00	0,04	0,03	0,00	0,12	0,13	0,02	0,00
MnO	0,18	0,00	0,06	0,06	0,07	0,00	0,05	0,04	0,01	0,00	0,14	0,07
Na <sub>2</sub> O	0,07	0,00	0,06	0,01	0,08	0,00	0,01	0,04	0,01	0,02	0,04	0,10
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,21	0,02	0,00	0,02	0,04	0,19	0,22	0,07	0,00	0,01	0,07	0,06
H <sub>2</sub> O	0,65	0,10	0,17	0,51	0,63	0,04	0,58	0,81	0,19	0,06	0,71	0,51
F	2,39	3,55	3,40	2,65	2,45	3,67	2,51	2,07	3,44	3,69	2,29	2,70
Cl	0,03	0,01	0,02	0,05	0,01	0,01	0,02	0,03	0,02	0,01	0,02	0,01
Σ	101,3	101,6	101,6	101,2	101	101,5	100,9	101,1	101,7	101,6	101,4	101,2
	<b>a1</b>	<b>d1</b>	<b>e1</b>	<b>a2</b>	<b>b2</b>	<b>d2</b>	<b>e2</b>	<b>a3</b>	<b>d3</b>	<b>e3</b>	<b>c5</b>	<b>e6</b>
P	6,01	5,98	6,02	5,96	5,99	5,96	5,96	6,00	5,96	5,95	6,01	6,01
Ca	9,93	10,03	9,94	10,08	10,00	10,08	10,06	9,99	10,07	10,09	9,94	9,94
Sr	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00
Mn	0,03	0,00	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00	0,02	0,02
Na	0,02	0,00	0,02	0,00	0,02	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,01	0,01
Ce	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
OH	0,73	0,11	0,19	0,58	0,71	0,04	0,66	0,90	0,22	0,07	0,79	0,79
F	1,27	1,89	1,80	1,41	1,30	1,96	1,34	1,09	1,82	1,97	1,21	1,21
Cl	0,01	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00	0,01	0,01
	<b>j7</b>	<b>a8</b>	<b>c8</b>	<b>e8</b>	<b>a9</b>	<b>c9</b>	<b>e9</b>	<b>e11</b>				
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	42,81	42,16	42,17	41,83	42,47	41,52	42,44	42,08				
CaO	55,23	56,00	55,94	55,68	55,16	55,61	55,64	55,72				
SrO	0,00	0,01	0,05	0,05	0,00	0,03	0,10	0,01				
MnO	0,01	0,17	0,00	0,08	0,05	0,01	0,00	0,16				
Na <sub>2</sub> O	0,07	0,05	0,05	0,01	0,04	0,01	0,00	0,08				
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,07	0,03	0,04	0,06	0,22	0,00	0,14	0,12				
H <sub>2</sub> O	0,44	0,72	0,67	0,01	0,70	0,31	0,59	0,64				
F	2,85	2,24	2,35	3,81	2,29	3,06	2,53	2,37				
Cl	0,01	0,03	0,02	0,02	0,01	0,01	0,00	0,08				
Σ	101,5	101,4	101,3	101,6	100,9	100,6	101,4	101,3				
	<b>j7</b>	<b>a8</b>	<b>c8</b>	<b>e8</b>	<b>a9</b>	<b>c9</b>	<b>e9</b>	<b>e11</b>				
P	6,03	6,04	5,97	5,98	5,96	6,02	5,96	6,01				
Ca	9,90	9,87	10,04	10,04	10,05	9,90	10,10	9,96				
Sr	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,01				
Mn	0,01	0,00	0,02	0,00	0,01	0,01	0,00	0,00				
Na	0,03	0,02	0,02	0,02	0,00	0,01	0,00	0,00				
Ce	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01				
OH	0,57	0,49	0,80	0,75	0,01	0,78	0,35	0,66				
F	1,43	1,50	1,19	1,24	2,03	1,21	1,64	1,34				
Cl	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00				

Tableau III-F : résultats de l'analyse à la microsonde électronique pour l'échantillon du forage Balazuc BA1 prélevé à 1245m.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	42,44	41,87	42,11	42,03	41,80	41,86	41,92	42,13	41,77	42,01	41,96	41,92	42,27	42,22	42,27
CaO	54,59	54,69	54,45	54,39	54,91	54,80	55,36	54,70	54,24	54,68	55,18	55,02	54,62	54,53	54,69
SrO	0,02	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,00	0,03	0,00	0,00	0,00
MnO	0,67	0,75	0,78	1,15	0,64	0,74	0,38	0,73	0,63	1,04	0,59	0,69	0,90	0,74	0,74
Na <sub>2</sub> O	0,10	0,15	0,15	0,14	0,08	0,13	0,11	0,13	0,13	0,12	0,13	0,09	0,15	0,10	0,14
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,11	0,19	0,10	0,06	0,24	0,19	0,06	0,17	0,30	0,31	0,09	0,19	0,29	0,18	0,20
H <sub>2</sub> O	0,33	0,22	0,29	0,33	0,30	0,33	0,45	0,19	0,29	0,43	0,36	0,36	0,36	0,26	0,28
F	3,03	3,28	3,12	3,04	3,10	3,02	2,79	3,34	3,12	2,82	2,97	2,97	2,98	3,18	3,13
Cl	0,08	0,02	0,04	0,05	0,03	0,05	0,01	0,05	0,02	0,05	0,08	0,06	0,06	0,08	0,08
Σ	101,4	101,2	101,0	101,2	101,1	101,1	101,1	101,4	100,5	101,5	101,4	101,3	101,6	101,3	101,5
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
P	6,03	5,98	6,01	6,00	5,98	5,98	5,98	6,00	6,00	5,98	5,98	5,98	6,00	6,01	6,01
Ca	9,81	9,89	9,83	9,82	9,93	9,91	9,99	9,86	9,86	9,85	9,95	9,93	9,82	9,83	9,84
Sr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Mn	0,10	0,11	0,11	0,16	0,09	0,11	0,05	0,10	0,09	0,15	0,08	0,10	0,13	0,11	0,11
Na	0,03	0,05	0,05	0,05	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,03	0,05	0,03	0,05
Ce	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,02	0,02	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01
OH	0,37	0,24	0,33	0,37	0,33	0,37	0,51	0,21	0,32	0,49	0,40	0,40	0,40	0,29	0,32
F	1,61	1,75	1,66	1,62	1,66	1,61	1,49	1,78	1,67	1,50	1,58	1,58	1,58	1,69	1,66
Cl	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,01	0,00	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02
	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	42,31	41,95	41,40	41,49	41,78	41,64	42,06	42,18	42,05	42,23	42,63	42,25	42,02	41,93	42,09
CaO	54,64	54,25	54,10	54,55	54,82	54,92	55,44	54,37	55,10	54,19	54,40	55,11	54,41	54,68	54,58
SrO	0,00	0,00	0,02	0,00	0,04	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00
MnO	0,68	1,10	1,03	0,79	0,62	0,80	0,43	0,91	0,74	0,92	0,61	0,87	0,82	0,70	0,78
Na <sub>2</sub> O	0,15	0,17	0,10	0,13	0,12	0,12	0,14	0,15	0,12	0,12	0,13	0,08	0,16	0,17	0,10
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,13	0,03	0,10	0,11	0,00	0,13	0,05	0,24	0,14	0,08	0,17	0,11	0,19	0,08	0,22
H <sub>2</sub> O	0,29	0,33	0,15	0,13	0,34	0,20	0,46	0,21	0,34	0,29	0,30	0,60	0,03	0,27	0,32
F	3,11	3,04	3,37	3,39	2,98	3,29	2,78	3,29	3,02	3,14	3,11	2,48	3,68	3,17	3,05
Cl	0,06	0,03	0,04	0,12	0,07	0,05	0,03	0,04	0,06	0,03	0,06	0,03	0,01	0,02	0,05
Σ	101,4	100,9	100,3	100,7	100,8	101,2	101,4	101,4	101,6	101,0	101,4	101,5	101,3	101,0	101,2
	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
P	6,01	6,00	5,98	5,97	5,98	5,96	5,98	6,01	5,98	6,02	6,05	5,99	6,00	5,99	6,00
Ca	9,83	9,82	9,88	9,93	9,93	9,95	9,97	9,80	9,92	9,78	9,76	9,89	9,84	9,89	9,85
Sr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Mn	0,10	0,16	0,15	0,11	0,09	0,11	0,06	0,13	0,11	0,13	0,09	0,12	0,12	0,10	0,11
Na	0,05	0,06	0,03	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05	0,04	0,04	0,04	0,03	0,05	0,06	0,03
Ce	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,00	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
OH	0,33	0,37	0,17	0,14	0,39	0,23	0,52	0,24	0,38	0,32	0,34	0,68	0,04	0,30	0,36
F	1,65	1,62	1,82	1,82	1,59	1,76	1,47	1,75	1,60	1,67	1,65	1,31	1,96	1,69	1,63
Cl	0,02	0,01	0,01	0,03	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01	0,00	0,01	0,01



Tableau III-H : résultats de l'analyse à la microsonde électronique pour des échantillons du granite de St Guiral Liron et de la bordure triasique.

	St Jean du Gard					Vernoux en V.						Le Gasquet						Clède				
	a7	h6	h5	g5	g2	e5	f8	g6	g2	j6	k9	a6	b7	c5	d2	e4	i8	a4	b7	e6	g5	h9
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	43,14	43,32	42,65	43,13	42,76	42,28	42,71	42,49	42,11	42,67	43,10	43,97	43,17	43,46	43,07	43,08	42,85	42,88	43,06	43,55	43,35	41,93
SiO <sub>2</sub>	0,19	0,16	0,30	0,06	0,24	0,06	0,05	0,11	0,10	0,04	0,03	0,18	0,22	0,12	0,16	0,18	0,14	0,15	0,50	0,17	0,15	0,19
FeO	0,17	0,12	0,08	0,07	0,00	0,27	0,69	0,16	0,82	0,77	0,75	0,15	1,00	0,17	0,20	0,23	0,14	0,11	0,13	0,24	0,30	0,26
MnO	0,12	0,10	0,14	0,11	0,12	0,70	0,46	0,31	0,90	0,54	0,55	0,13	0,55	0,54	0,53	0,21	0,30	0,11	0,15	0,05	0,01	0,01
MgO	0,00	0,01	0,01	0,04	0,02	0,05	0,14	0,01	0,08	0,12	0,07	0,00	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,00	0,49	0,52	0,56
CaO	55,35	55,40	54,52	54,77	54,85	54,42	53,39	54,44	53,31	53,95	54,40	56,23	54,11	54,68	55,16	55,72	54,96	55,49	55,03	54,89	55,31	54,88
Na <sub>2</sub> O	0,11	0,11	0,12	0,09	0,13	0,10	0,13	0,08	0,15	0,18	0,15	0,07	0,12	0,14	0,14	0,09	0,11	0,05	0,07	0,03	0,02	0,00
F	2,71	3,16	3,14	3,21	2,93	3,62	2,90	2,80	3,37	3,19	3,32	3,28	3,36	3,37	3,36	3,28	3,46	2,57	2,48	2,01	2,33	2,55
Cl	0,05	0,07	0,08	0,03	0,06	0,01	0,11	0,05	0,02	0,09	0,04	0,14	0,08	0,02	0,10	0,07	0,09	0,22	0,24	0,15	0,13	0,11
H <sub>2</sub> O	0,52	0,30	0,29	0,27	0,39	0,07	0,38	0,45	0,17	0,26	0,23	0,26	0,20	0,21	0,20	0,25	0,14	0,53	0,58	0,84	0,69	0,55
Σ	102,3	102,7	101,3	101,7	101,5	101,5	100,9	100,9	101,0	101,8	102,6	104,4	102,8	102,7	102,9	103,1	102,2	102,1	102,2	102,4	102,8	101,0
P	6,03	6,05	6,03	6,07	6,03	6,01	6,07	6,04	6,02	6,03	6,04	6,04	6,04	6,07	6,02	6,01	6,03	6,02	6,02	6,05	6,02	5,96
Si	0,03	0,03	0,05	0,01	0,04	0,01	0,01	0,02	0,02	0,01	0,00	0,03	0,04	0,02	0,03	0,03	0,02	0,02	0,08	0,03	0,02	0,03
Fe	0,02	0,02	0,01	0,01	0,00	0,04	0,10	0,02	0,12	0,11	0,10	0,02	0,14	0,02	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,03	0,04	0,04
Mn	0,02	0,01	0,02	0,02	0,02	0,10	0,07	0,04	0,13	0,08	0,08	0,02	0,08	0,08	0,07	0,03	0,04	0,02	0,02	0,01	0,00	0,00
Mg	0,00	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	0,04	0,00	0,02	0,03	0,02	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,12	0,13	0,14
Ca	9,80	9,78	9,76	9,76	9,79	9,79	9,60	9,79	9,64	9,66	9,66	9,78	9,58	9,66	9,76	9,84	9,79	9,86	9,74	9,65	9,72	9,87
Na	0,04	0,04	0,04	0,03	0,04	0,03	0,04	0,03	0,05	0,06	0,05	0,02	0,04	0,04	0,04	0,03	0,04	0,02	0,02	0,01	0,01	0,00
F	1,42	1,65	1,66	1,69	1,54	1,92	1,54	1,49	1,80	1,69	1,74	1,68	1,76	1,76	1,76	1,71	1,82	1,35	1,30	1,04	1,21	1,35
Cl	0,01	0,02	0,02	0,01	0,02	0,00	0,03	0,01	0,01	0,03	0,01	0,04	0,02	0,01	0,03	0,02	0,03	0,06	0,07	0,04	0,04	0,03
OH	0,57	0,33	0,32	0,30	0,44	0,07	0,43	0,50	0,20	0,29	0,25	0,28	0,22	0,24	0,22	0,27	0,16	0,59	0,64	0,91	0,75	0,62
	Ste Croix de C.					Aigoual						Tribale										
	b4	d4	e3	e5	i2	a3	b2	c2	c9	e6	g3	a3	d'7	e7	h7	h8	i5					
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	43,07	43,05	42,43	42,12	42,61	42,03	40,62	43,28	43,73	43,21	43,13	42,80	43,37	42,49	42,93	42,27	42,94					
SiO <sub>2</sub>	0,08	0,09	0,00	0,08	0,05	0,16	0,15	0,16	0,04	0,02	0,13	0,21	0,15	0,02	0,13	0,13	0,15					
FeO	0,48	0,28	0,33	0,53	0,58	0,08	0,08	0,15	0,11	0,12	0,13	0,09	0,02	0,02	0,05	0,06	0,02					
MnO	0,94	0,95	0,70	0,81	1,22	0,08	0,11	0,09	0,10	0,15	0,11	0,06	0,08	0,09	0,11	0,10	0,08					
MgO	0,11	0,05	0,08	0,09	0,10	0,03	0,02	0,03	0,03	0,02	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,01					
CaO	53,40	54,31	54,71	53,49	53,34	54,95	55,82	56,09	56,14	55,45	55,55	55,65	55,78	55,44	55,76	55,54	55,57					
Na <sub>2</sub> O	0,17	0,09	0,13	0,15	0,13	0,08	0,02	0,03	0,05	0,08	0,04	0,09	0,05	0,06	0,06	0,04	0,09					
F	3,25	3,49	3,23	2,53	3,39	2,69	2,69	2,71	2,57	2,87	2,50	3,25	3,10	3,51	3,09	3,28	3,41					
Cl	0,18	0,02	0,08	0,15	0,03	0,28	0,24	0,27	0,32	0,13	0,27	0,04	0,06	0,03	0,03	0,07	0,01					
H <sub>2</sub> O	0,21	0,15	0,24	0,54	0,17	0,43	0,42	0,47	0,54	0,42	0,56	0,26	0,34	0,12	0,34	0,22	0,19					
Σ	101,8	102,4	101,9	100,4	101,6	100,8	100,1	103,2	103,6	102,4	102,4	102,4	102,9	101,7	102,5	101,7	102,4					
P	6,07	6,05	6,01	6,02	6,04	5,99	5,88	6,01	6,05	6,05	6,03	6,01	6,04	6,01	6,02	5,99	6,02					
Si	0,01	0,01	0,00	0,01	0,01	0,03	0,03	0,03	0,01	0,00	0,02	0,03	0,02	0,00	0,02	0,02	0,02					
Fe	0,07	0,04	0,05	0,07	0,08	0,01	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01	0,00	0,00	0,01	0,01	0,00					
Mn	0,13	0,13	0,10	0,12	0,17	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,01					
Mg	0,03	0,01	0,02	0,02	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00					
Ca	9,53	9,65	9,80	9,68	9,57	9,92	10,22	9,87	9,82	9,82	9,83	9,88	9,83	9,93	9,89	9,96	9,86					
Na	0,05	0,03	0,04	0,05	0,04	0,03	0,01	0,01	0,02	0,03	0,01	0,03	0,02	0,02	0,02	0,01	0,03					
F	1,71	1,83	1,71	1,35	1,80	1,43	1,45	1,41	1,33	1,50	1,31	1,70	1,61	1,86	1,62	1,74	1,79					
Cl	0,05	0,01	0,02	0,04	0,01	0,08	0,07	0,08	0,09	0,04	0,08	0,01	0,02	0,01	0,01	0,02	0,00					
OH	0,24	0,16	0,27	0,61	0,20	0,49	0,48	0,52	0,58	0,46	0,62	0,29	0,37	0,14	0,37	0,24	0,21					

Tableau III-I : résultats de l'analyse à la microsonde électronique pour les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable (Da : Dandarragan).

	Arendal				Bamble			Da	Faraday		
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	43,07	42,88	42,42	<b>42,79</b>	41,87	42,38	<b>42,13</b>	33,91	42,12	42,32	<b>42,22</b>
SiO <sub>2</sub>	0,27	0,29	0,29	<b>0,28</b>	0,05	0,10	<b>0,08</b>	0,03	0,08	0,09	<b>0,09</b>
FeO	0,08	0,11	0,07	<b>0,09</b>	0,09	0,09	<b>0,09</b>	0,04	0,05	0,04	<b>0,05</b>
MnO	0,10	0,10	0,13	<b>0,11</b>	0,03	0,01	<b>0,02</b>	0,00	0,13	0,11	<b>0,12</b>
MgO	0,00	0,00	0,00	<b>0,00</b>	0,01	0,00	<b>0,01</b>	0,15	0,01	0,00	<b>0,01</b>
CaO	55,65	56,52	56,16	<b>56,11</b>	54,82	54,41	<b>54,62</b>	53,38	56,15	56,11	<b>56,13</b>
Na <sub>2</sub> O	0,05	0,08	0,07	<b>0,07</b>	0,14	0,13	<b>0,14</b>	0,92	0,15	0,18	<b>0,17</b>
F	2,66	2,35	3,04	<b>2,68</b>	0,75	0,65	<b>0,70</b>	3,73	3,56	3,60	<b>3,58</b>
Cl	0,11	0,18	0,18	<b>0,16</b>	3,45	3,36	<b>3,41</b>	0,02	0,01	0,00	<b>0,01</b>
H <sub>2</sub> O	0,53	0,66	0,32	<b>0,50</b>	0,54	0,62	<b>0,58</b>	0,00	0,11	0,09	<b>0,10</b>
Σ	102,52	103,17	102,68	<b>102,79</b>	101,75	101,75	<b>101,75</b>	92,18	102,37	102,54	<b>102,45</b>
P	6,02	5,96	5,95	<b>5,98</b>	6,00	6,04	<b>6,02</b>	5,51	5,95	5,96	<b>5,96</b>
Si	0,04	0,05	0,05	<b>0,05</b>	0,01	0,02	<b>0,01</b>	0,01	0,01	0,01	<b>0,01</b>
Fe	0,01	0,02	0,01	<b>0,01</b>	0,01	0,01	<b>0,01</b>	0,01	0,01	0,01	<b>0,01</b>
Mn	0,01	0,01	0,02	<b>0,02</b>	0,00	0,00	<b>0,00</b>	0,00	0,02	0,02	<b>0,02</b>
Mg	0,00	0,00	0,00	<b>0,00</b>	0,00	0,00	<b>0,00</b>	0,04	0,00	0,00	<b>0,00</b>
Ca	9,84	9,95	9,98	<b>9,92</b>	9,94	9,82	<b>9,88</b>	10,98	10,04	10,01	<b>10,02</b>
Na	0,02	0,03	0,02	<b>0,02</b>	0,05	0,04	<b>0,04</b>	0,34	0,05	0,06	<b>0,05</b>
F	1,39	1,22	1,59	<b>1,40</b>	0,40	0,35	<b>0,37</b>	2,27	1,88	1,90	<b>1,89</b>
Cl	0,03	0,05	0,05	<b>0,04</b>	0,99	0,96	<b>0,97</b>	0,01	0,00	0,00	<b>0,00</b>
OH	0,58	0,73	0,36	<b>0,56</b>	0,61	0,69	<b>0,65</b>	0,00	0,12	0,10	<b>0,11</b>

	Gun-F			Ødegårdens Verk				Skaaland Mine		
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	41,68	41,33	<b>41,51</b>	41,94	41,18	41,78	<b>41,63</b>	42,48	42,36	<b>42,42</b>
SiO <sub>2</sub>	0,29	0,36	<b>0,33</b>	0,04	0,06	0,03	<b>0,04</b>	0,08	0,08	<b>0,08</b>
FeO	0,23	0,21	<b>0,22</b>	0,11	0,15	0,11	<b>0,12</b>	0,20	0,15	<b>0,18</b>
MnO	0,18	0,12	<b>0,15</b>	0,00	0,01	0,03	<b>0,01</b>	0,01	0,02	<b>0,02</b>
MgO	0,04	0,09	<b>0,07</b>	0,21	0,18	0,20	<b>0,20</b>	0,11	0,05	<b>0,08</b>
CaO	54,90	54,38	<b>54,64</b>	53,37	53,51	53,51	<b>53,46</b>	53,69	53,80	<b>53,75</b>
Na <sub>2</sub> O	0,10	0,10	<b>0,10</b>	0,38	0,10	0,35	<b>0,28</b>	0,20	0,19	<b>0,20</b>
F	1,84	1,66	<b>1,75</b>	0,59	0,48	0,70	<b>0,59</b>	0,84	0,76	<b>0,80</b>
Cl	1,55	1,53	<b>1,54</b>	4,37	4,11	4,35	<b>4,28</b>	3,79	3,85	<b>3,82</b>
H <sub>2</sub> O	0,51	0,59	<b>0,55</b>	0,37	0,47	0,32	<b>0,39</b>	0,42	0,43	<b>0,42</b>
Σ	101,32	100,37	<b>100,84</b>	101,38	100,25	101,38	<b>101,00</b>	101,82	101,69	<b>101,75</b>
P	5,96	5,95	<b>5,95</b>	6,05	6,01	6,03	<b>6,03</b>	6,07	6,06	<b>6,07</b>
Si	0,05	0,06	<b>0,06</b>	0,01	0,01	0,01	<b>0,01</b>	0,01	0,01	<b>0,01</b>
Fe	0,03	0,03	<b>0,03</b>	0,02	0,02	0,02	<b>0,02</b>	0,03	0,02	<b>0,02</b>
Mn	0,03	0,02	<b>0,02</b>	0,00	0,00	0,00	<b>0,00</b>	0,00	0,00	<b>0,00</b>
Mg	0,01	0,02	<b>0,02</b>	0,05	0,05	0,05	<b>0,05</b>	0,03	0,01	<b>0,02</b>
Ca	9,93	9,91	<b>9,92</b>	9,74	9,88	9,78	<b>9,80</b>	9,71	9,75	<b>9,73</b>
Na	0,03	0,03	<b>0,03</b>	0,13	0,03	0,12	<b>0,09</b>	0,07	0,06	<b>0,06</b>
F	0,98	0,89	<b>0,94</b>	0,32	0,26	0,38	<b>0,32</b>	0,45	0,41	<b>0,43</b>
Cl	0,44	0,44	<b>0,44</b>	1,26	1,20	1,26	<b>1,24</b>	1,08	1,10	<b>1,09</b>
OH	0,57	0,67	<b>0,62</b>	0,42	0,54	0,36	<b>0,44</b>	0,47	0,49	<b>0,48</b>

## ANNEXE IV

### ANALYSE A LA MICROSONDE IONIQUE

Tableau de résultats pour les échantillons :

- du bassin de Paris
  - de la mer du Nord
  - de la bordure sud-est du Massif Central
  - de cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable
-

Les analyses des terres rares et de l'Y ont été réalisées sur la microsonde ionique Cameca IMS 3f du C.R.P.G. Les échantillons sont recouverts d'une pellicule d'or puis bombardés par un faisceau primaire d'ions oxygène. L'intensité du faisceau varie de 2 à 5 nA et son diamètre est de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ . Les ions positifs secondaires des terres rares sont analysés avec une résolution de masse faible ( $M/\Delta M=400$ ) et un filtrage en énergie de  $-60\pm 10\text{V}$ . Les intensités ioniques sont mesurées pour chaque isotope et normalisées à celle du  $^{43}\text{Ca}$ . Les interférences d'oxydes restant après le filtrage en énergie sont éliminées en utilisant des techniques de déconvolution appliquées aux masses atomique se situant entre 138 et 180 (Fahey *et al.*, 1987). Les rapports atomiques absolus normalisés au Ca sont ainsi obtenus à partir des rapports deconvolués et des rendements ioniques de chaque terre rare. Ces rendements ioniques ont été déterminés sur l'apatite de Durango (Reed, 1986).

Les concentrations sont rapportées à la teneur en CaO déterminée par microsonde électronique. Pour les échantillons où cette concentration n'est pas connue, une teneur moyenne de 52% a été utilisée.

La microsonde ionique a été utilisée pour la détermination des teneurs en terres rares.

Les terres rares (TR), du Lanthane au Lutétium, forment un groupe homogène (groupe IIIA dans la classification périodique des éléments) et possèdent des propriétés chimiques et physiques similaires. Cette uniformité est fonction de la nature de leurs configurations électroniques qui génère un degré d'oxydation commun +3 et de la décroissance constante de leur rayon ionique pour un même de degré de coordination avec l'augmentation du numéro atomique.

Les terres rares présentant un nombre atomique impair sont plus abondantes que celles possédant un nombre atomique pair. Ceci produit une distribution en zig-zag dans les résultats d'analyse. Cet effet peut être éliminé en normalisant la distribution des terres rares à celle des chondrites.

Les terres rares ont généralement le plus souvent une valence +3, à l'exception de Ce (+4) et de Eu (+2).

### Contraction lanthanique

Le rayon ionique décroît avec l'augmentation du numéro atomique, ce qui est appelé la contraction lanthanique.

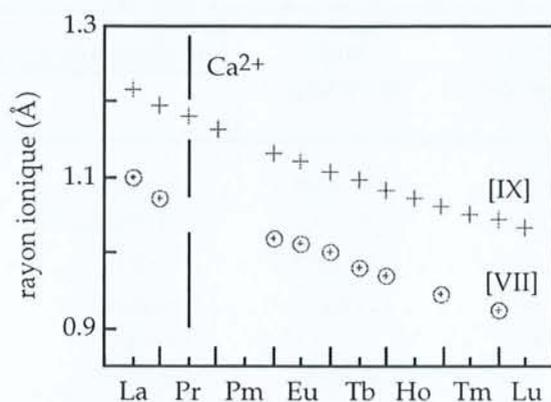


Figure IV-A : rayon ionique des différentes terres rares dans les sites de coordination VII [site Ca(2)] et IX [site Ca(1)] (Shannon, 1976). Le rayon ionique pour les deux sites du calcium est donné pour comparaison.

Les terres rares légères ont un rayon similaire au Ca<sup>2+</sup> tandis que celui des terres rares lourdes est proche du Mn<sup>2+</sup> (0,90 Å en coordination VII).

### Configuration électronique des terres rares

Tableau IV-A : configuration électronique et poids atomique des différentes terres rares.

Symbole	Numéro atomique	Poids atomique	Configuration électronique		
			0	+2	+3
La	57	138,9055	[Xe]5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]5d <sup>1</sup>	[Xe]4f <sup>0</sup>
Ce	58	140,115	[Xe]4f <sup>1</sup> 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>1</sup>
Pr	59	140,9077	[Xe]4f <sup>3</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>3</sup>	[Xe]4f <sup>2</sup>
Nd	60	144,24	[Xe]4f <sup>4</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>4</sup>	[Xe]4f <sup>3</sup>
Pm	61		[Xe]4f <sup>5</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>5</sup>	[Xe]4f <sup>4</sup>
Sm	62	150,36	[Xe]4f <sup>6</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>6</sup>	[Xe]4f <sup>5</sup>
Eu	63	151,96	[Xe]4f <sup>7</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>7</sup>	[Xe]4f <sup>6</sup>
Gd	64	157,25	[Xe]4f <sup>7</sup> 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>7</sup> 5d <sup>1</sup>	[Xe]4f <sup>7</sup>
Tb	65	158,9254	[Xe]4f <sup>9</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>9</sup>	[Xe]4f <sup>8</sup>
Dy	66	162,50	[Xe]4f <sup>10</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>10</sup>	[Xe]4f <sup>9</sup>
Ho	67	164,3033	[Xe]4f <sup>11</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>11</sup>	[Xe]4f <sup>10</sup>
Er	68	167,26	[Xe]4f <sup>12</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>12</sup>	[Xe]4f <sup>11</sup>
Tm	69	168,9342	[Xe]4f <sup>13</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>13</sup>	[Xe]4f <sup>12</sup>
Yb	70	173,04	[Xe]4f <sup>14</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>14</sup>	[Xe]4f <sup>13</sup>
Lu	71	174,97	[Xe]4f <sup>14</sup> 5d <sup>1</sup> 6s <sup>2</sup>	[Xe]4f <sup>14</sup> 6s <sup>1</sup>	[Xe]4f <sup>14</sup>

[Xe] : configuration électronique du Xénon : 1s<sup>2</sup>2s<sup>2</sup>2p<sup>6</sup>3s<sup>2</sup>3p<sup>6</sup>3d<sup>10</sup>4s<sup>2</sup>4p<sup>6</sup>4d<sup>10</sup>5s<sup>2</sup>5p<sup>6</sup>.

Tableau IV-B : teneurs pour les terres rares et quelques éléments déterminées à la microsonde ionique pour les échantillons du bassin de Paris.

	a7	b4	c2	d3	e2	f3	f5	g4	g7	i4	i7	i8
P	10128	11066	10991	11776	11726	12141	12211	11761	11836	11541	11730	12030
Ca	540000	540000	540000	540000	540000	540000	540000	540000	540000	540000	540000	540000
Ti	820	1058	1036	1144	1095	1083	1101	1151	1021	938	955	859
Sr	196	470	20	110	20	130	358	59	1431	175	123	422
Y	1013	473	1652	1205	1699	600	458	1360	39	526	453	516
La	159	418	190	267	176	144	80	115	793	263	204	406
Ce	419	1049	575	837	480	423	334	389	1275	628	387	1048
Pr	56	145	85	138	60	63	65	66	114	76	35	143
Nd	190	701	387	750	285	310	432	310	385	307	110	719
Sm	94	151	145	230	137	100	148	104	37	66	39	169
Eu	7	42	4	34	5	24	16	6	12	20	11	39
Σ	925	2506	1385	2257	1143	1063	1075	991	2616	1360	786	2524
Gd	79	104	149	188	105	77	95	154	15	50	22	118
Tb	11	12	25	21	14	9	7	26	3	7	3	11
Dy	129	85	252	183	180	86	83	224	7	79	35	86
Ho	27	12	43	29	43	16	17	28	1	15	9	16
Er	53	30	114	77	57	35	33	85	2	39	17	29
Tm	7	4	16	11	7	5	4	12	0	5	3	4
Yb	50	18	103	72	48	30	25	61	2	39	22	13
Lu	10	4	23	18	10	7	6	14	0	7	4	3
Σ	368	269	725	599	464	264	270	602	31	242	115	279
Σ	1292	2775	2111	2855	1606	1326	1345	1593	2646	1602	901	2803

La teneur en Ca a été fixée à 54% poids CaO. Les sommes intermédiaires représentent l'ensemble des terres rares légères et lourdes

Tableau IV-C : teneurs pour les terres rares et quelques éléments déterminées à la microsonde ionique pour les échantillons de mer du Nord.

	échantillon X				échantillon E				
	e3	e11	a1	a9	f5-1	f5-2	f5-3	f5-4	h4
P	73076	86736	75875	78206	87815	91569	89142	93357	106138
Ca	383755	383755	383755	383755	383755	383755	383755	383755	383755
Y	30	663	912	579	201	244	163	60	578
La	71	43	63	34	174	207	159	70	32
Ce	136	223	231	17	488	559	285	167	124
Pr	46	64	91	52	131	149	113	42	46
Nd	135	282	435	234	452	505	385	141	213
Sm	25	153	219	102	89	99	71	26	104
Eu	2	8	9	18	10	12	8	3	12
Σ TR légères	415	773	1048	457	1344	1531	1021	449	531
Gd	3	191	237	183	67	71	35	11	123
Tb	5	78	101	66	24	25	12	5	53
Dy	9	231	295	185	50	48	27	13	157
Ho	2	35	48	30	10	9	5	2	24
Er	5	135	192	122	38	36	19	7	84
Tm	1	12	19	11	3	3	2	1	7
Yb	5	94	153	123	27	17	14	7	39
Lu	1	70	117	103	28	17	14	7	17
Σ TR lourdes	31	846	1162	823	247	226	128	53	504
Σ TR	446	1619	2210	1280	1591	1757	1149	502	1035

Tableau IV-D : teneurs en ppm déterminées par microsonde ionique pour les terres rares et quelques éléments dans les cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable.

	A1	A2	A3	B1	B2	B3	Da	Du	Fa1	Fa2	G1	G2	G5	G6	O1	O2	O3	Sk1	Sk2
P	13321	13478	13201	12763	12837	12842	8891		13174	13345	12374	12437	12189	11960	11776	11696	12751	12804	12681
Ca	56,11	56,11	56,11	54,62	54,62	54,62	53,38		56,13	56,13	54,64	54,64	54,64	54,64	53,46	53,46	53,46	53,75	53,75
Sc	5	4	4	5	5	5	12		4	3	8	7	7	6	5	5	4	8	4
Ti	1244	1277	1160	1232	1261	1271	803		1214	1155	1231	1237	1233	1198	1110	1158	1249	1116	1182
V	1	1	1	8	7	7	25		0	0	4	4	9	9	19	17	37	4	4
Sr	60	59	57	133	126	128	636		528	551	506	512	569	560	86	186	104	139	121
Y	2126	2083	2219	202	187	195	28		813	787	255	236	264	266	1109	1017	1271	809	584
La	17	18	18	531	537	529	28	3000	484	465	1001	1050	1027	1043	311	207	418	854	812
Ce	50	52	51	1139	1127	1072	40	3700	1183	1086	1840	1937	1967	1971	995	764	1225	1837	1841
Pr	8	8	9	125	124	109	4	300	154	152	203	215	209	213	153	119	173	221	215
Nd	45	51	50	462	463	439	14	1000	619	634	790	826	808	798	814	680	878	908	875
Sm	32	31	32	59	68	64	3	135	128	125	114	117	115	119	218	201	235	165	172
Eu	12	11	11	12	13	10	1	17	20	21	25	25	24	25	31	27	35	23	21
Σ	164	171	170	2329	2331	2224	90	8152	2587	2484	3972	4171	4151	4168	2522	1997	2965	4007	3937
Gd	87	85	95	39	39	44	2	100	115	105	54	64	63	60	200	164	212	120	102
Tb	17	17	18	3	4	2	0	16	16	17	6	7	6	6	20	16	22	10	10
Dy	258	260	266	30	28	27	2	90	137	137	39	44	41	42	198	171	217	110	109
Ho	61	60	62	5	5	5	0	17	26	22	7	7	7	7	34	32	38	20	22
Er	168	166	167	13	11	11	1	40	66	68	14	16	16	16	78	64	90	47	44
Tm	25	24	24	1	1	1	0	5	9	9	2	2	2	2	10	8	10	6	6
Yb	179	178	181	9	8	6	1	27	49	47	11	11	13	12	49	47	62	36	36
Lu	39	38	42	3	2	2	0	3	10	8	3	2	2	2	13	9	16	9	9
Σ	833	830	854	104	98	99	8	298	427	414	136	153	150	147	599	511	667	359	338
Σ	997	1000	1024	2433	2429	2323	98	8450	3015	2898	4108	4323	4301	4315	3121	2508	3632	4366	4274

La teneur en Ca a été déterminée par microsonde électronique et est donnée en % poids.  
 Les sommes intermédiaires représentent l'ensemble des terres rares légères et lourdes. Les données sur l'apatite de Durango sont celles de Reed (1986).

Tableau IV-E : résultats de l'analyse à la microsonde ionique des terres rares, de Y, de Ca et de P pour quelques grains d'apatite de la bordure ardéchoise.

	Planzolles			Pendu	Chavade		
	a1	a3	b4	c3	e6	c5	d3
P	10806	12042	11555	12503	7629	11571	10759
Ca	523800	541800	525600	534400	534700	529400	541600
Y	1265	542	1105	1185	1204	1087	885
La	164	180	187	133	146	137	165
Ce	484	367	564	388	449	426	479
Pr	76	40	89	66	70	67	73
Nd	377	158	438	318	351	359	352
Sm	130	40	143	112	133	120	118
Eu	4	16	4	8	9	22	18
$\Sigma$ TR légères	1235	801	1426	1024	1157	1131	1206
Gd	116	38	143	124	136	112	97
Tb	16	5	20	18	20	14	12
Dy	165	66	186	174	198	131	106
Ho	32	14	30	26	33	23	18
Er	77	39	82	65	74	59	43
Tm	10	5	11	8	9	8	6
Yb	65	45	63	42	50	50	31
Lu	14	9	14	9	12	10	6
$\Sigma$ TR lourdes	496	222	548	468	532	408	320
$\Sigma$ TR	1731	1023	1974	1492	1690	1539	1526

La teneur en Ca a été déterminée par microsonde électronique. Les sommes intermédiaires représentent l'ensemble des terres rares légères et lourdes.

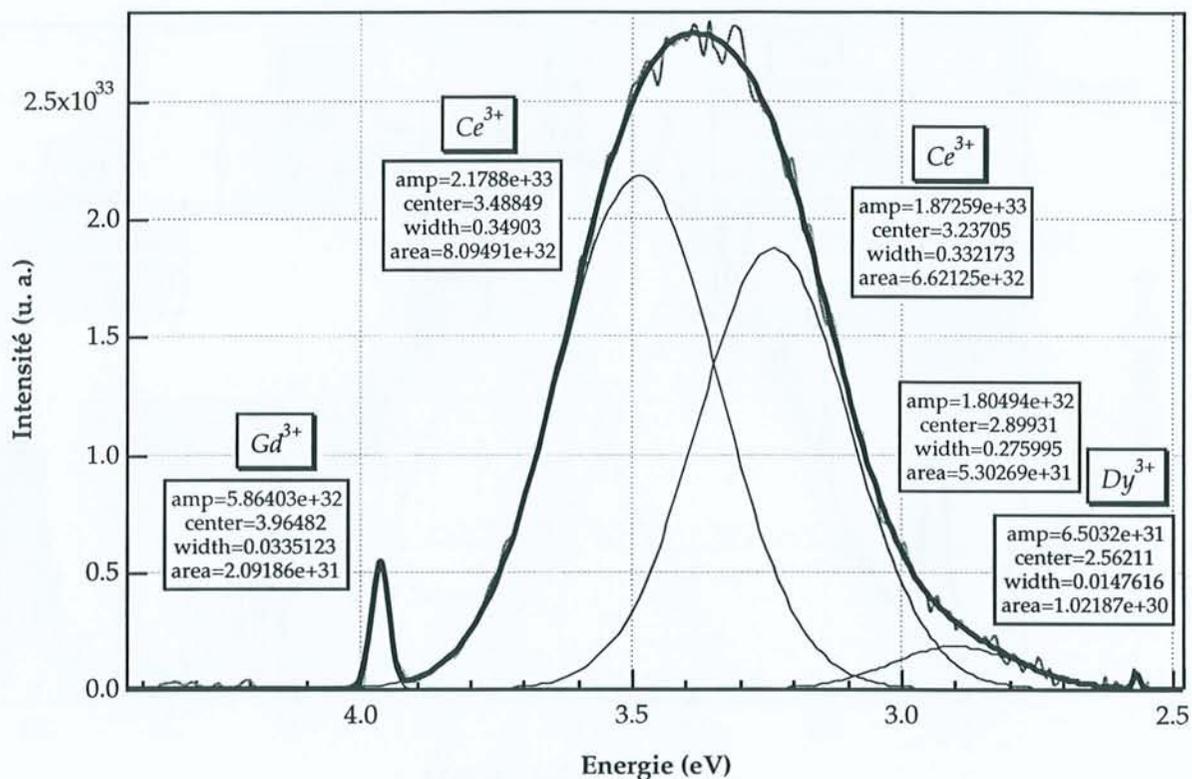
## ANNEXE V

### DECOMPOSITION DES SPECTRES DE CATHODOLUMINESCENCE

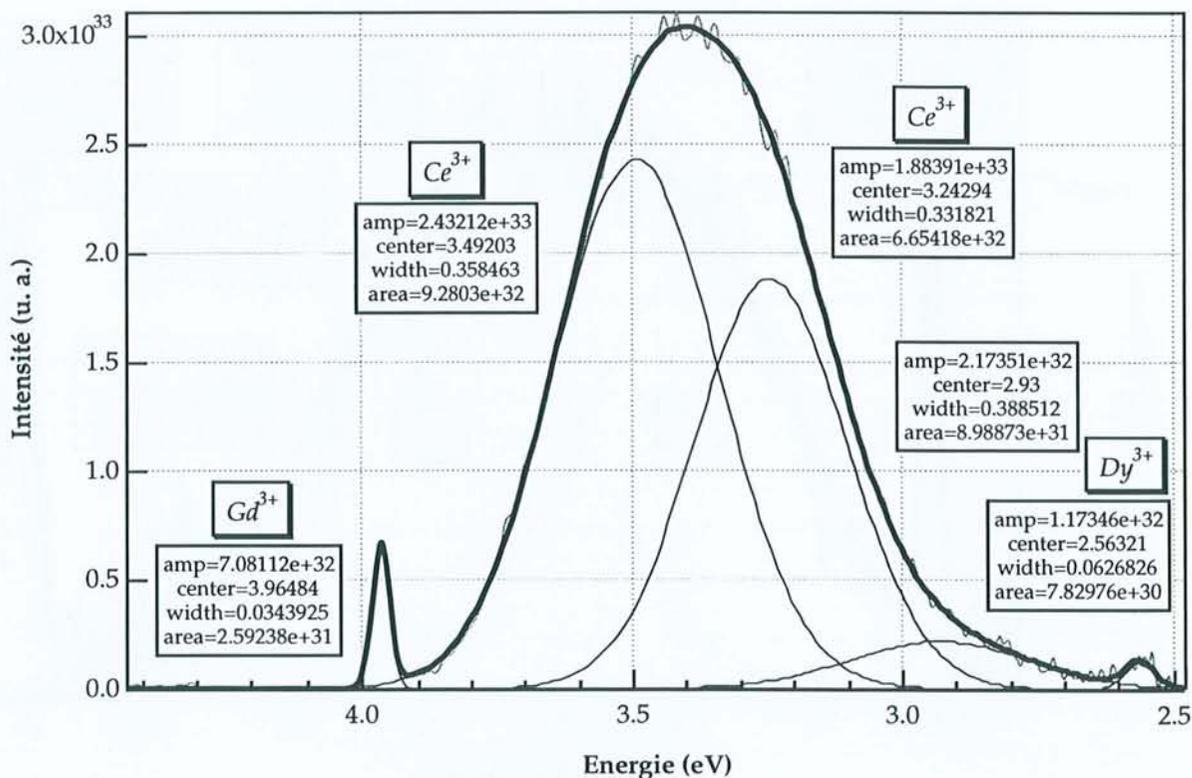
Pour les échantillons :

- du bassin de Paris
- de Mer du Nord
- des cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable
- des cristaux d'apatite à caractéristiques chimiques et de recuit connues

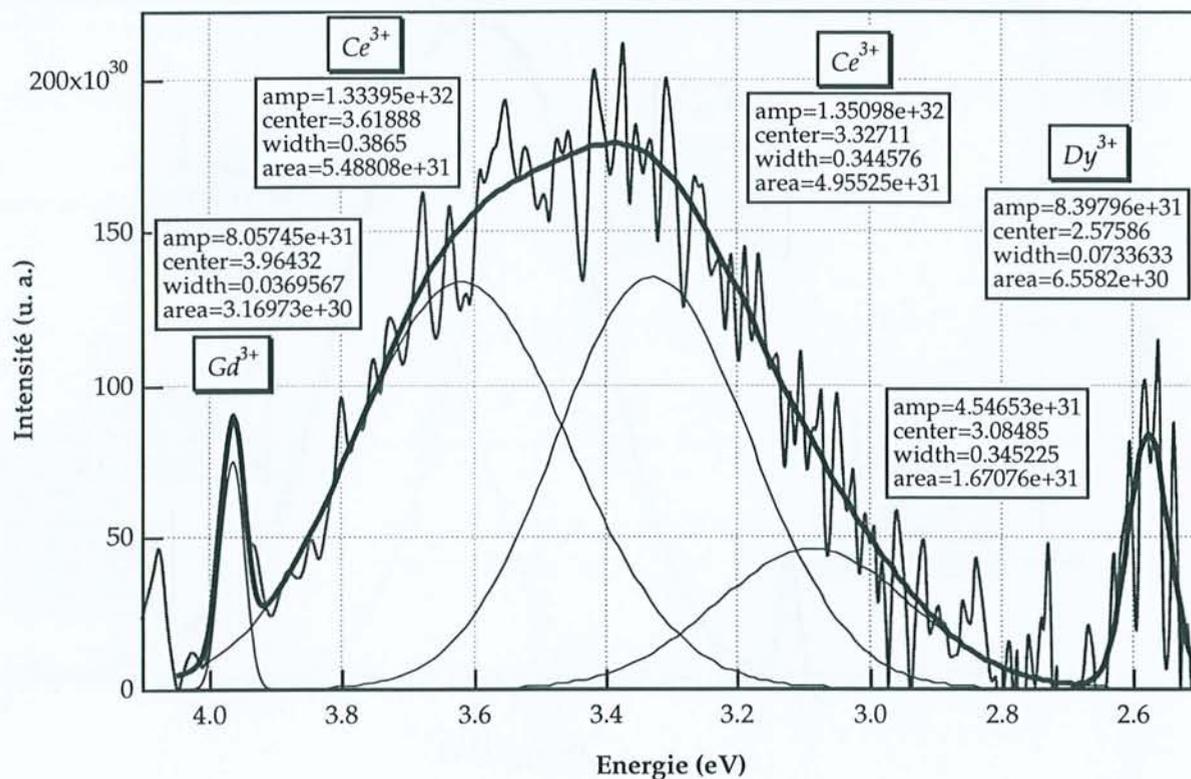




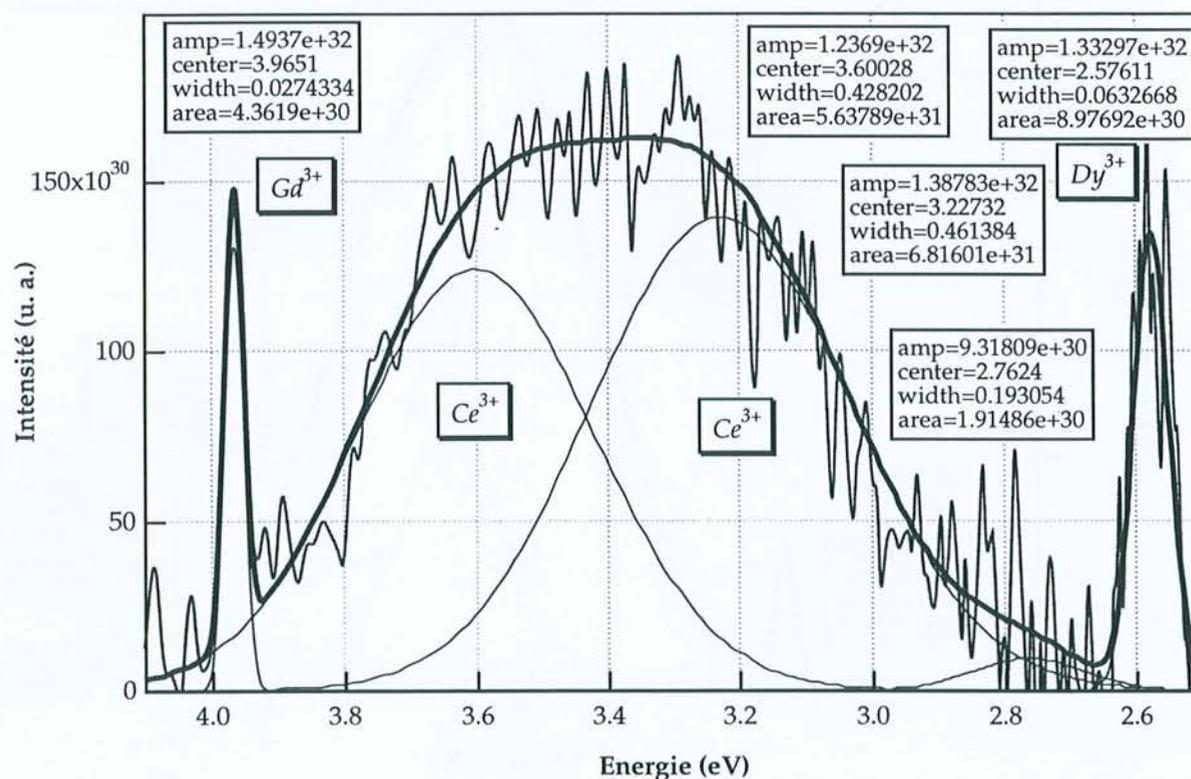
Décomposition en gaussiennes du grain a2 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



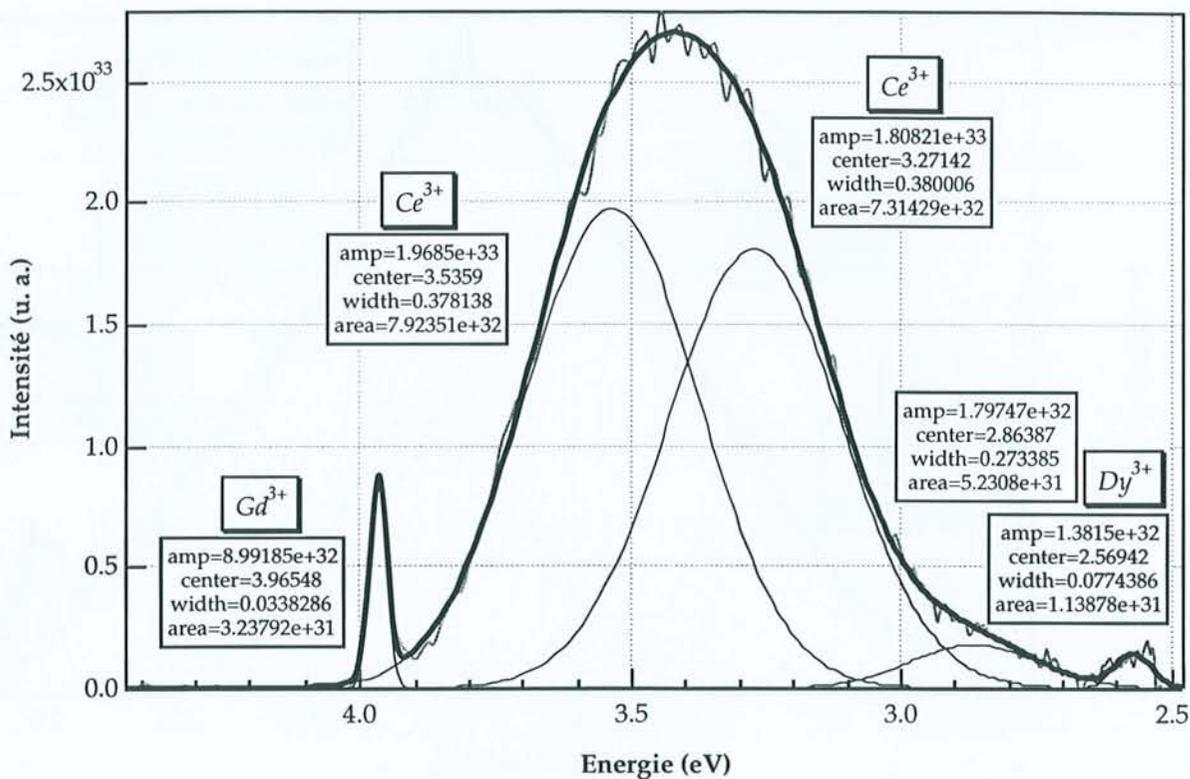
Décomposition en gaussiennes du grain a3 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



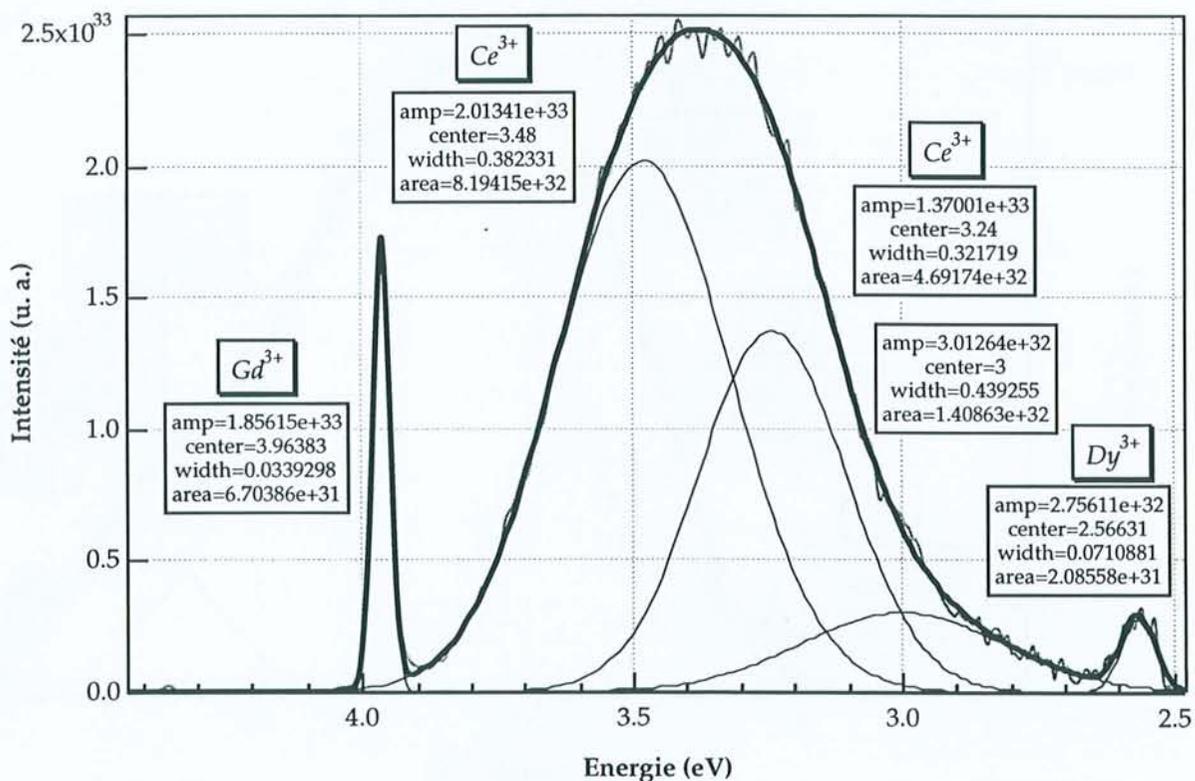
Décomposition en gaussiennes du grain a4 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



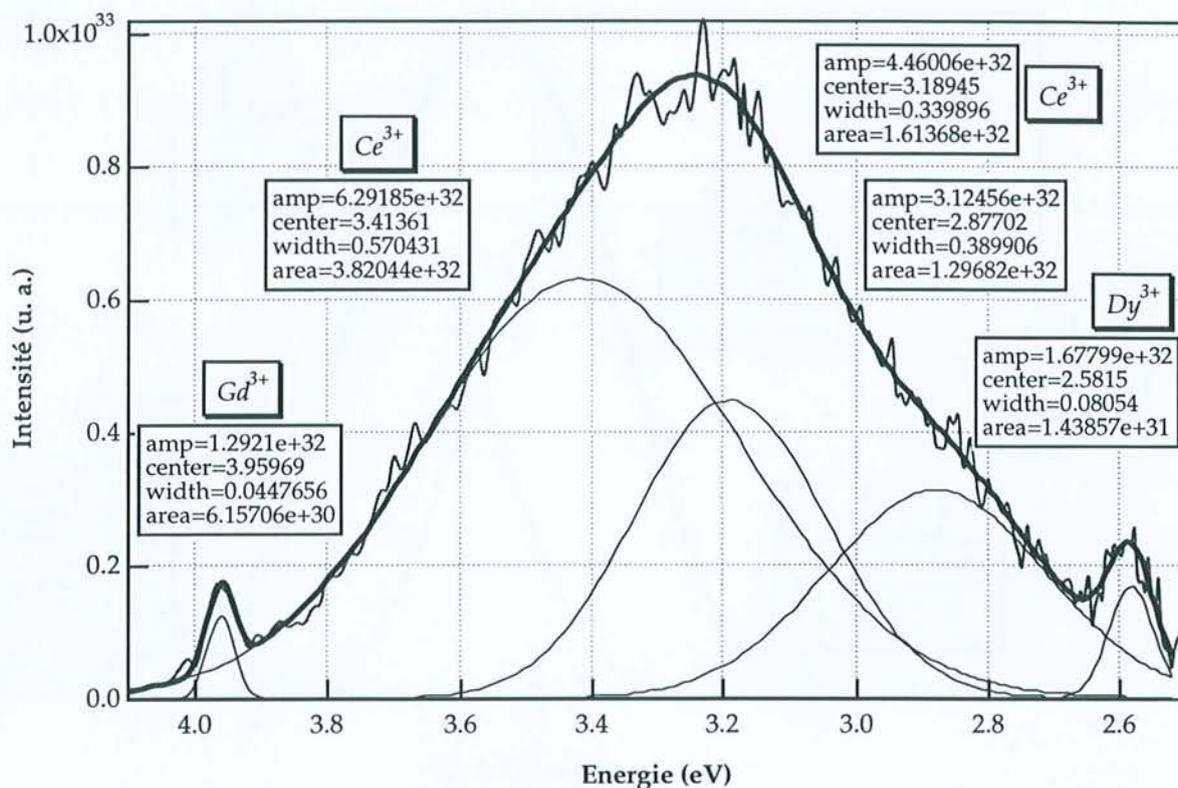
Décomposition en gaussiennes du grain a5 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



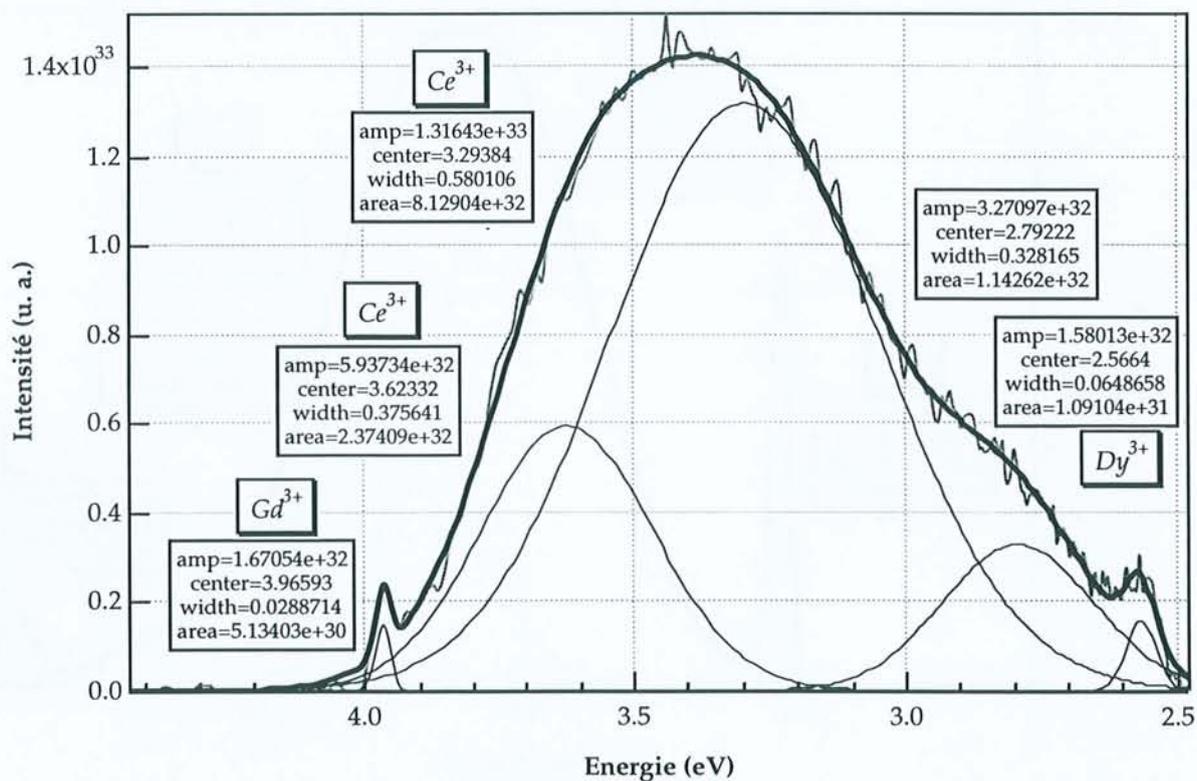
Décomposition en gaussiennes du grain a6 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



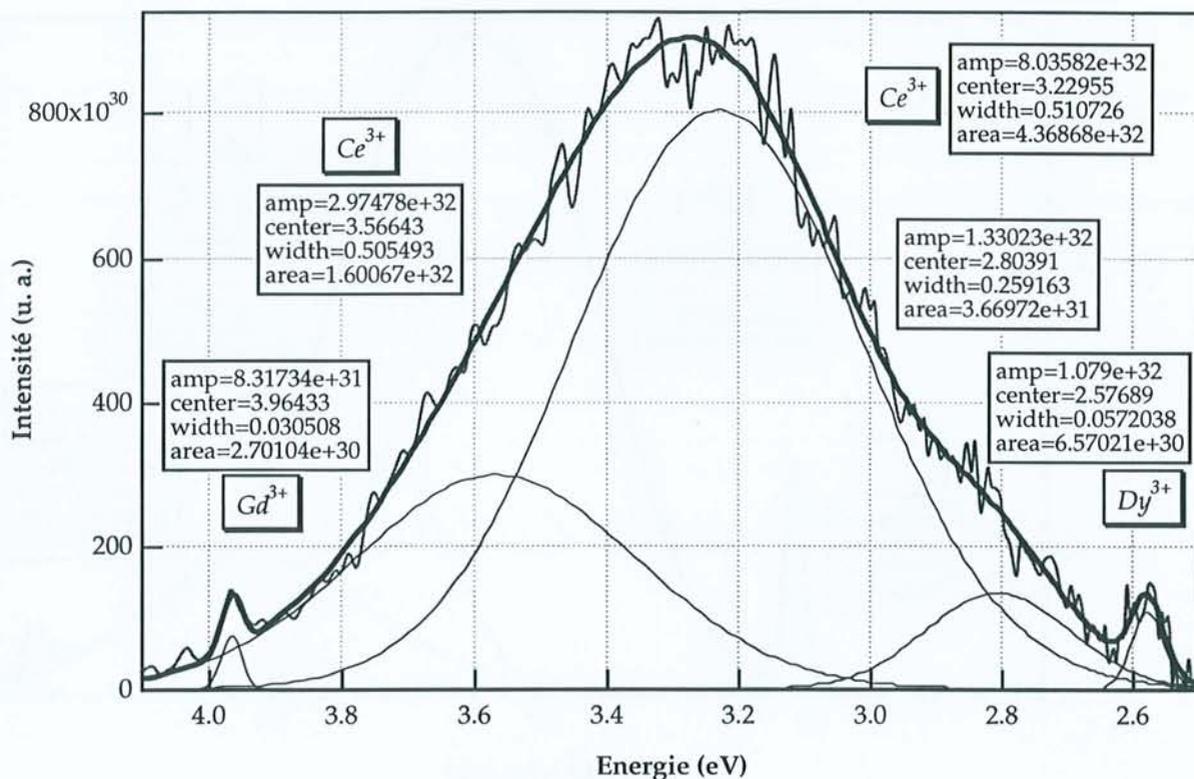
Décomposition en gaussiennes du grain a9 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



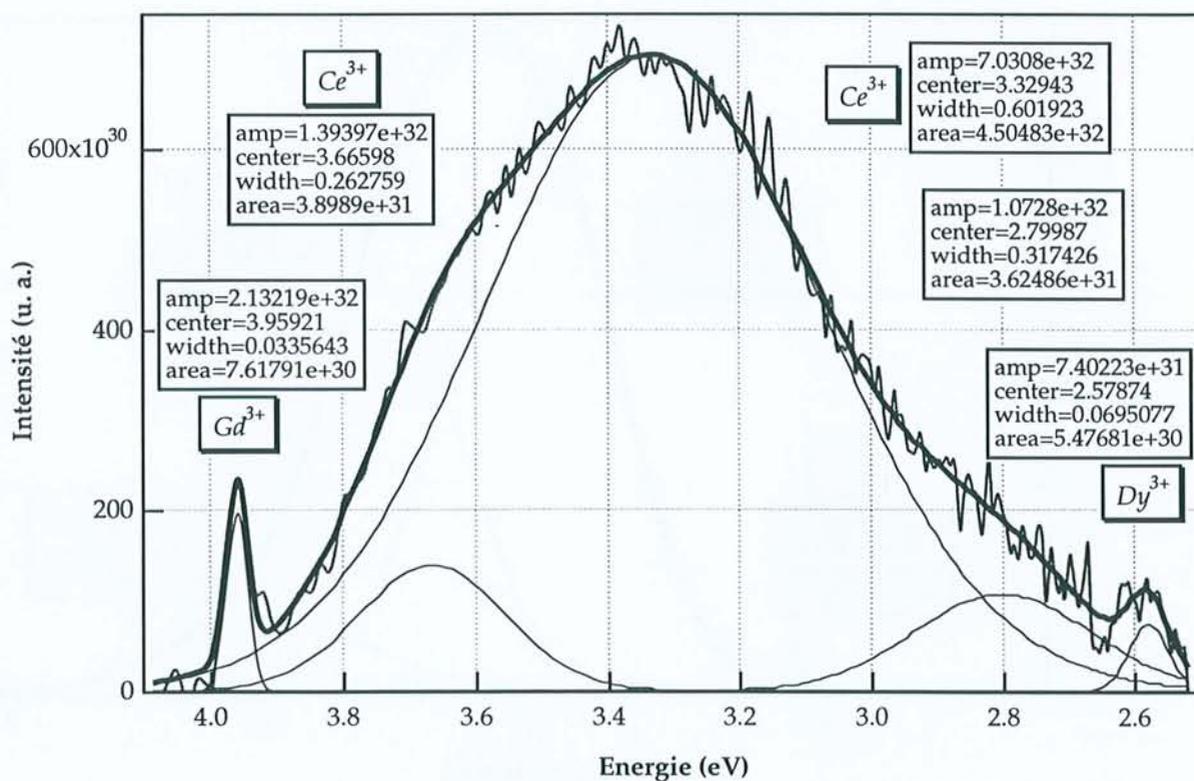
Décomposition en gaussiennes du grain c5 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



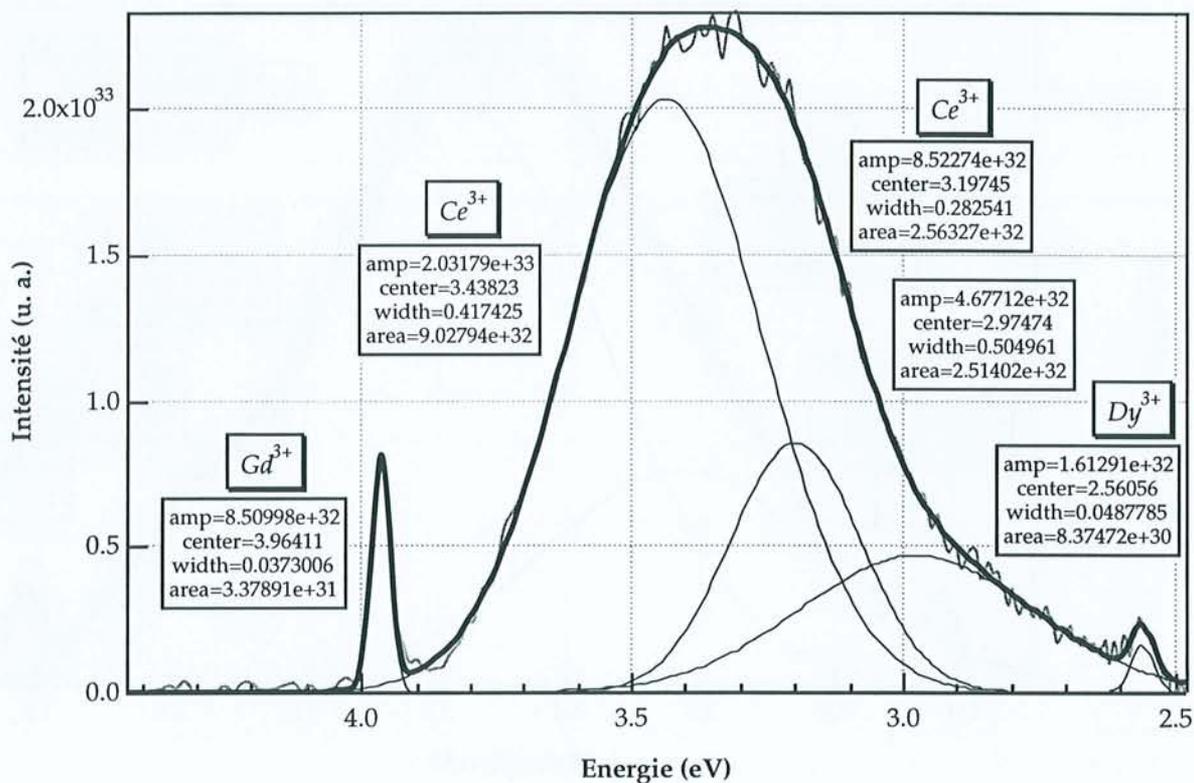
Décomposition en gaussiennes du grain d2 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



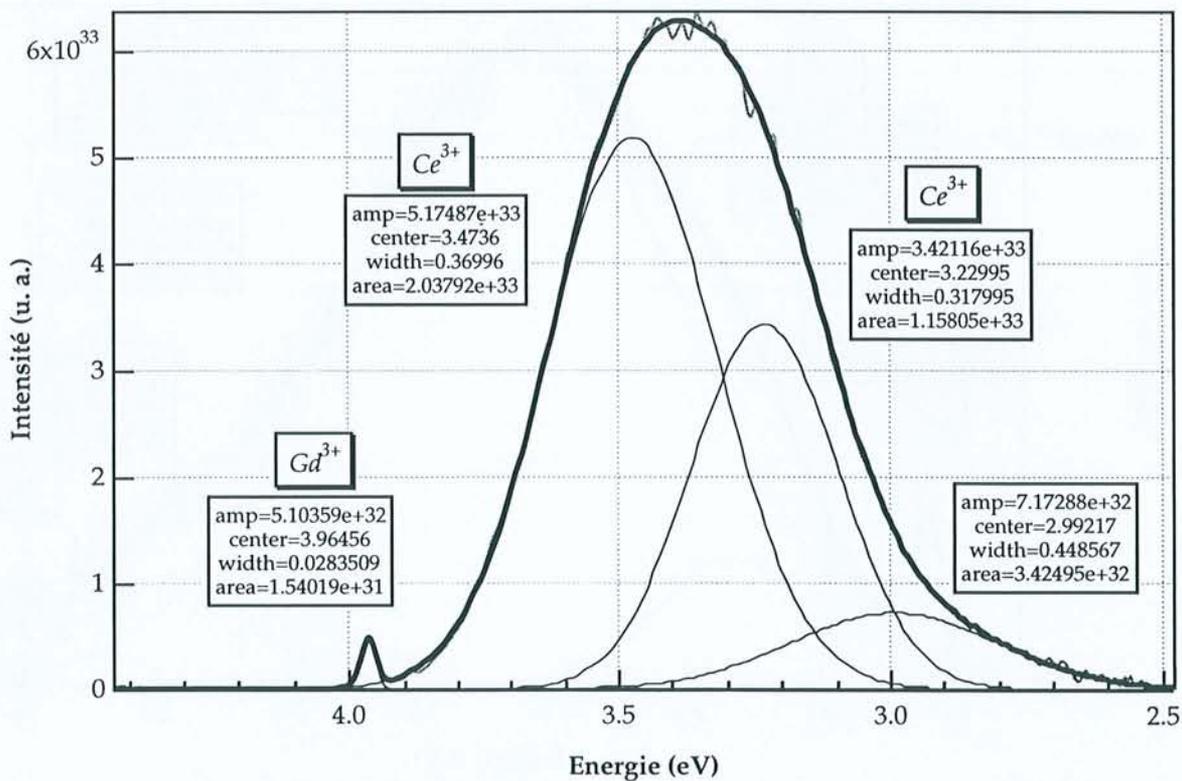
Décomposition en gaussiennes du grain e4 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



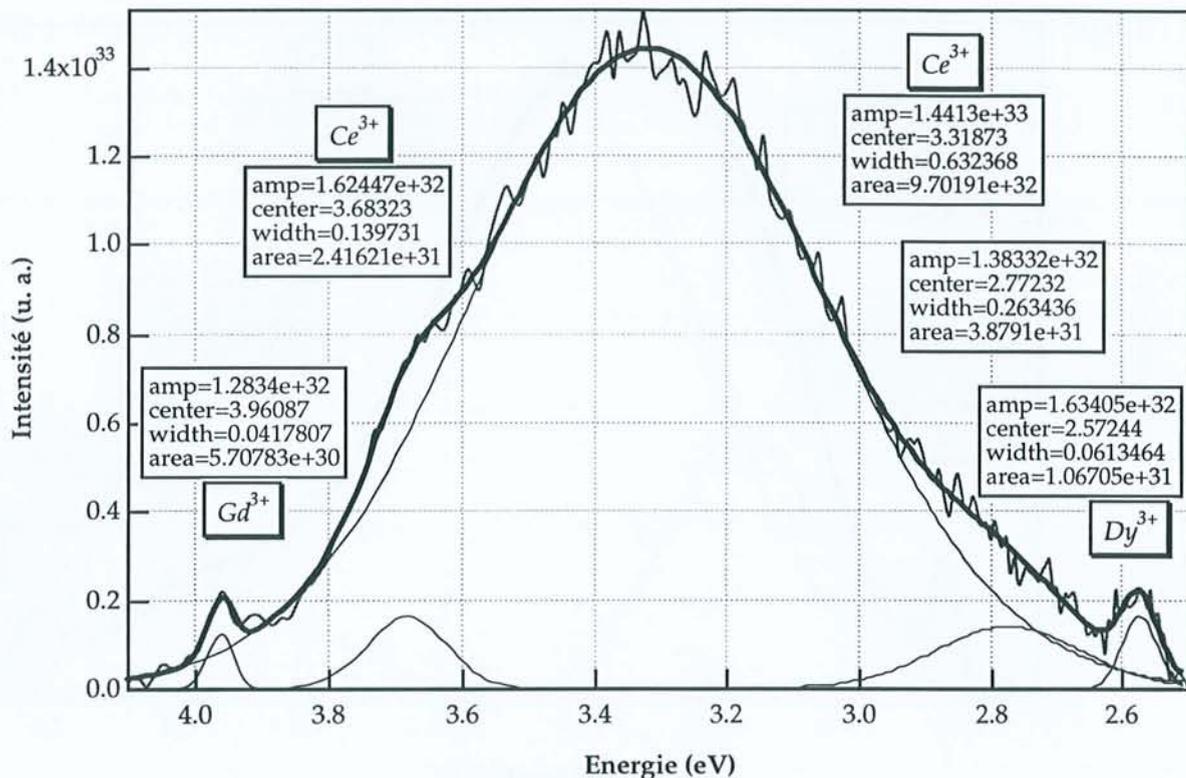
Décomposition en gaussiennes du grain f10 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



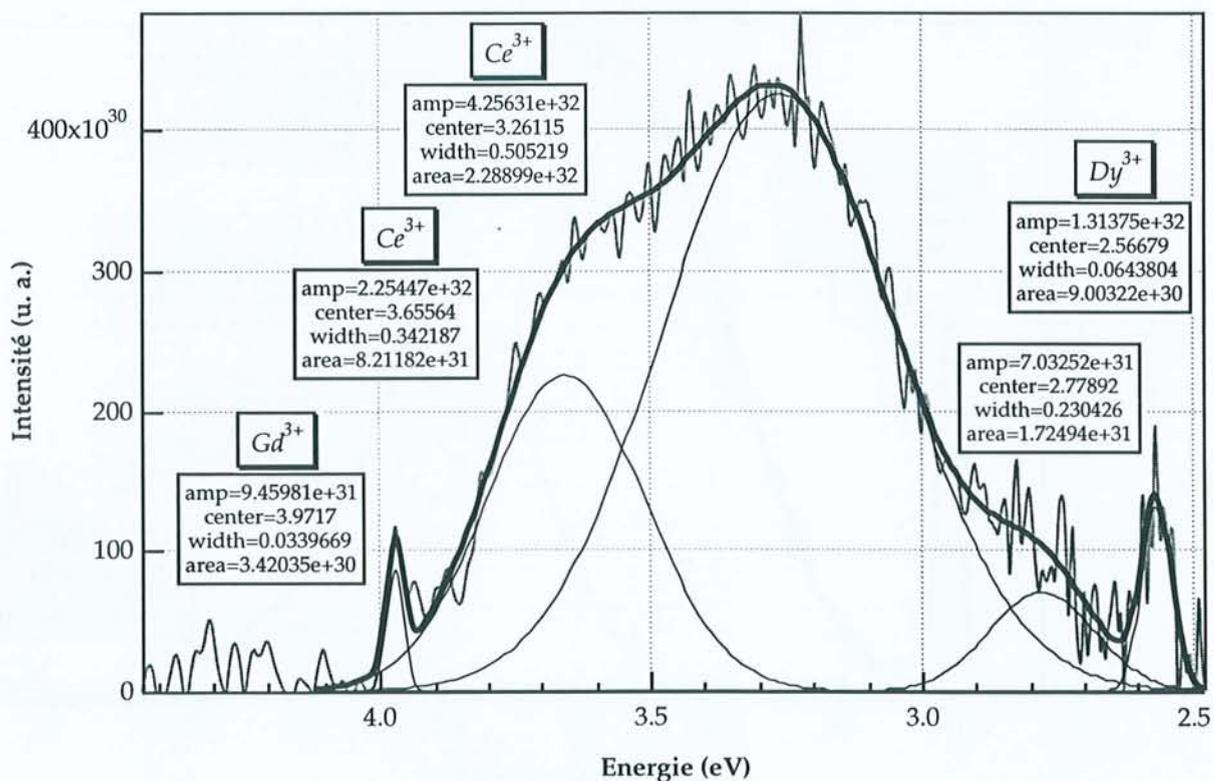
Décomposition en gaussiennes du grain f3 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



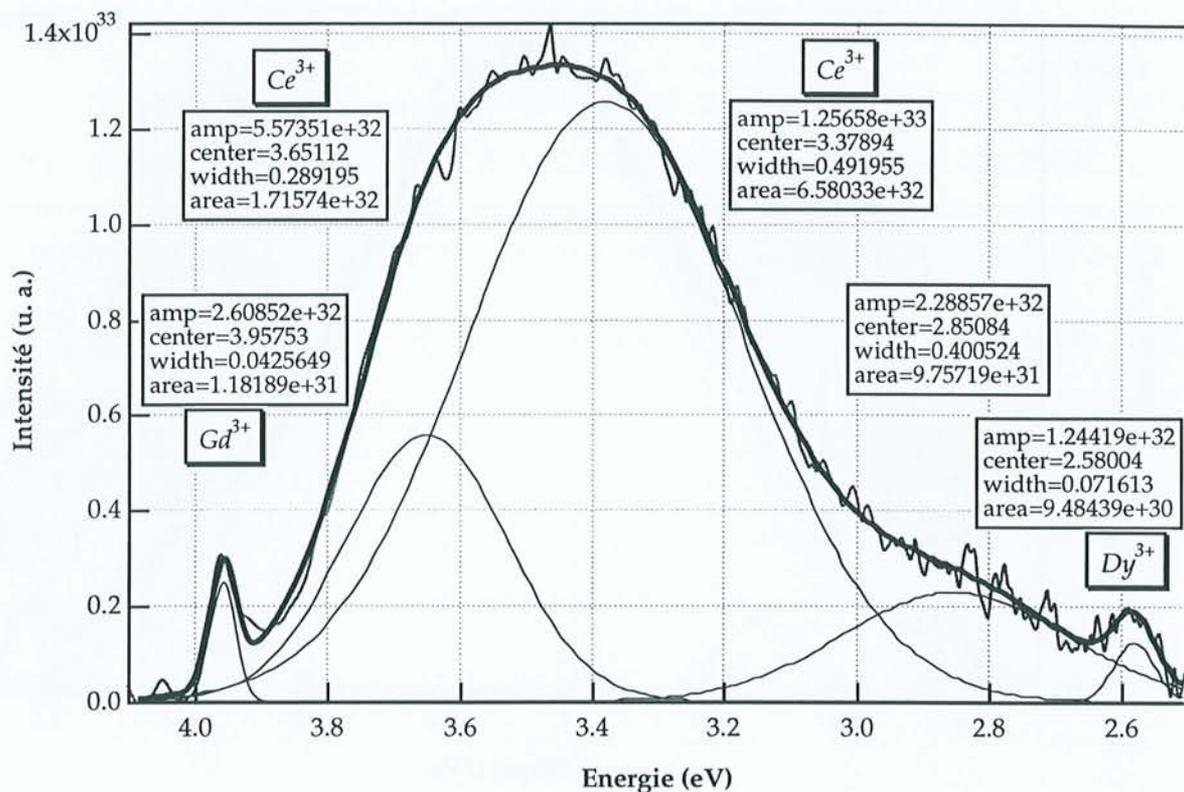
Décomposition en gaussiennes du grain f6 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



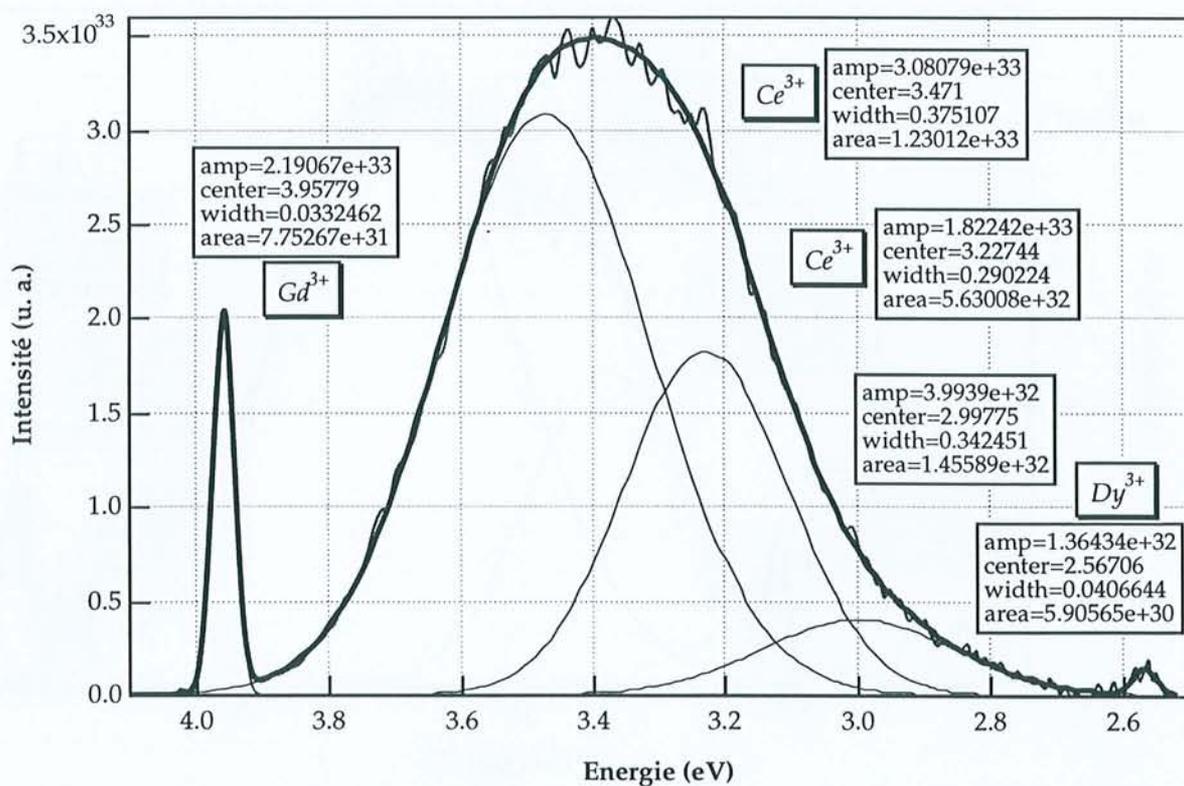
Décomposition en gaussiennes du grain g5 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



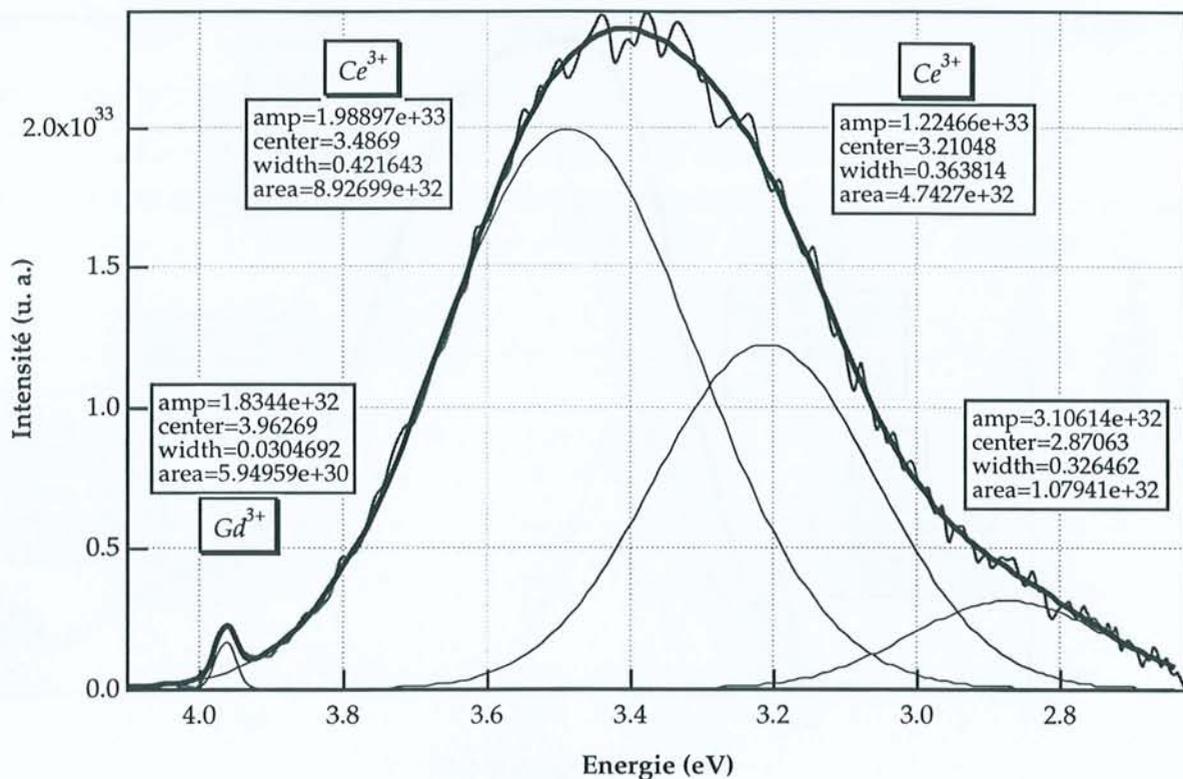
Décomposition en gaussiennes du grain h5 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



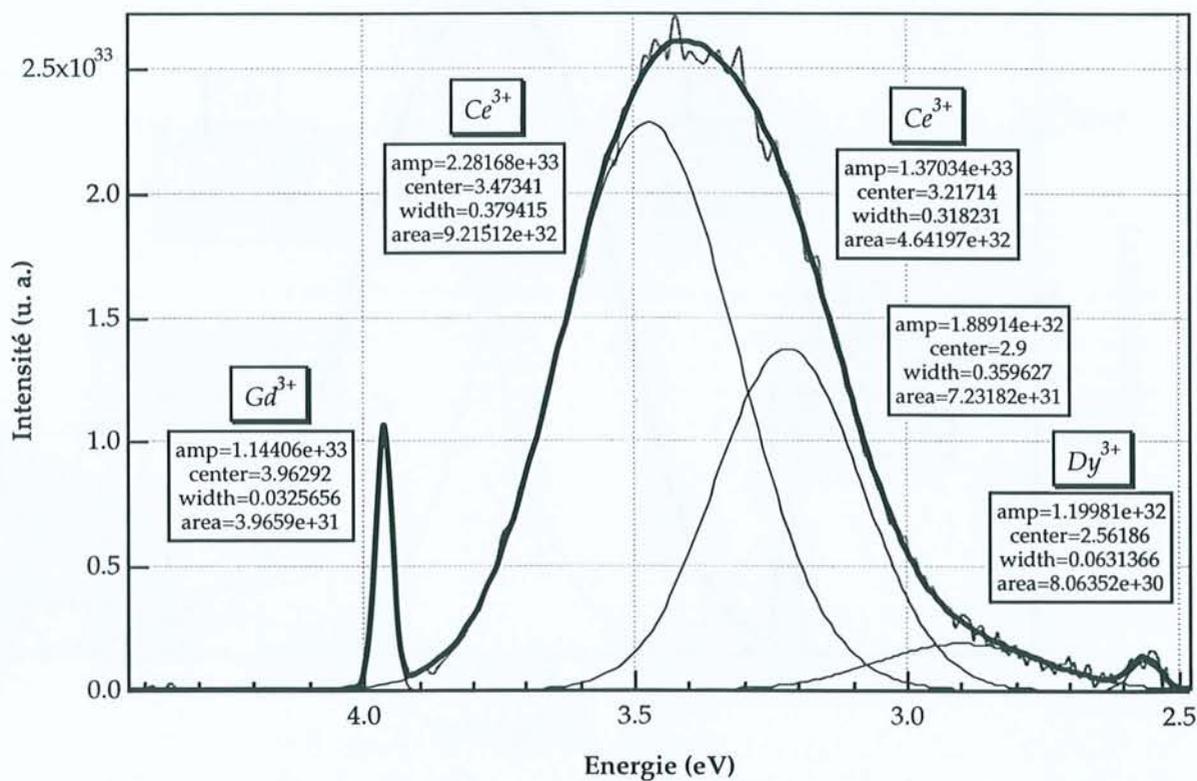
Décomposition en gaussiennes du grain h6 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



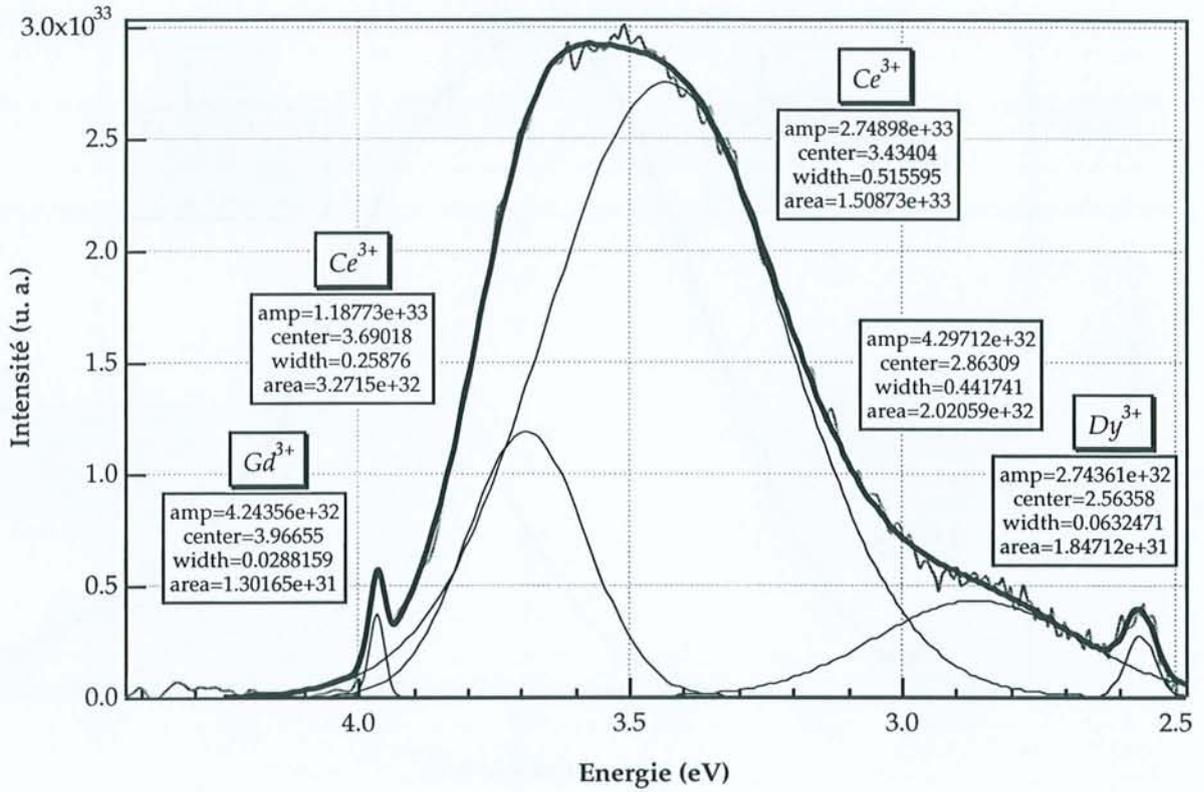
Décomposition en gaussiennes du grain i5 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



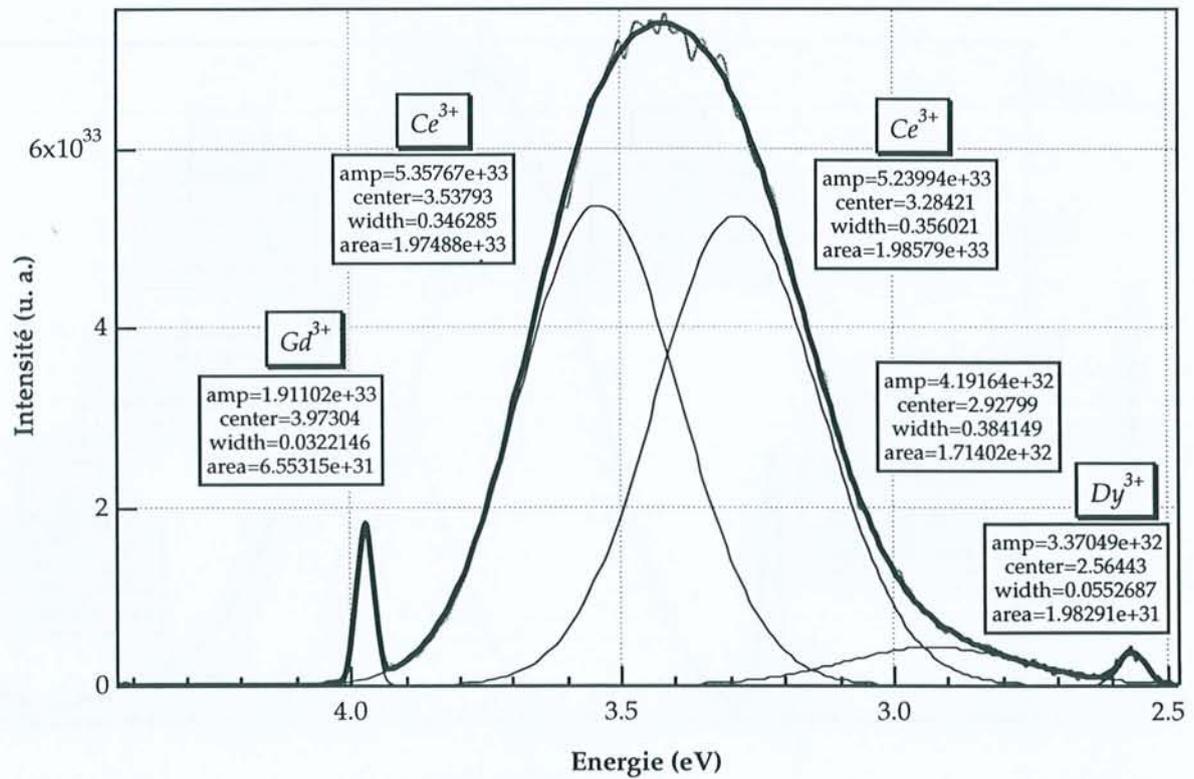
5 Décomposition en gaussiennes du grain i7 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



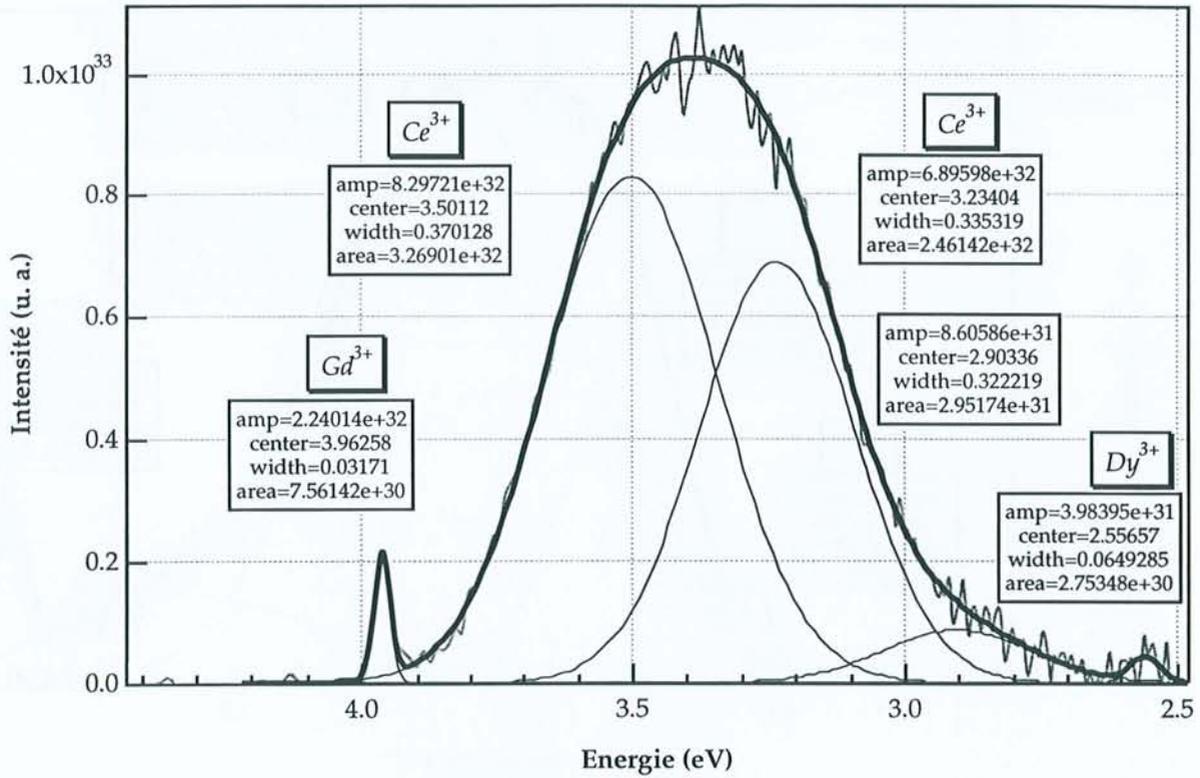
Décomposition en gaussiennes du grain i9 de l'échantillon 1 du bassin de Paris



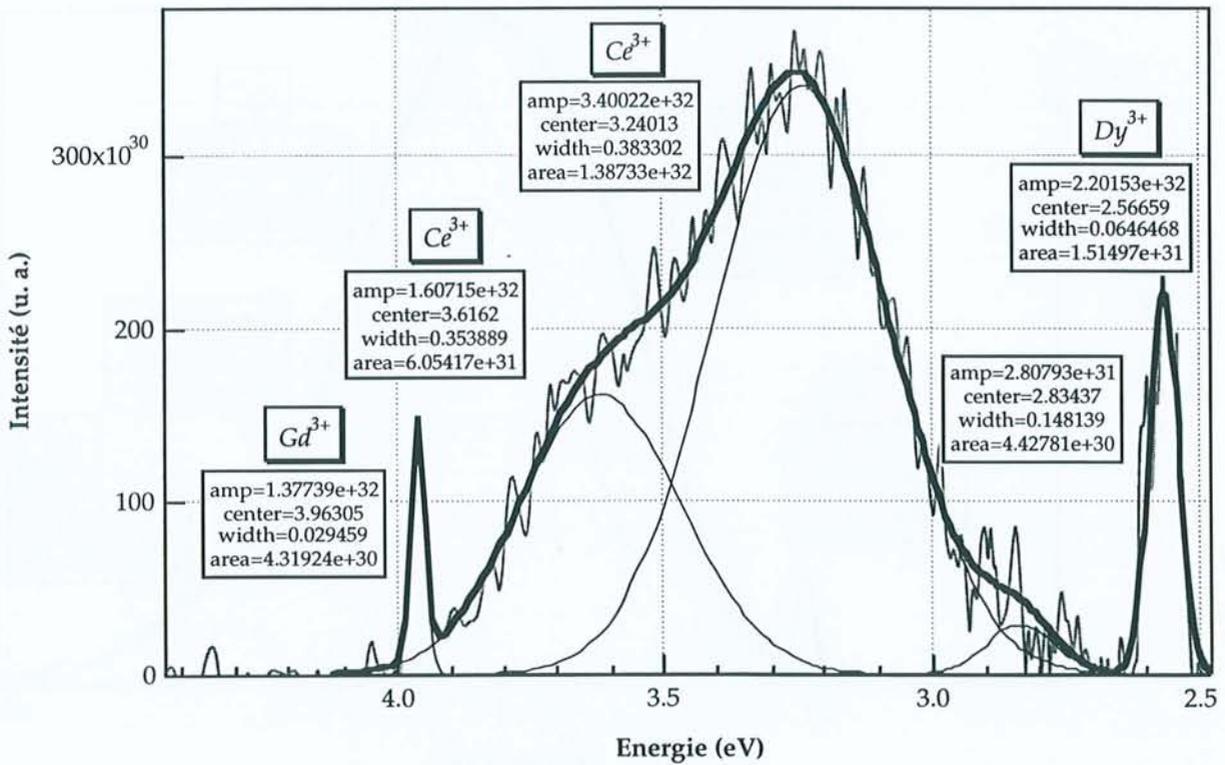
Décomposition en gaussiennes du grain a6 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



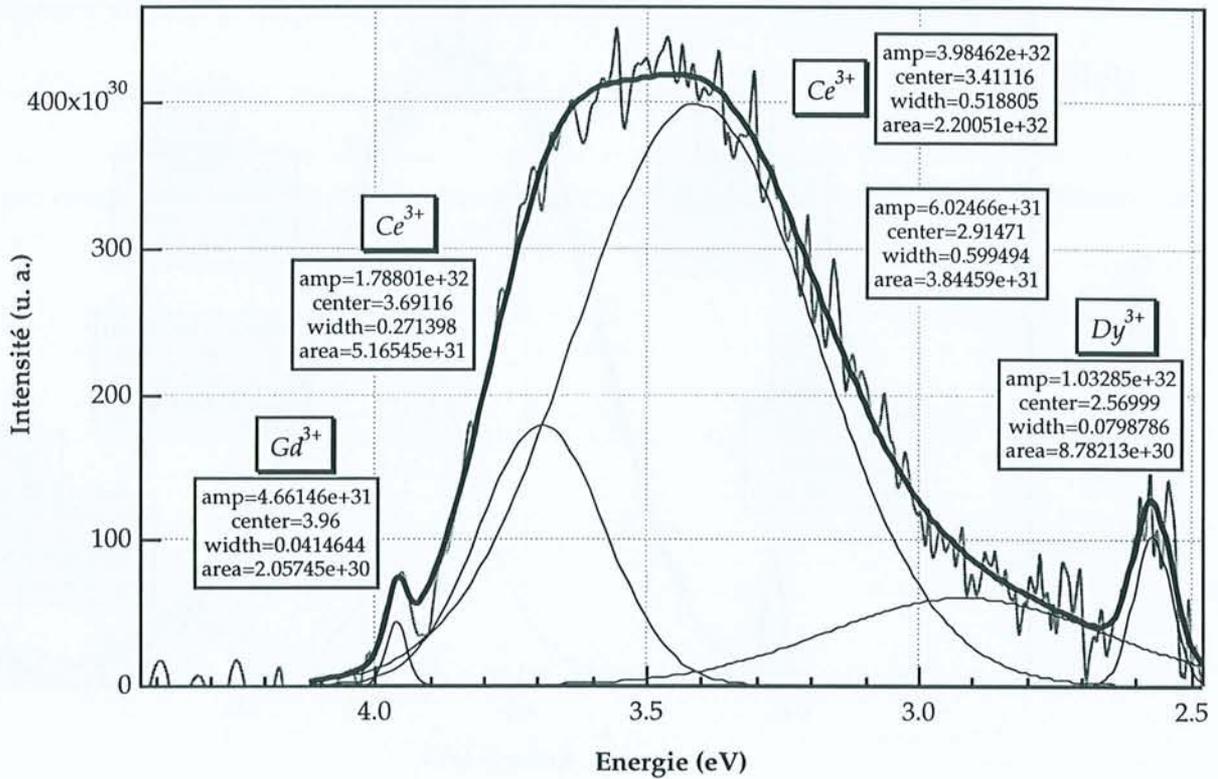
Décomposition en gaussiennes du grain b3 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



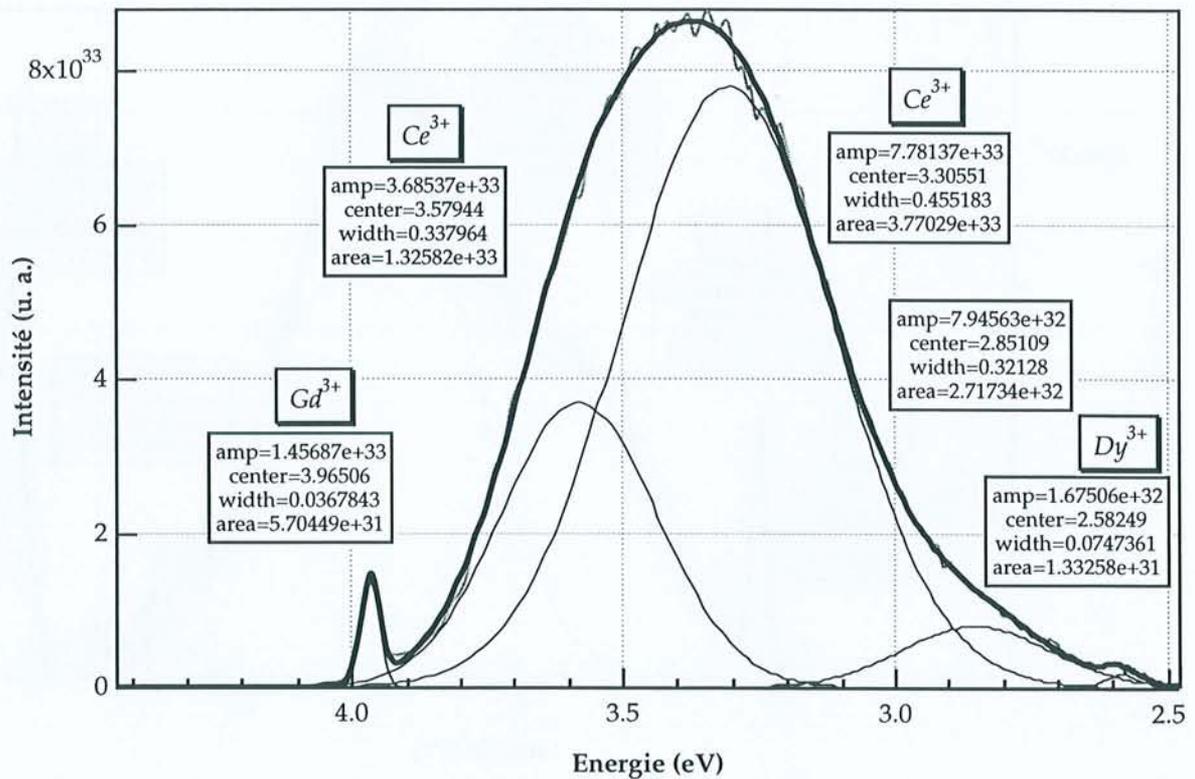
Décomposition en gaussiennes du grain b8 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



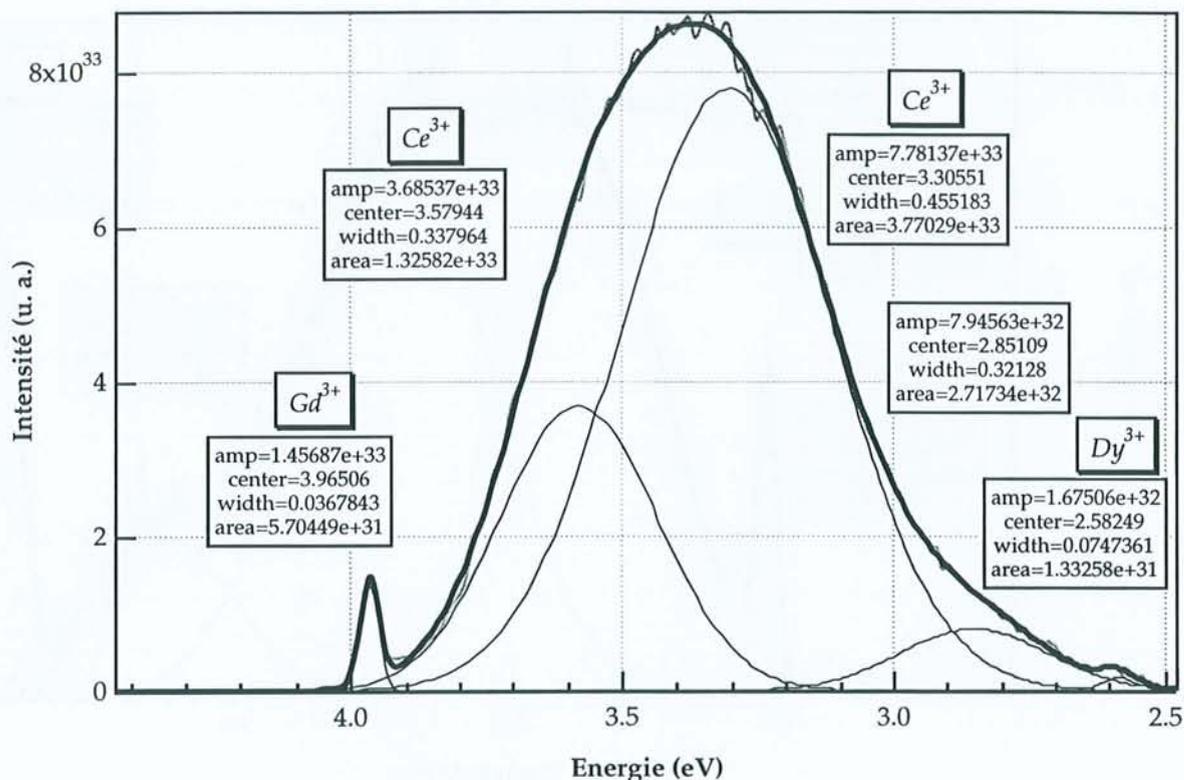
Décomposition en gaussiennes du grain c2 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



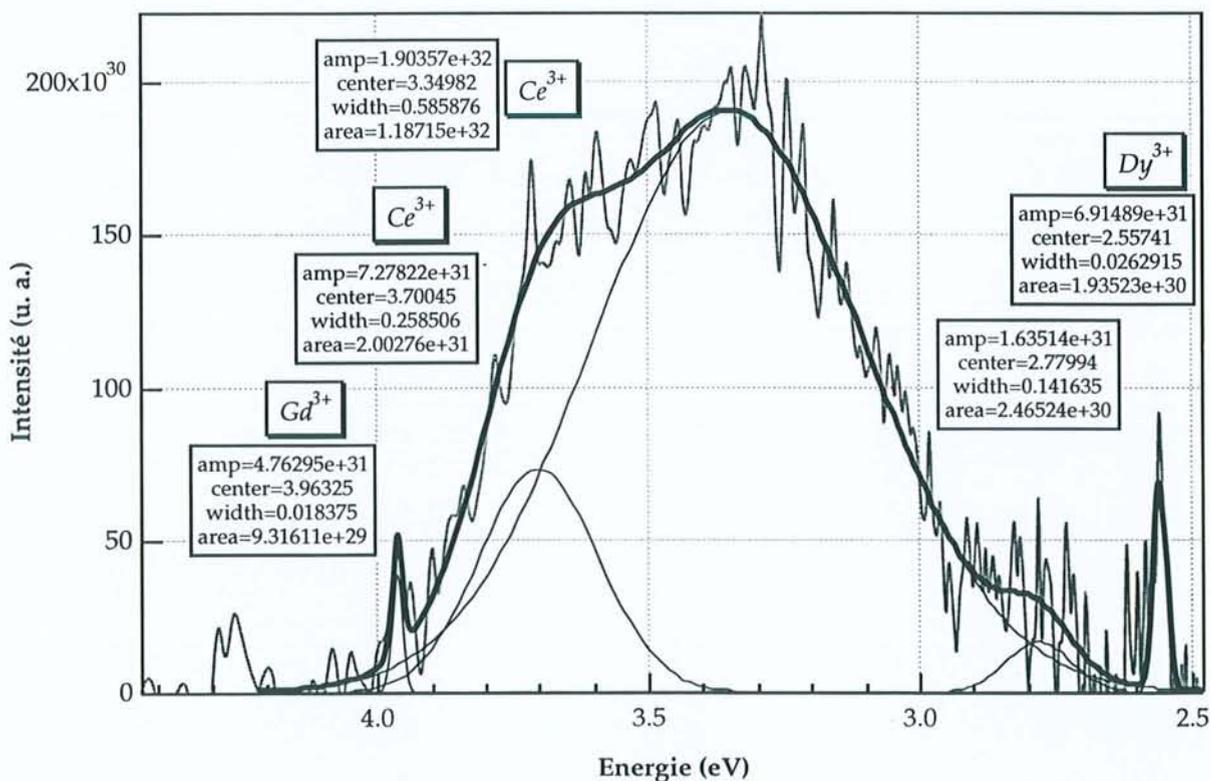
Décomposition en gaussiennes du grain f8 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



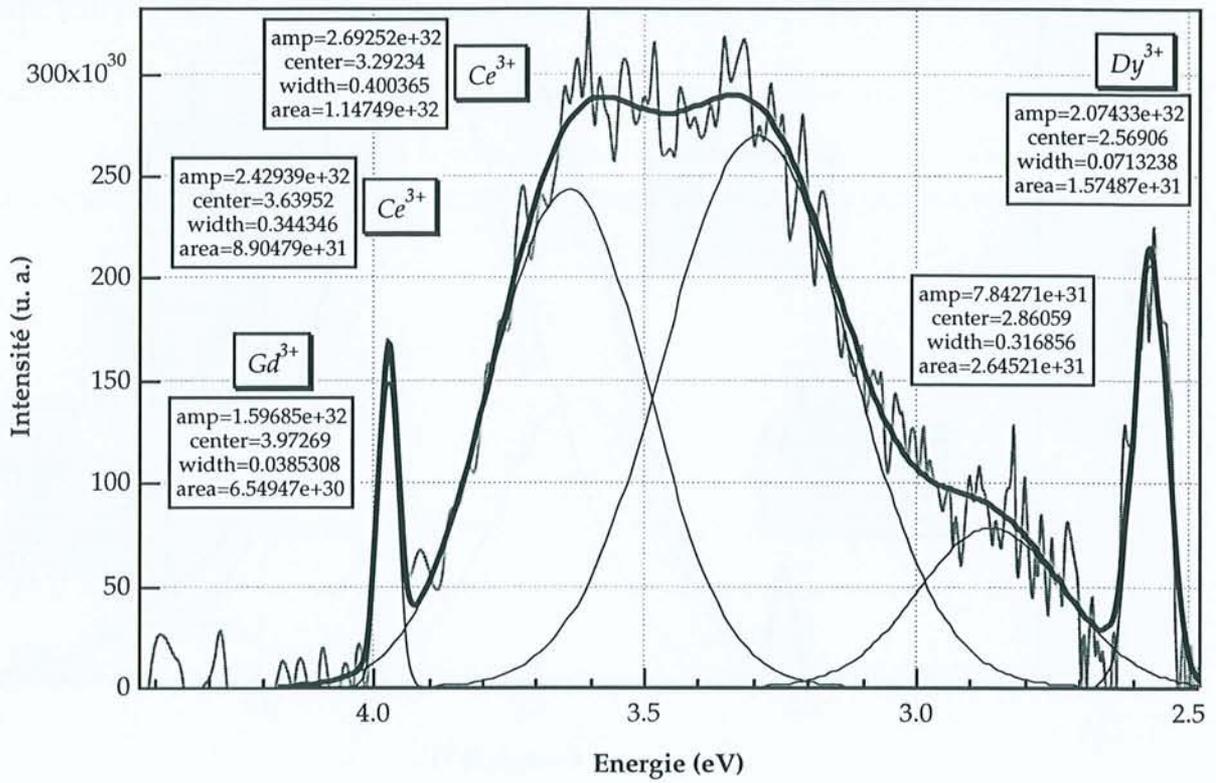
Décomposition en gaussiennes du grain g5 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



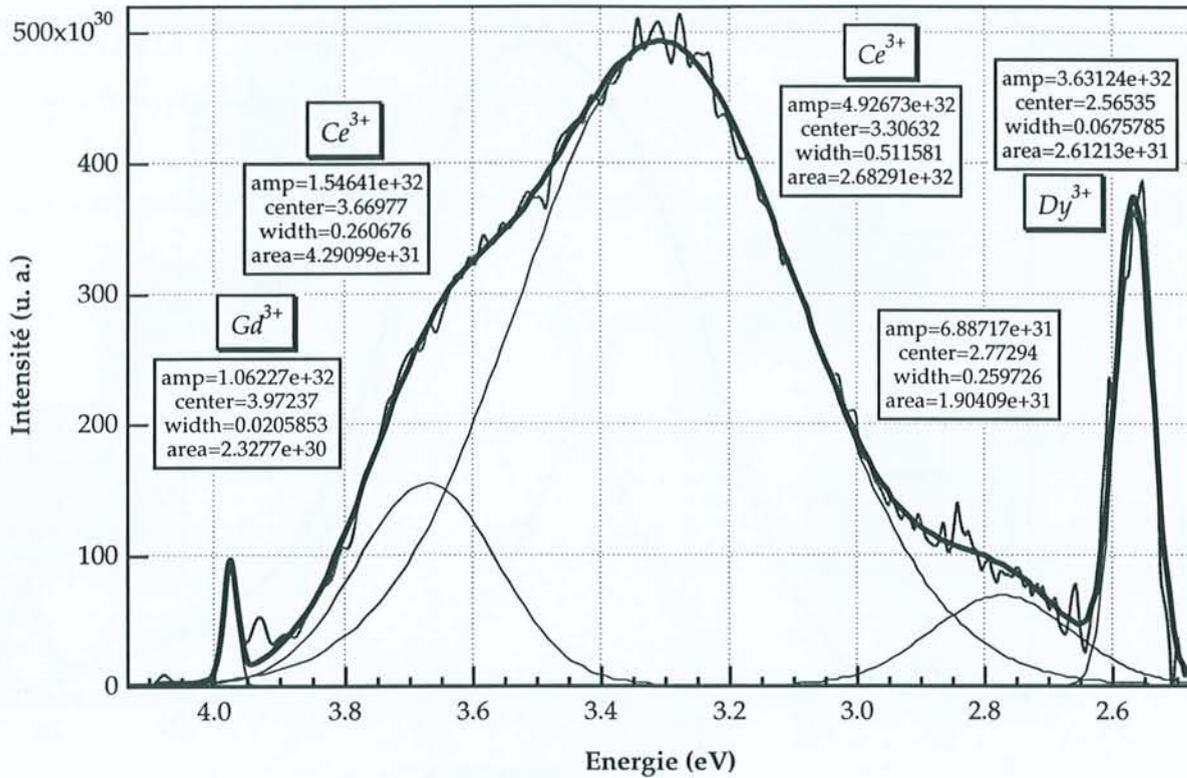
Décomposition en gaussiennes du grain i4 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



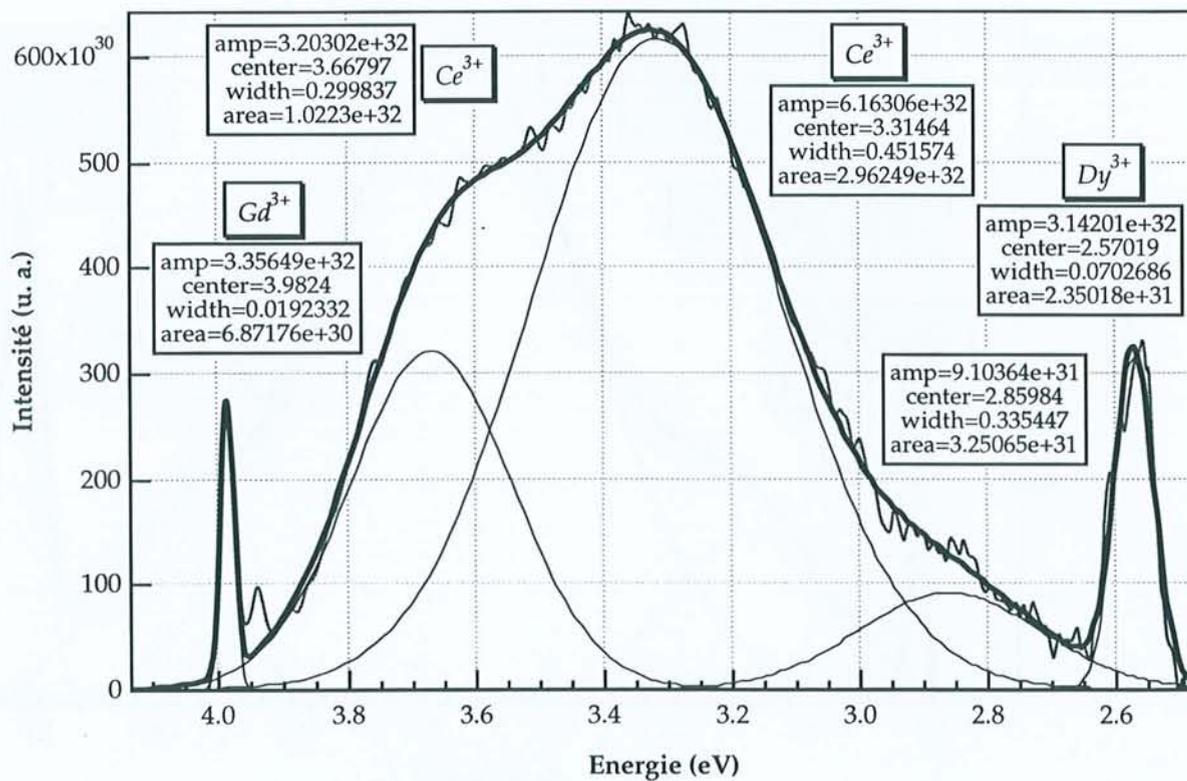
Décomposition en gaussiennes du grain j2 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



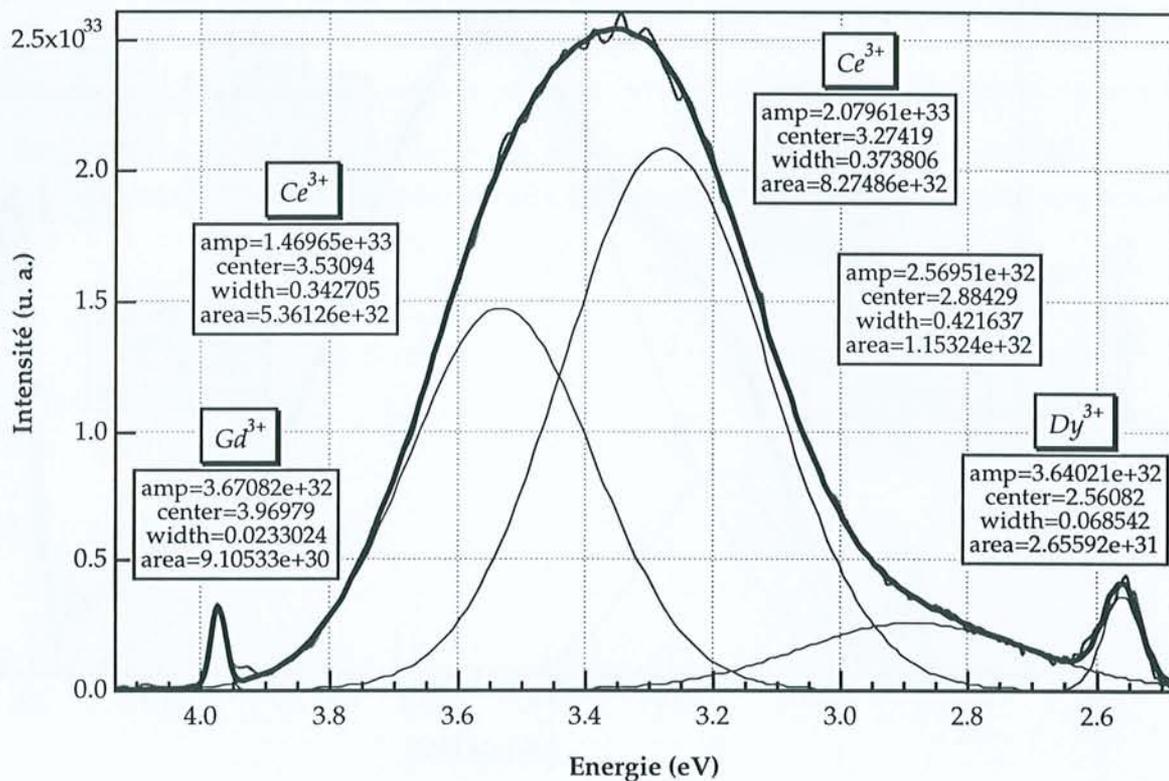
Décomposition en gaussiennes du grain j7 de l'échantillon 2 du bassin de Paris



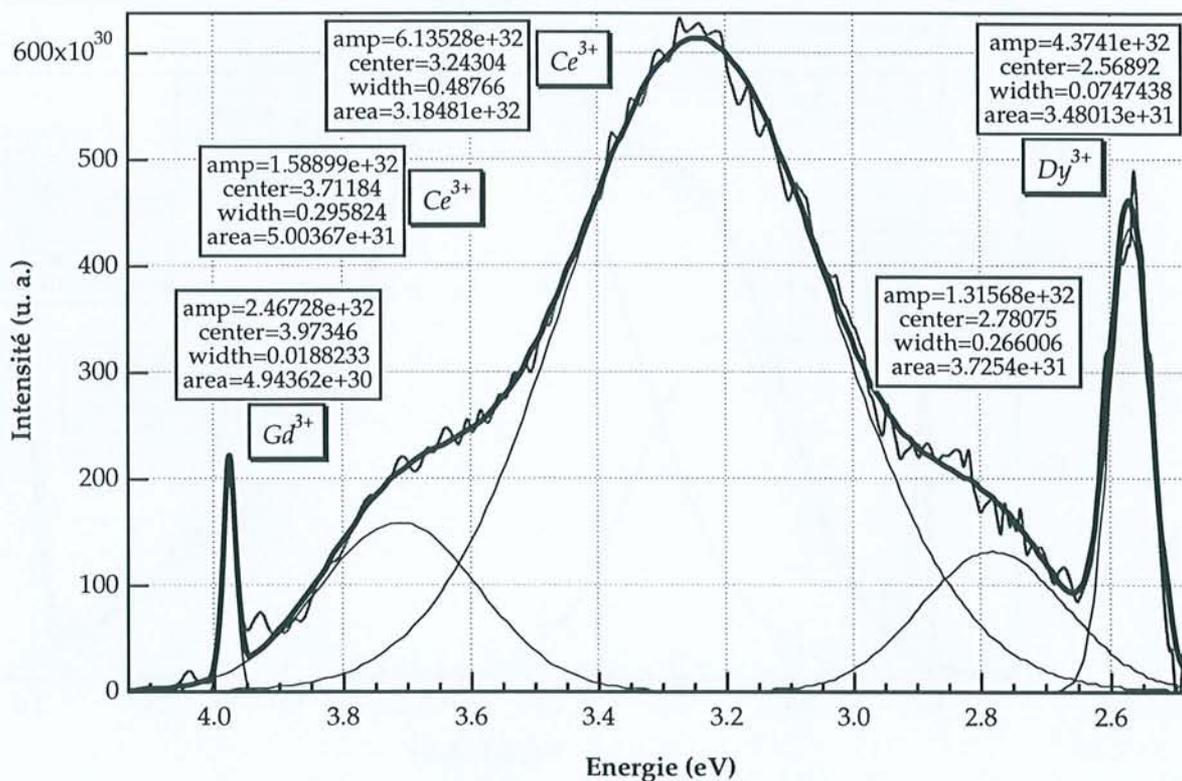
Décomposition en gaussiennes du grain a5 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



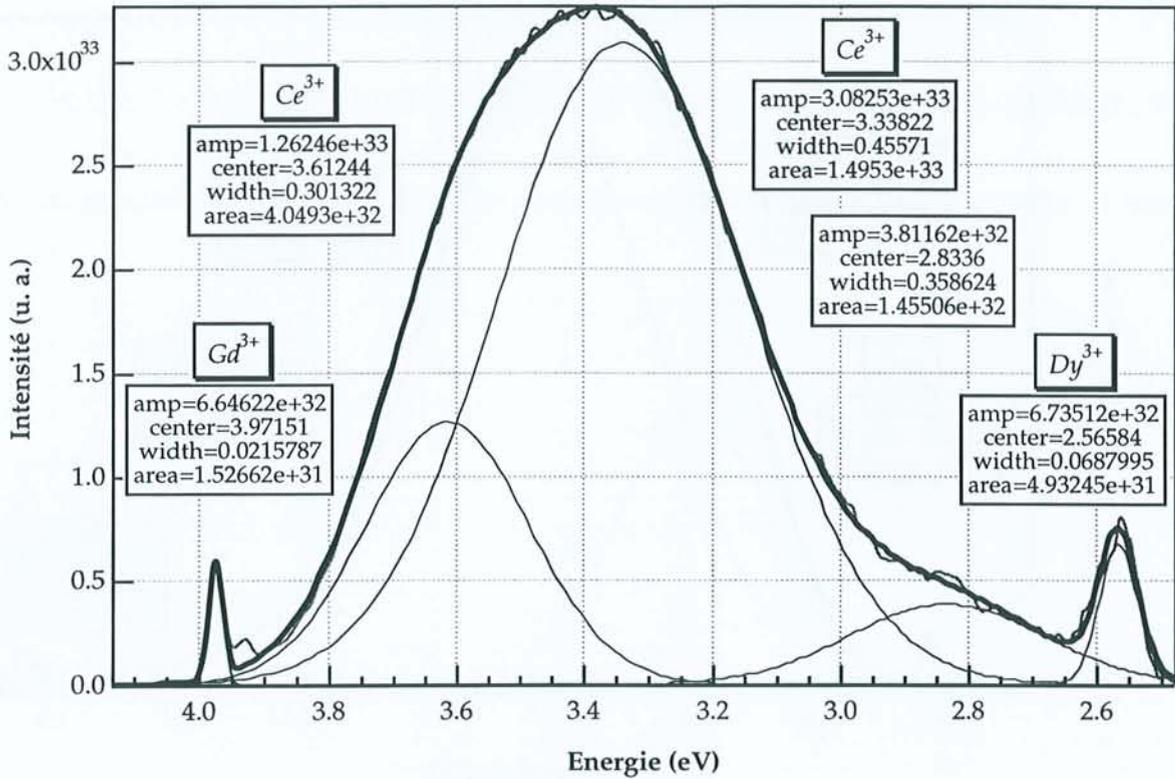
Décomposition en gaussiennes du grain a7 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



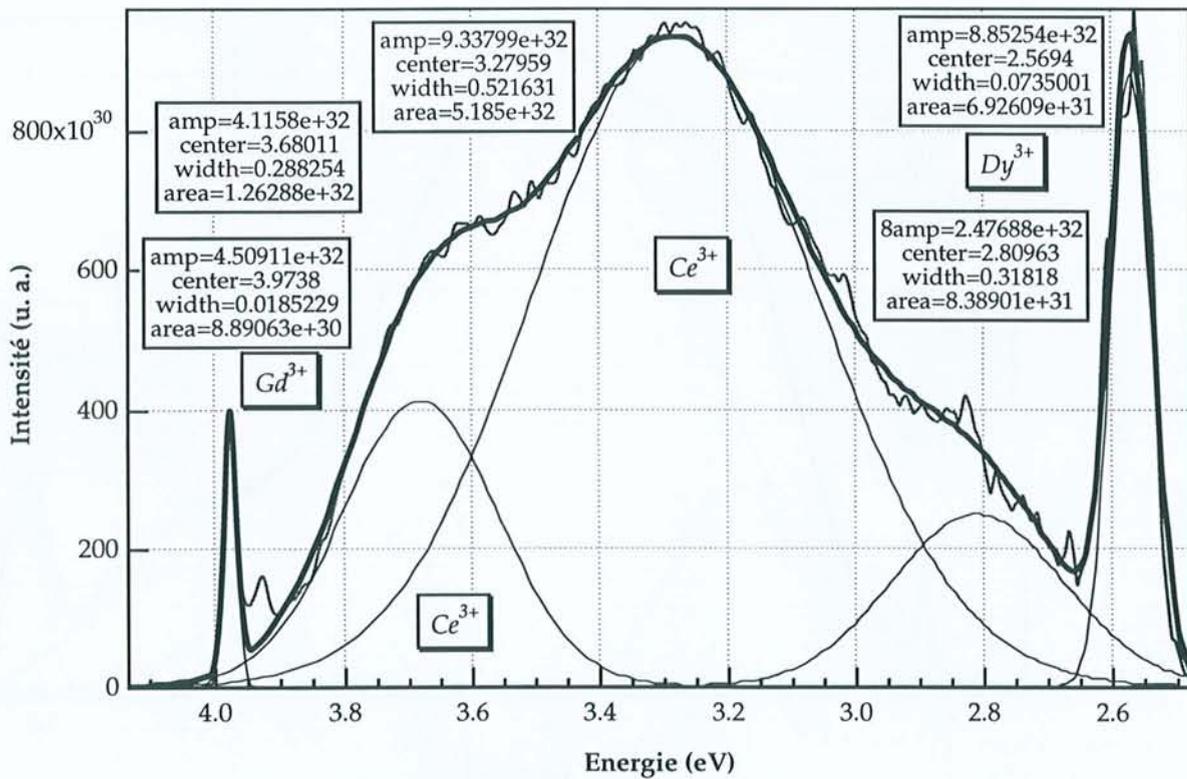
Décomposition en gaussiennes du grain b4 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



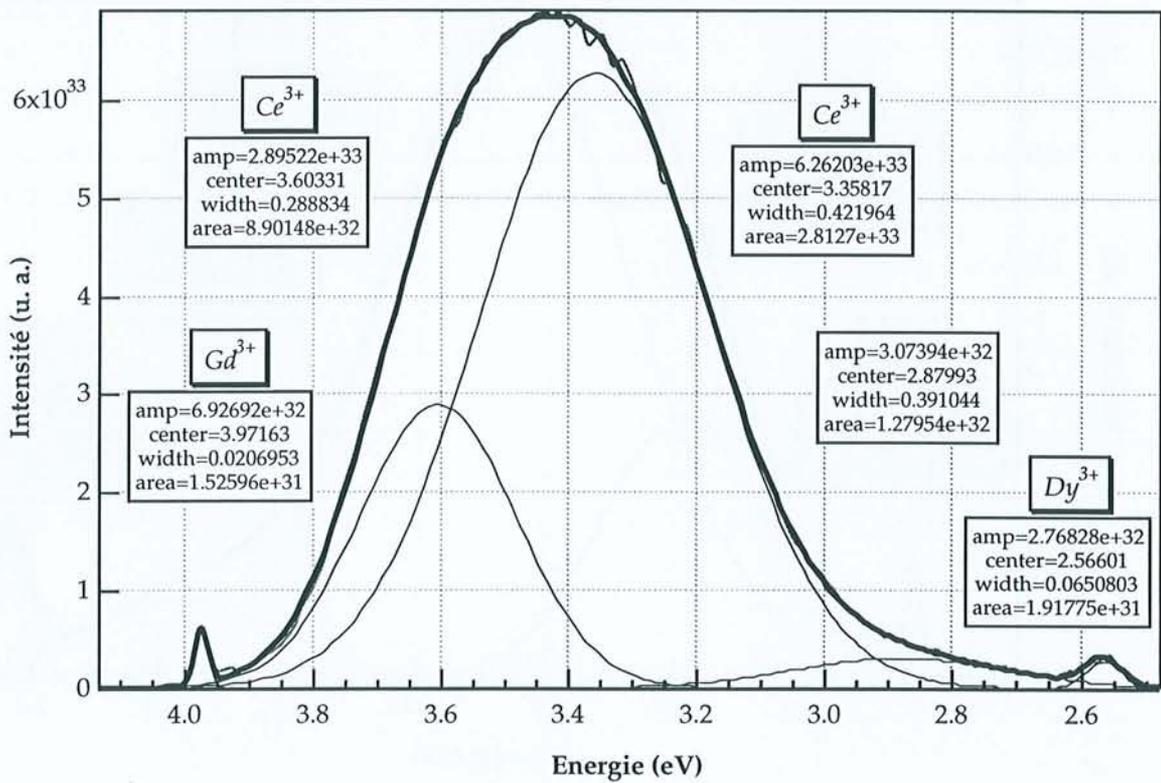
Décomposition en gaussiennes du grain c2 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



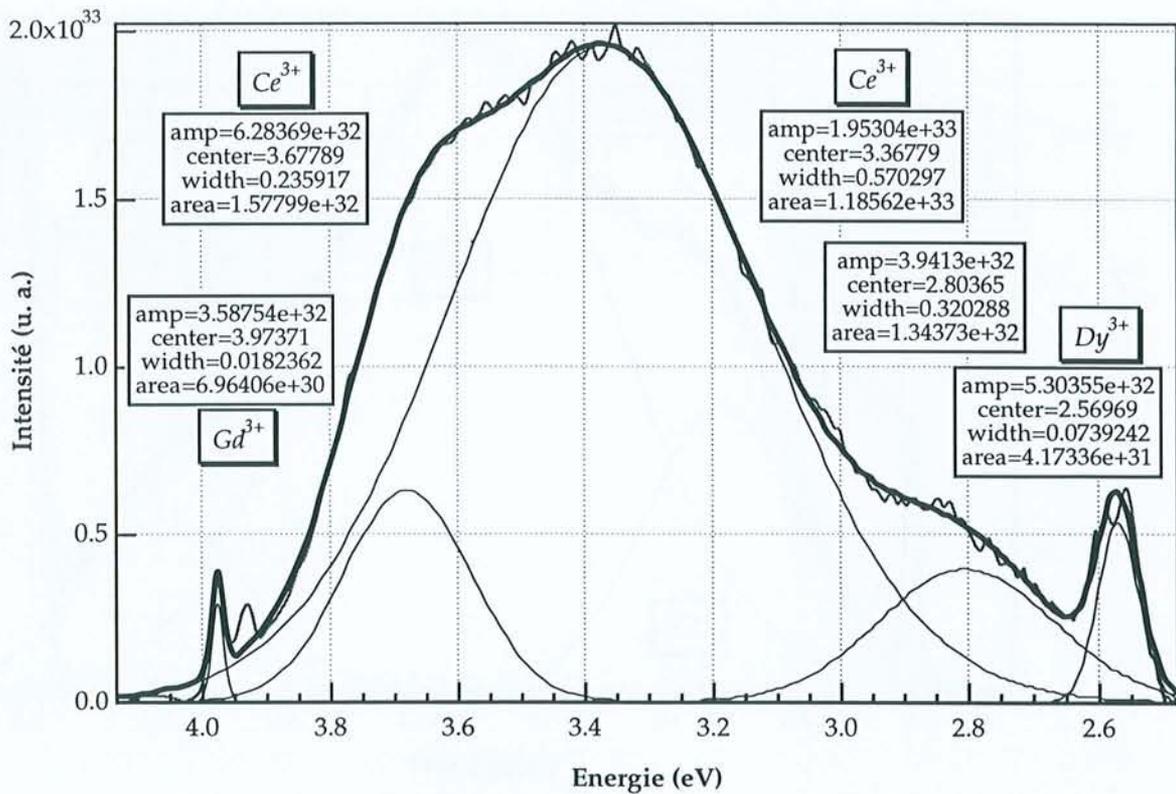
Décomposition en gaussiennes du grain d3 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



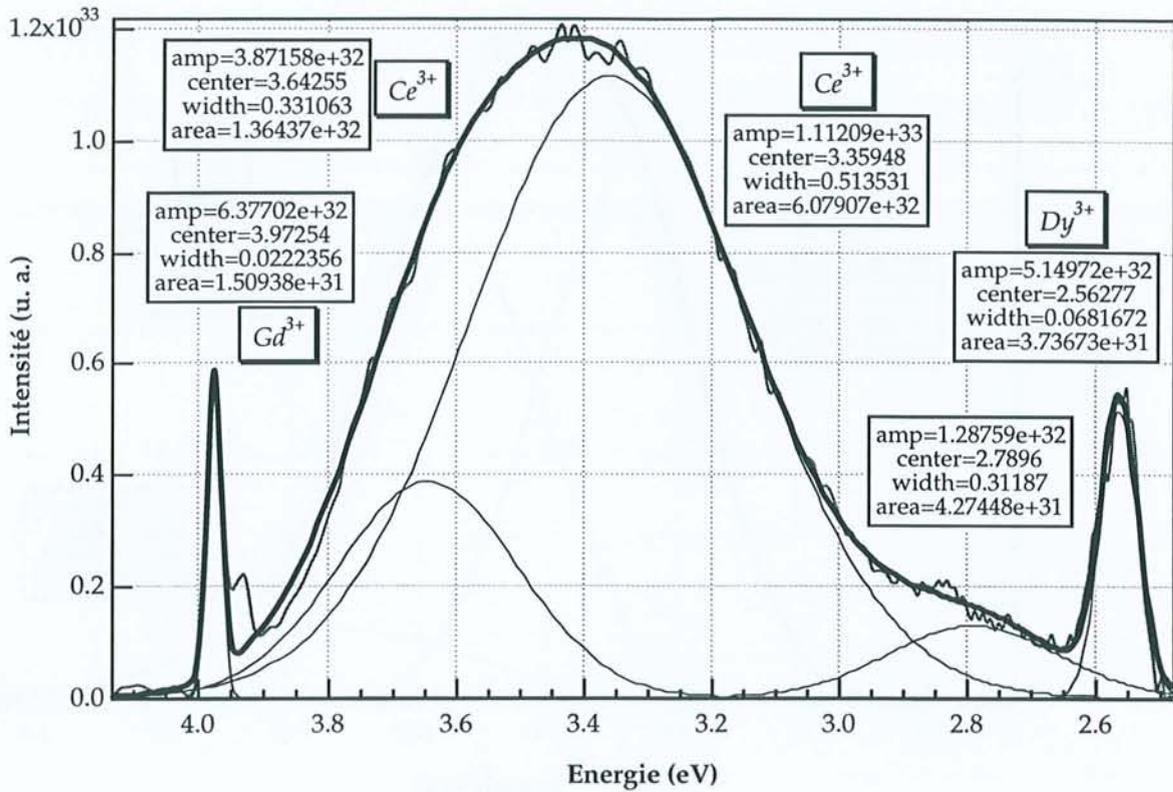
Décomposition en gaussiennes du grain e2 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



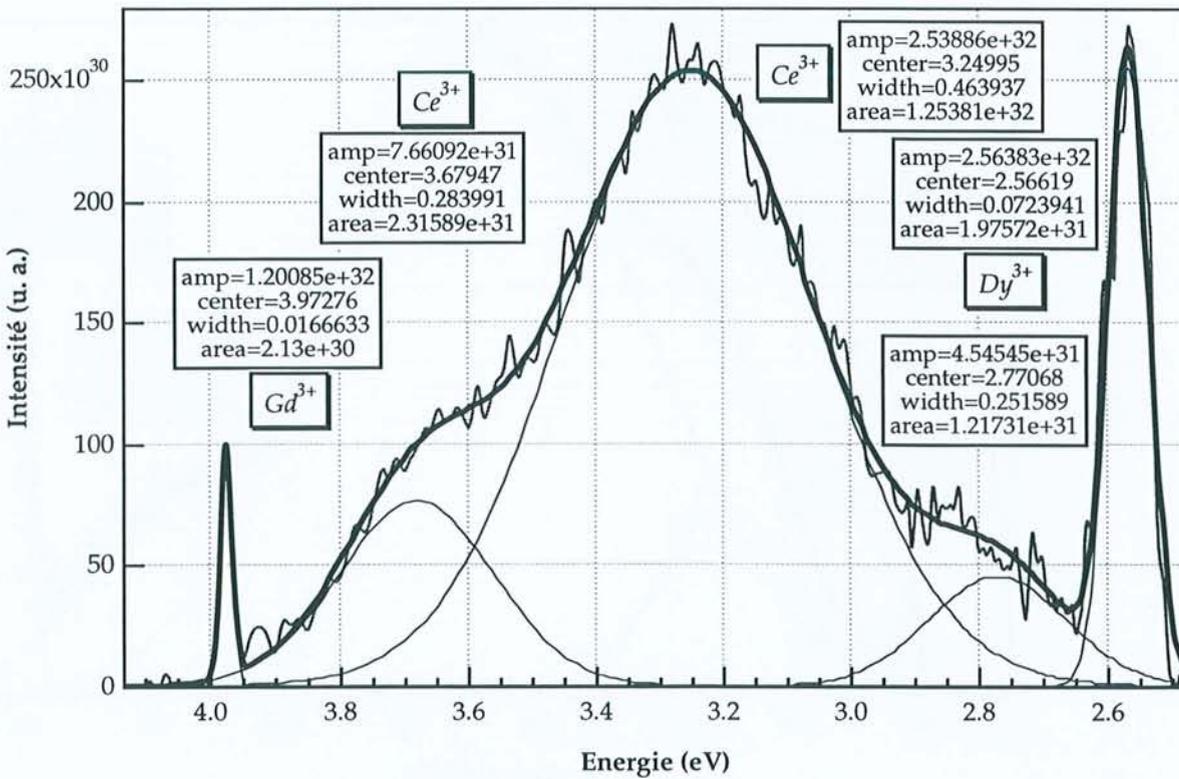
Décomposition en gaussiennes du grain e3 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



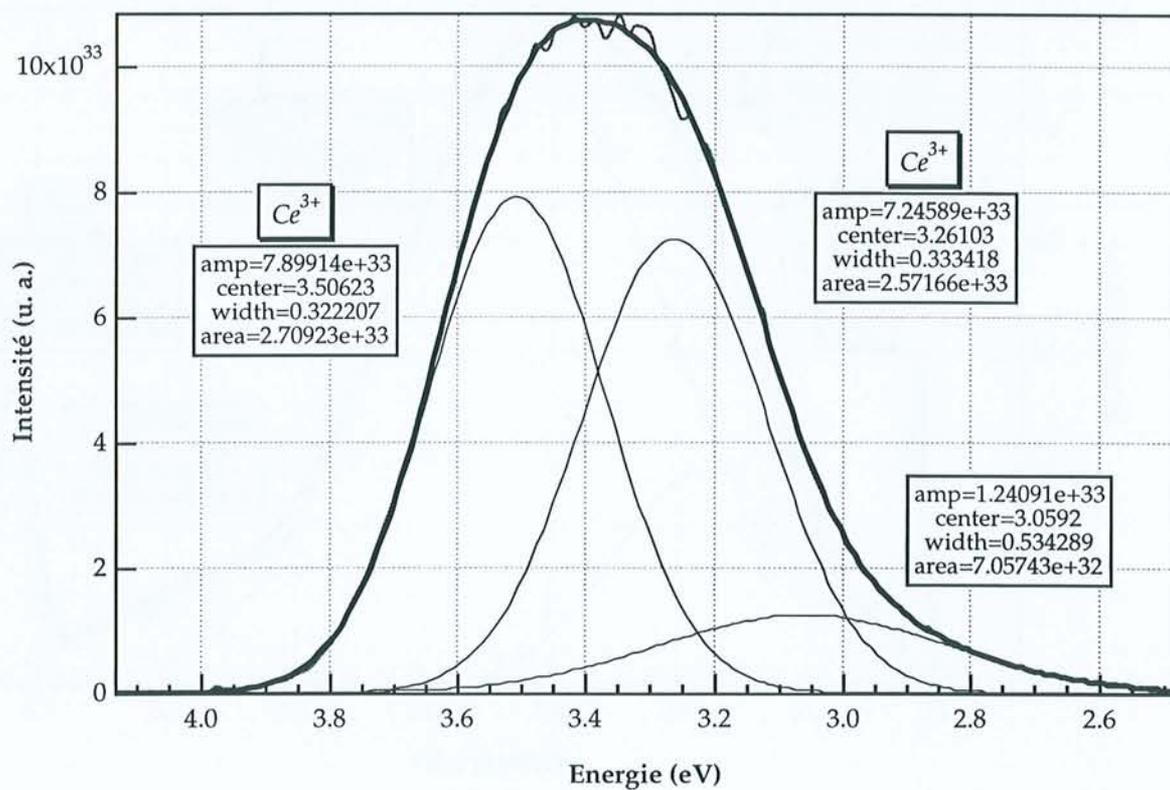
Décomposition en gaussiennes du grain f3 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



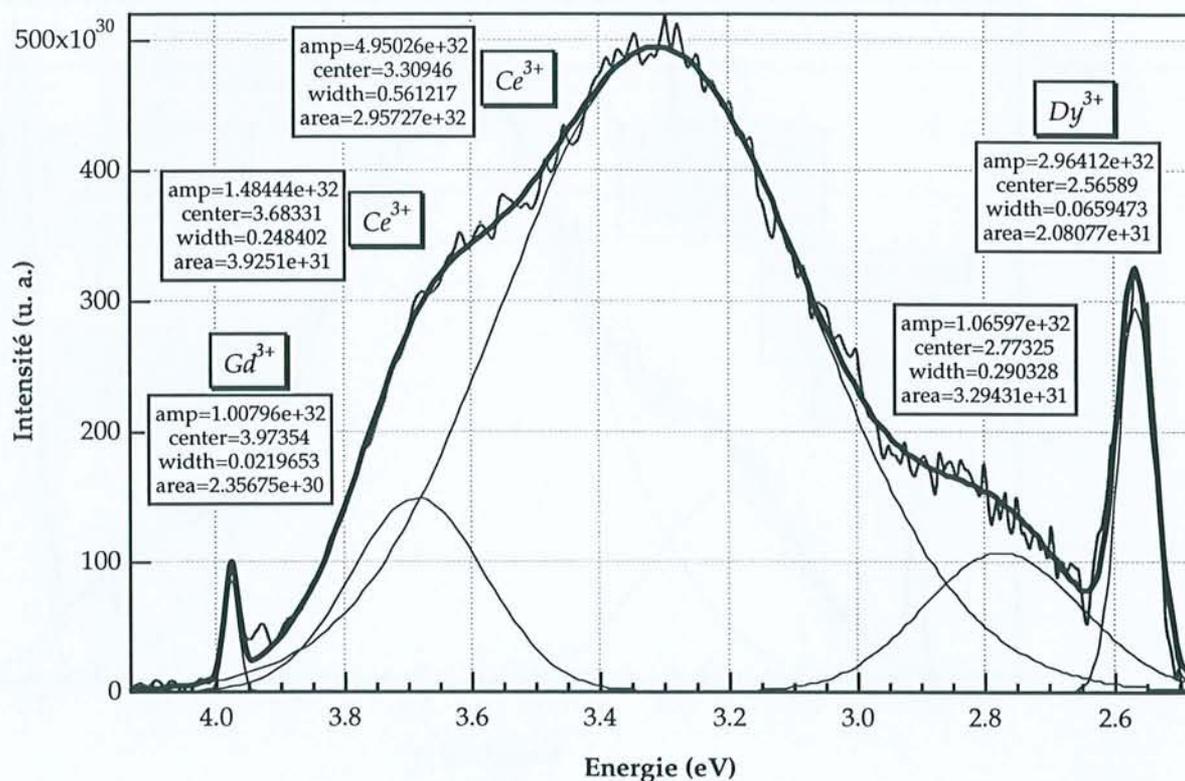
Décomposition en gaussiennes du grain f5 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



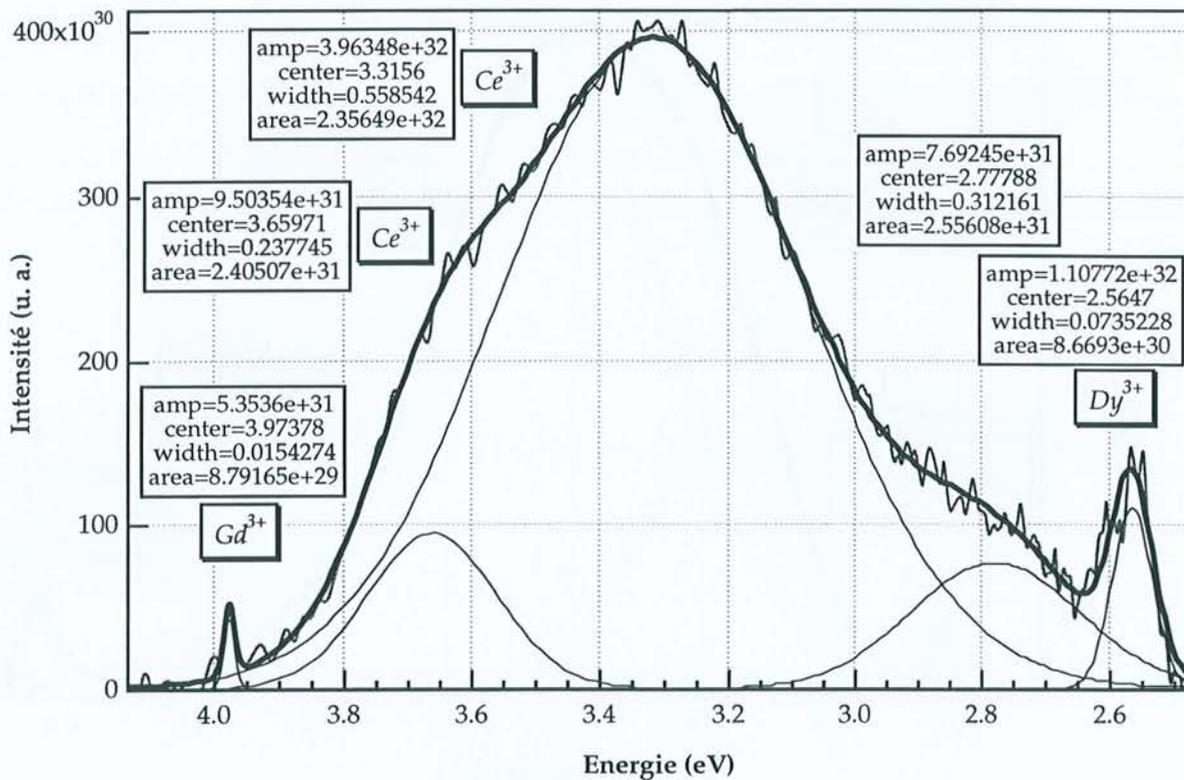
Décomposition en gaussiennes du grain g4 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



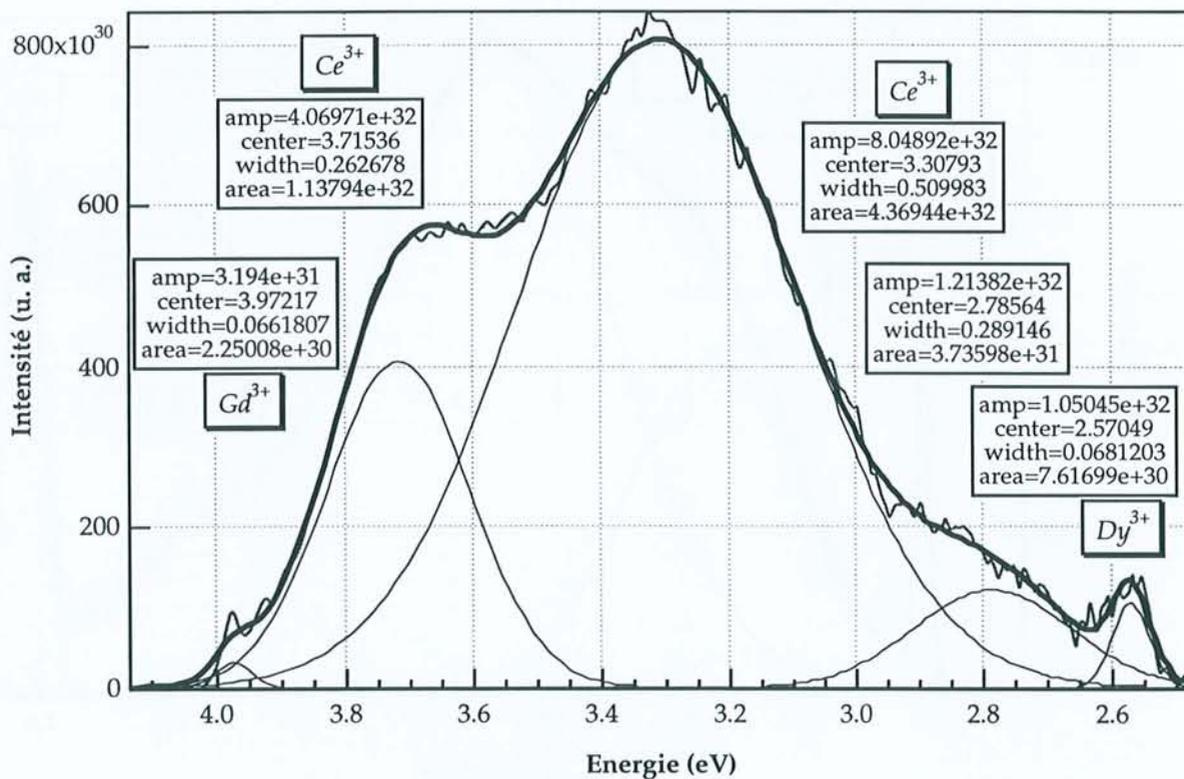
Décomposition en gaussiennes du grain g7 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



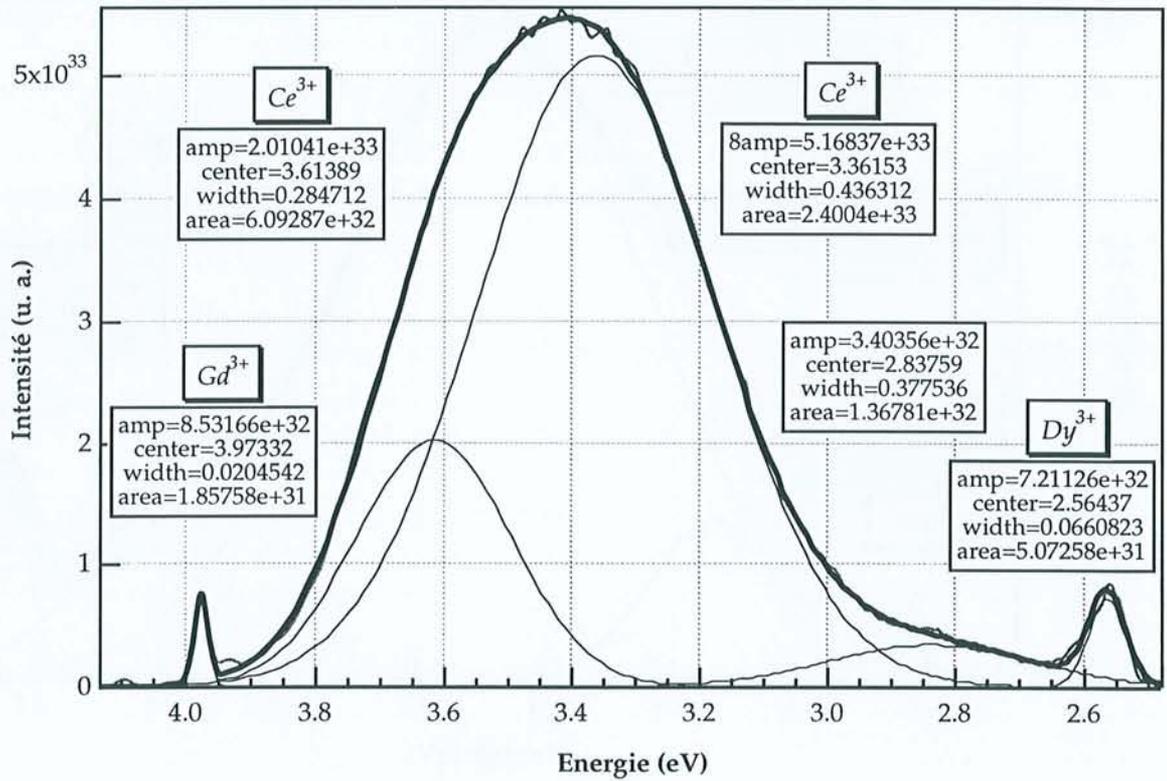
Décomposition en gaussiennes du grain h6 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



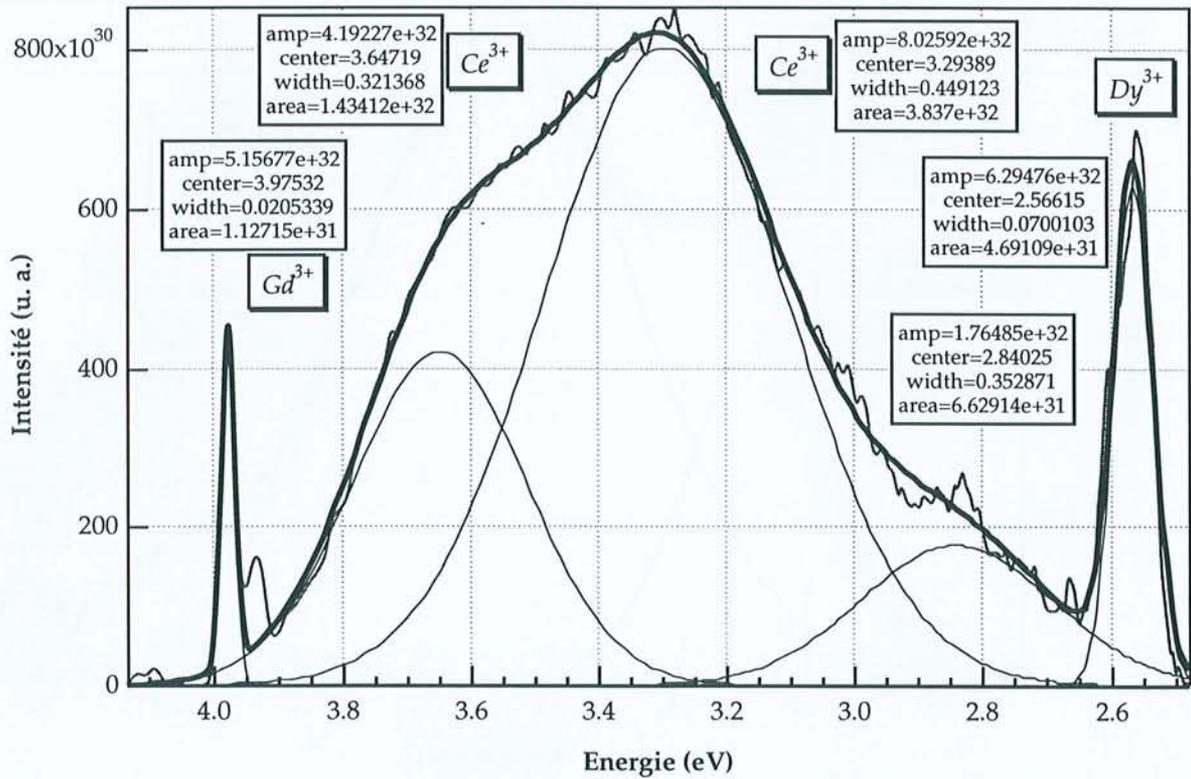
Décomposition en gaussiennes du grain i4 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



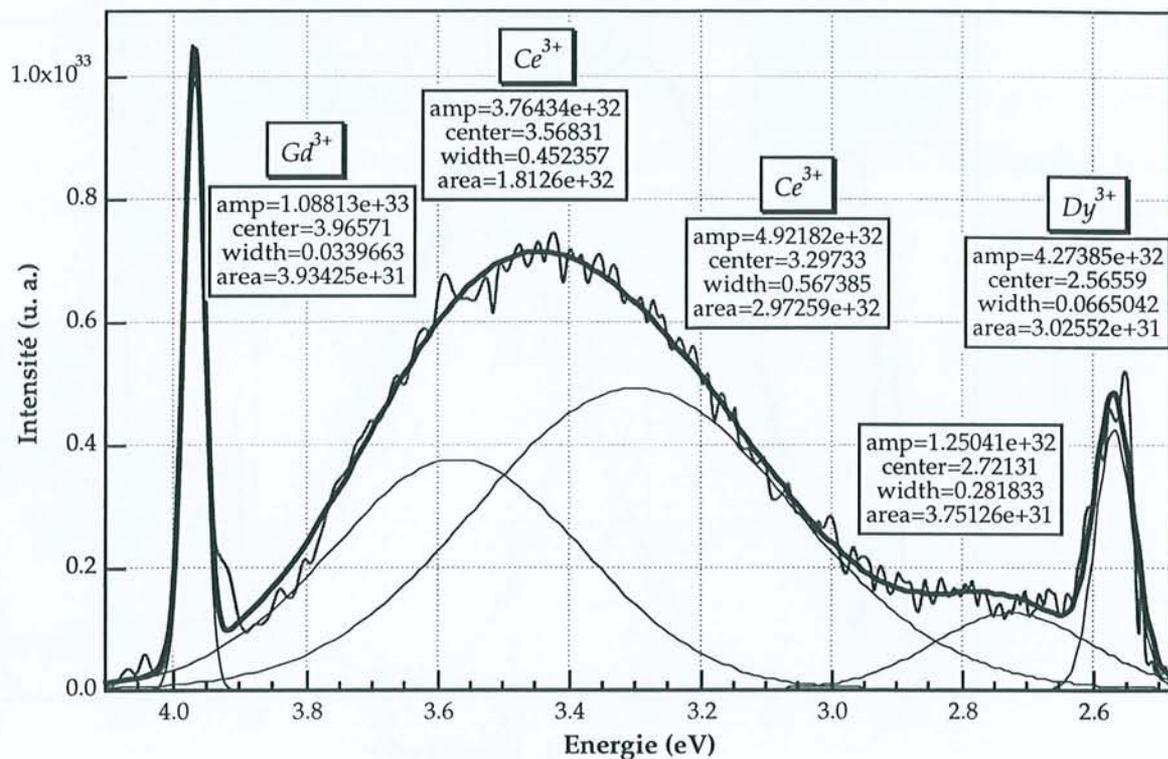
Décomposition en gaussiennes du grain i7 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



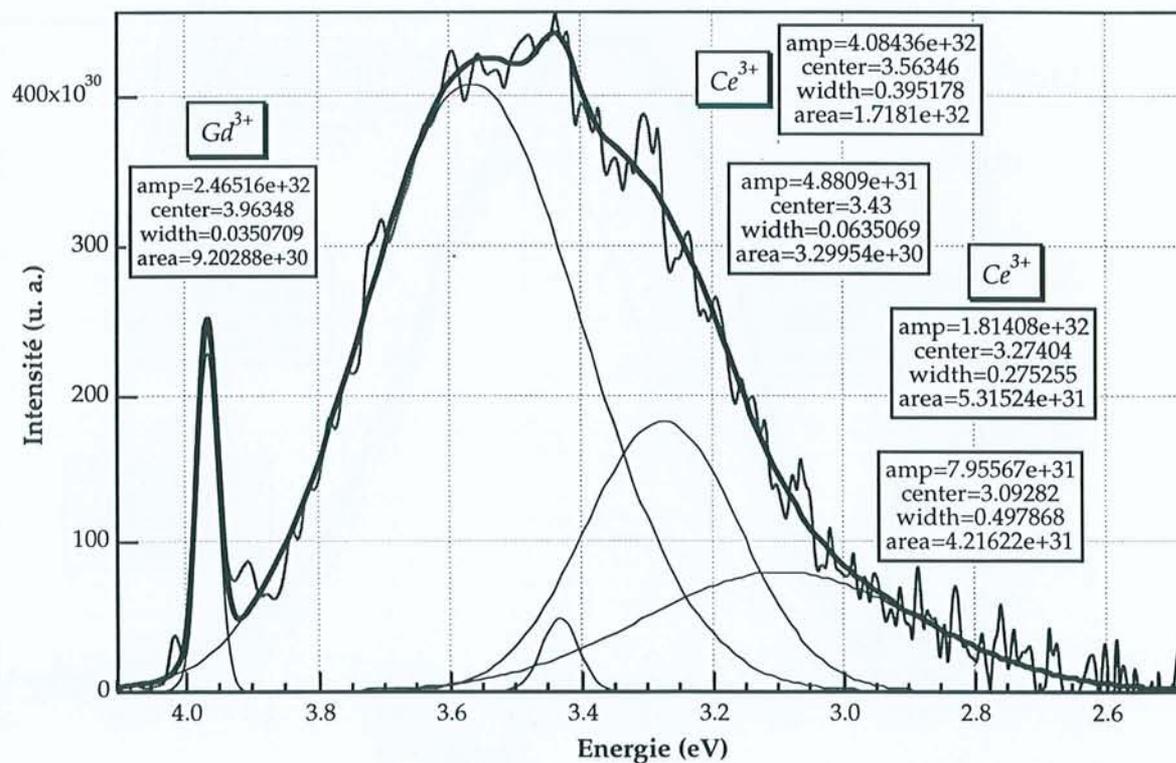
Décomposition en gaussiennes du grain i8 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



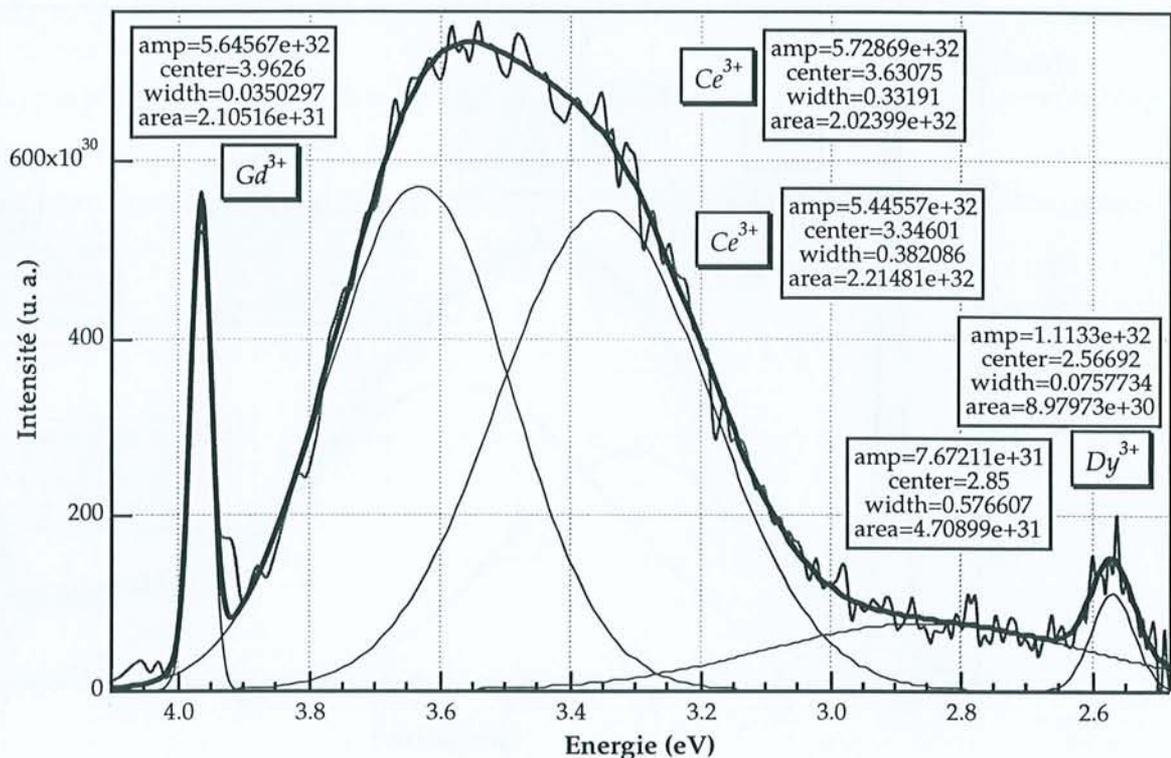
Décomposition en gaussiennes du grain j9 de l'échantillon 3 du bassin de Paris



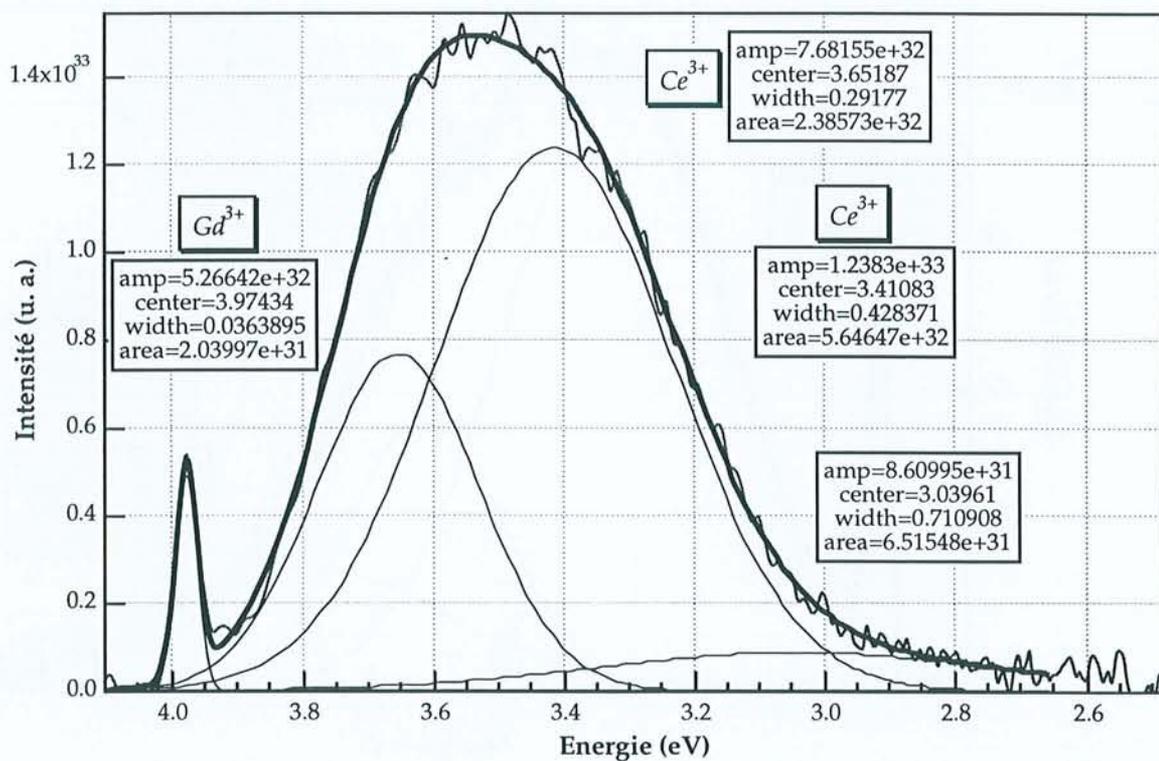
Décomposition en gaussiennes du grain a1 de l'échantillon X de mer du Nord



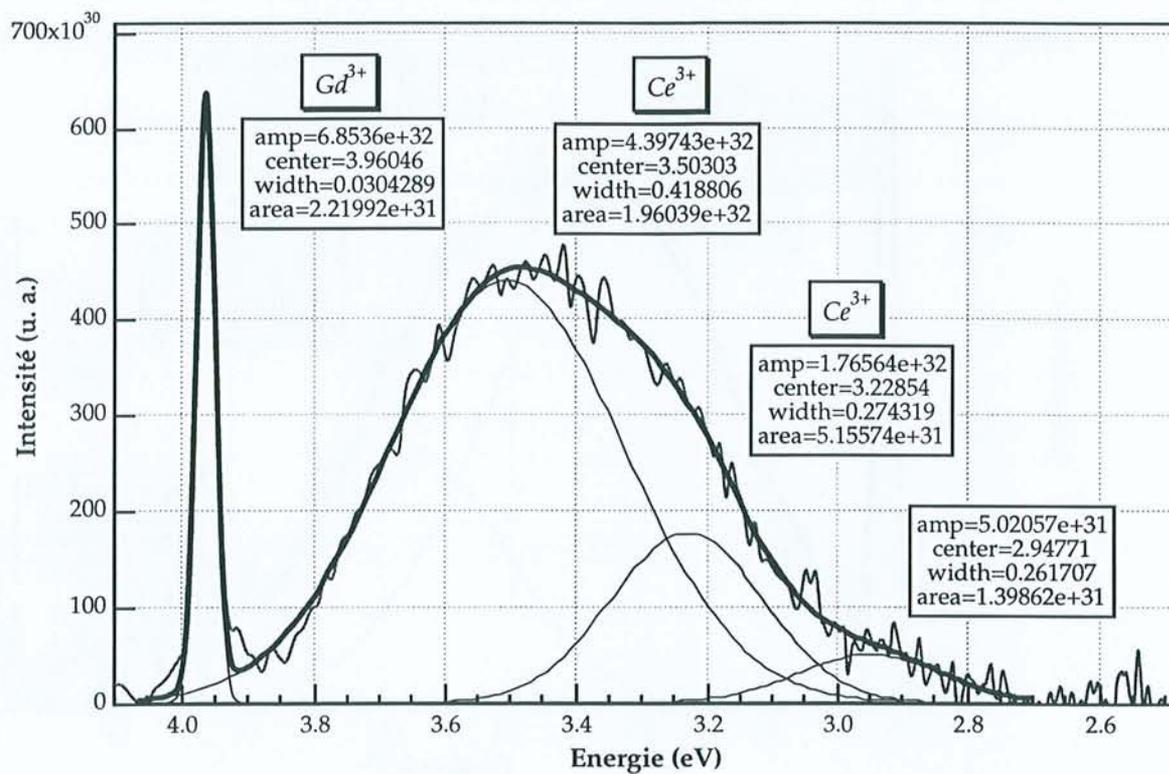
Décomposition en gaussiennes du grain a8 de l'échantillon X de mer du Nord



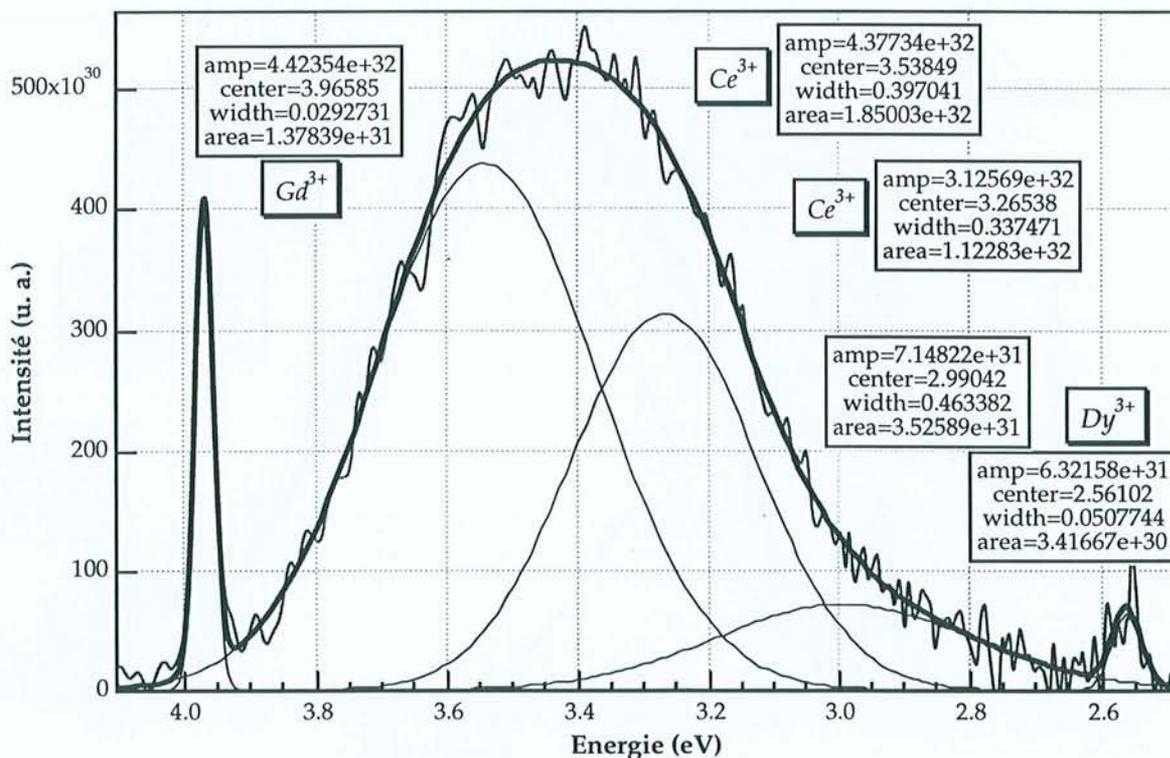
Décomposition en gaussiennes du grain a9 de l'échantillon X de mer du Nord



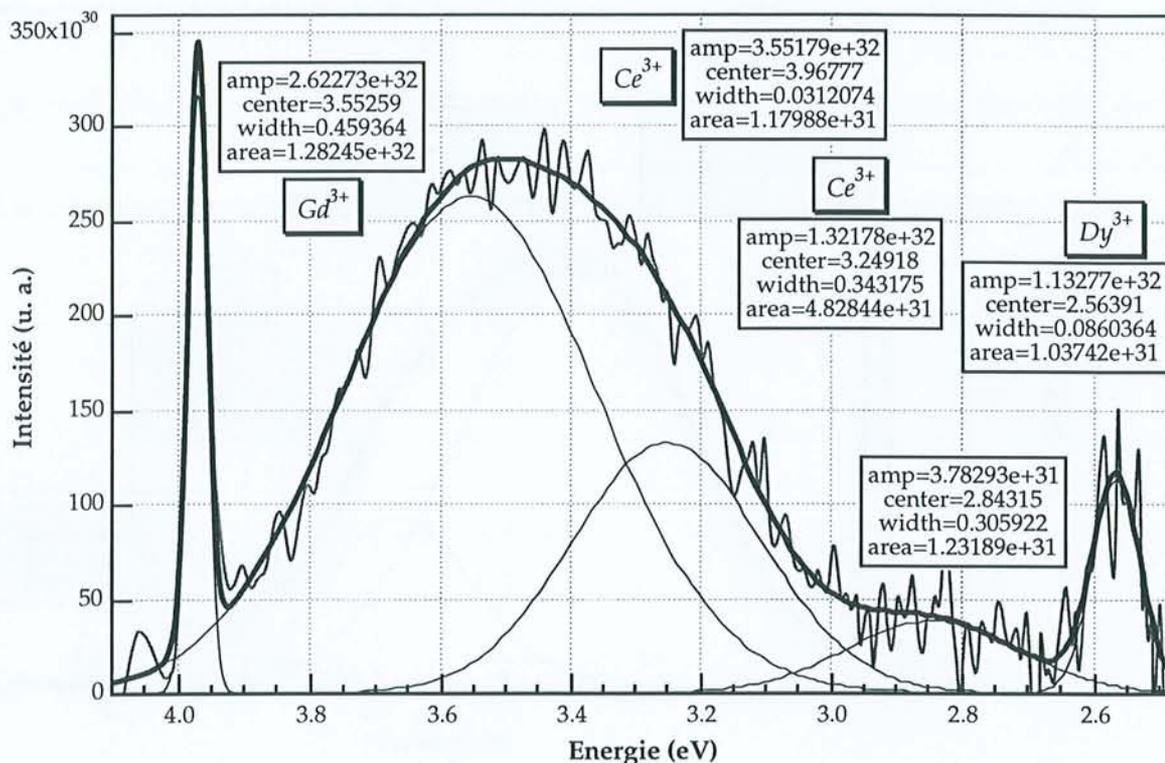
Décomposition en gaussiennes du grain c5 de l'échantillon X de mer du Nord



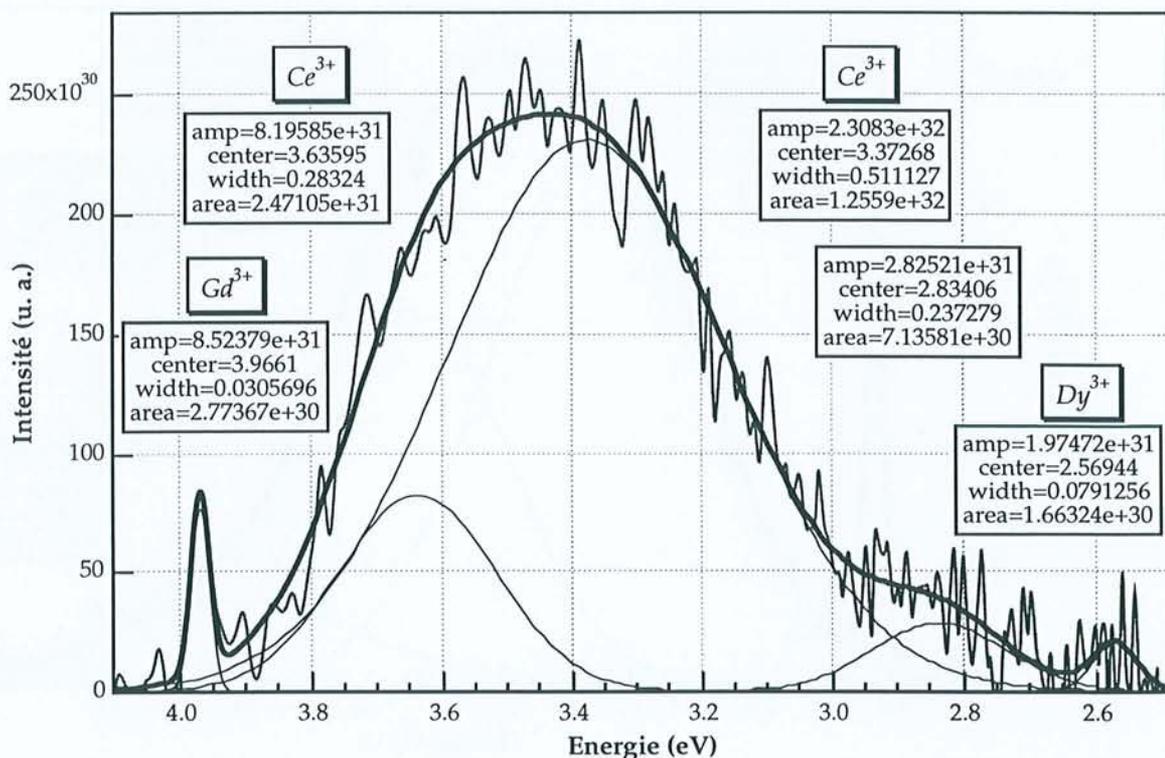
Décomposition en gaussiennes du grain c8 de l'échantillon X de mer du Nord



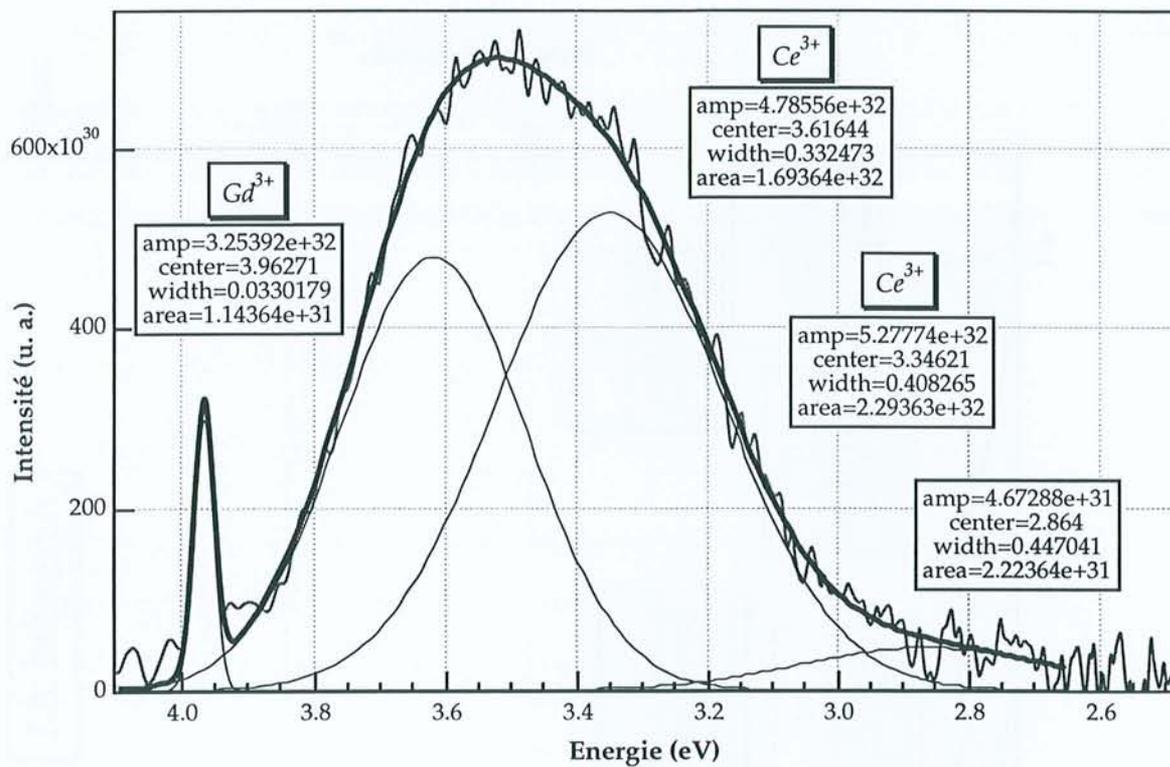
Décomposition en gaussiennes du grain e11 de l'échantillon X de mer du Nord



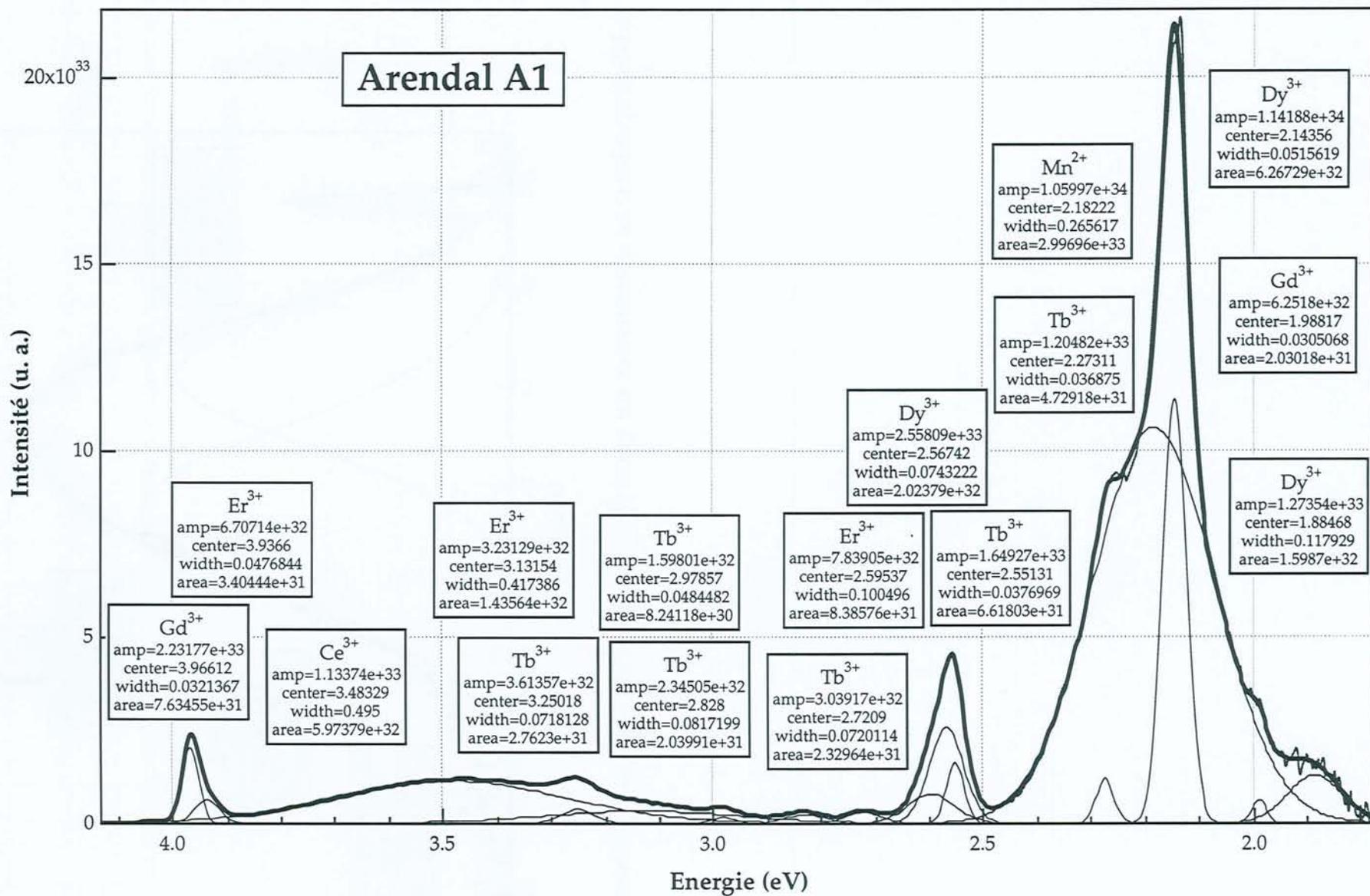
Décomposition en gaussiennes du grain e3 de l'échantillon X de mer du Nord

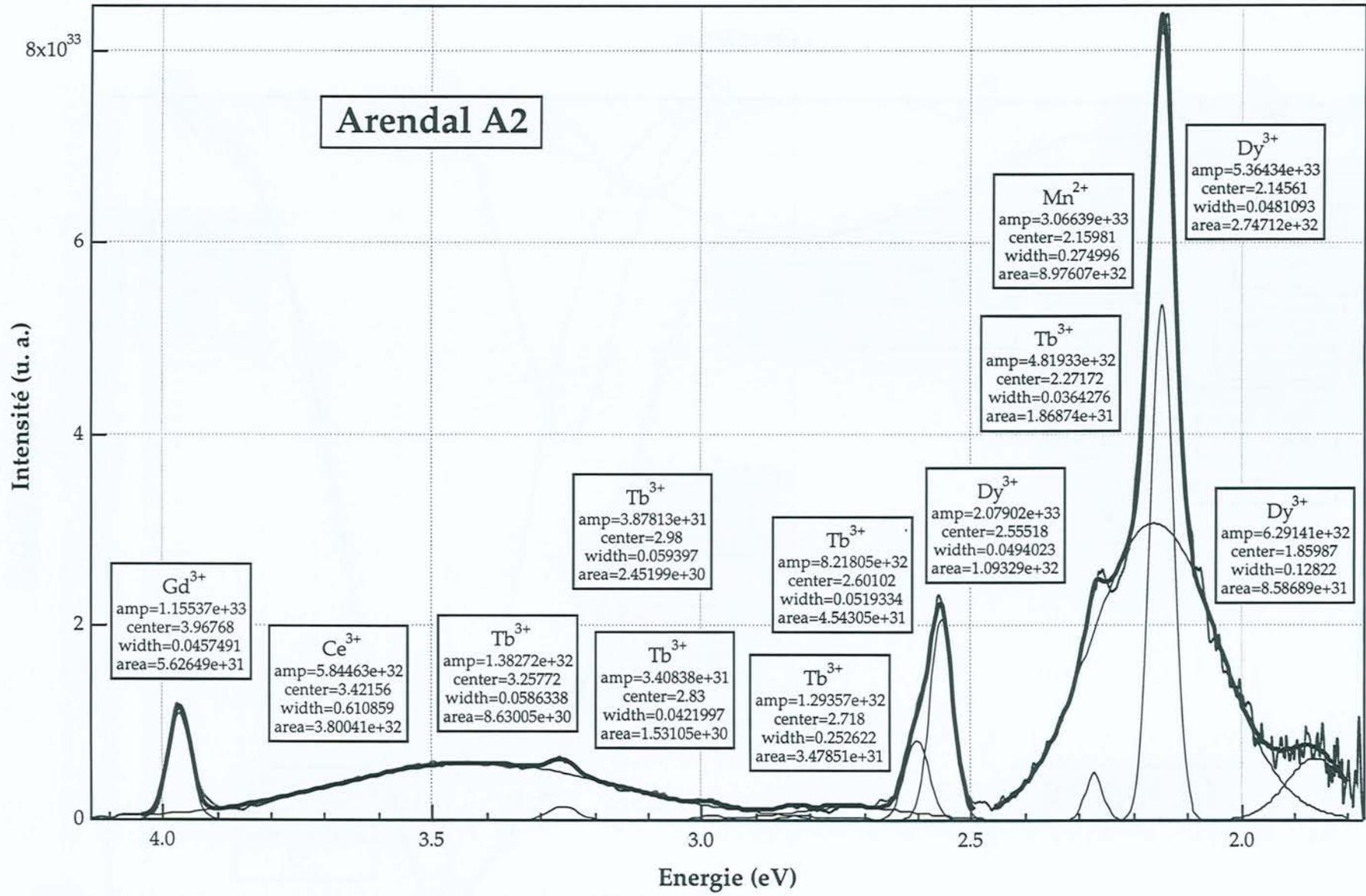


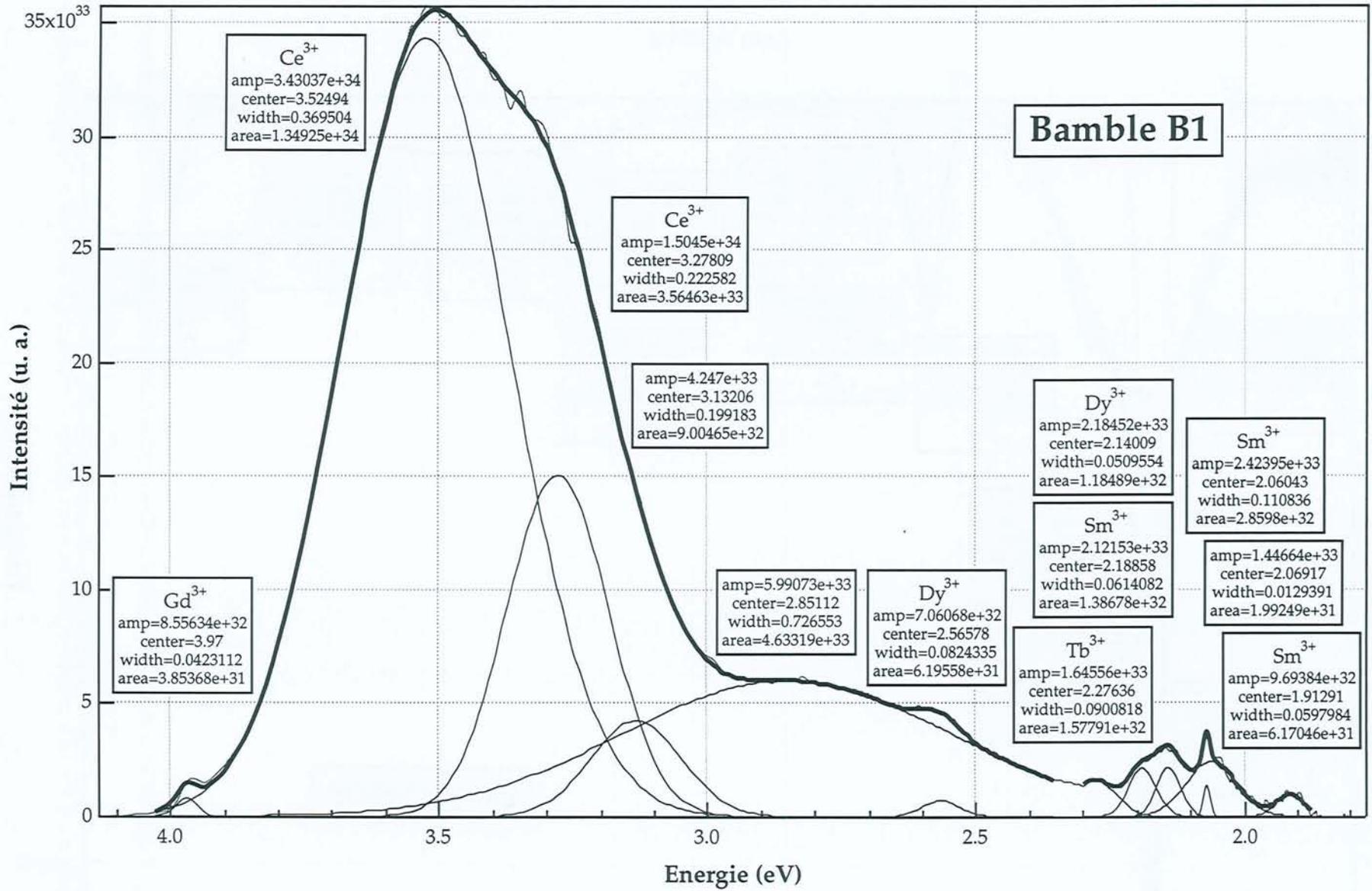
Décomposition en gaussiennes du grain e6 de l'échantillon X de mer du Nord

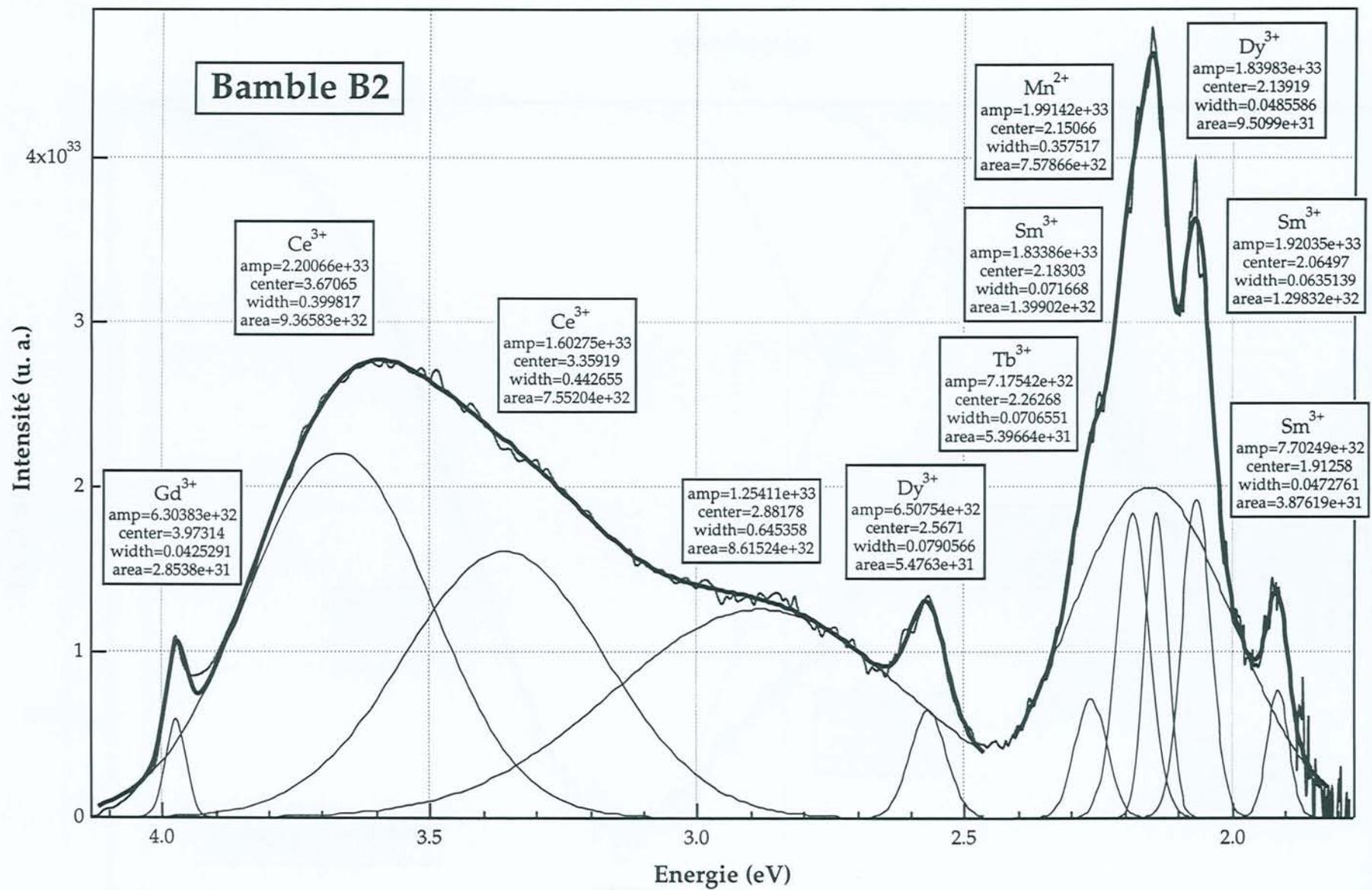


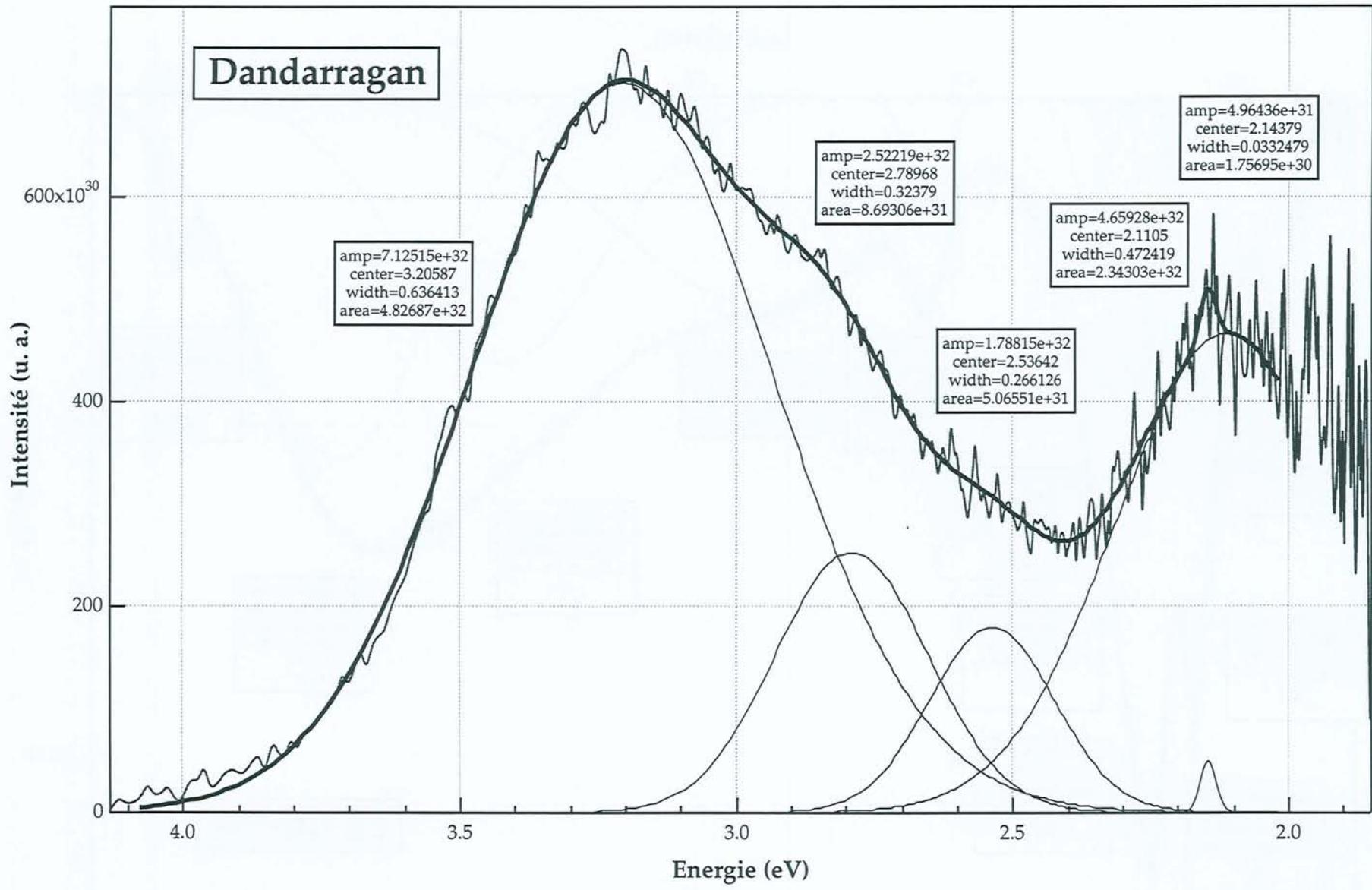
Décomposition en gaussiennes du grain j7 de l'échantillon X de mer du Nord

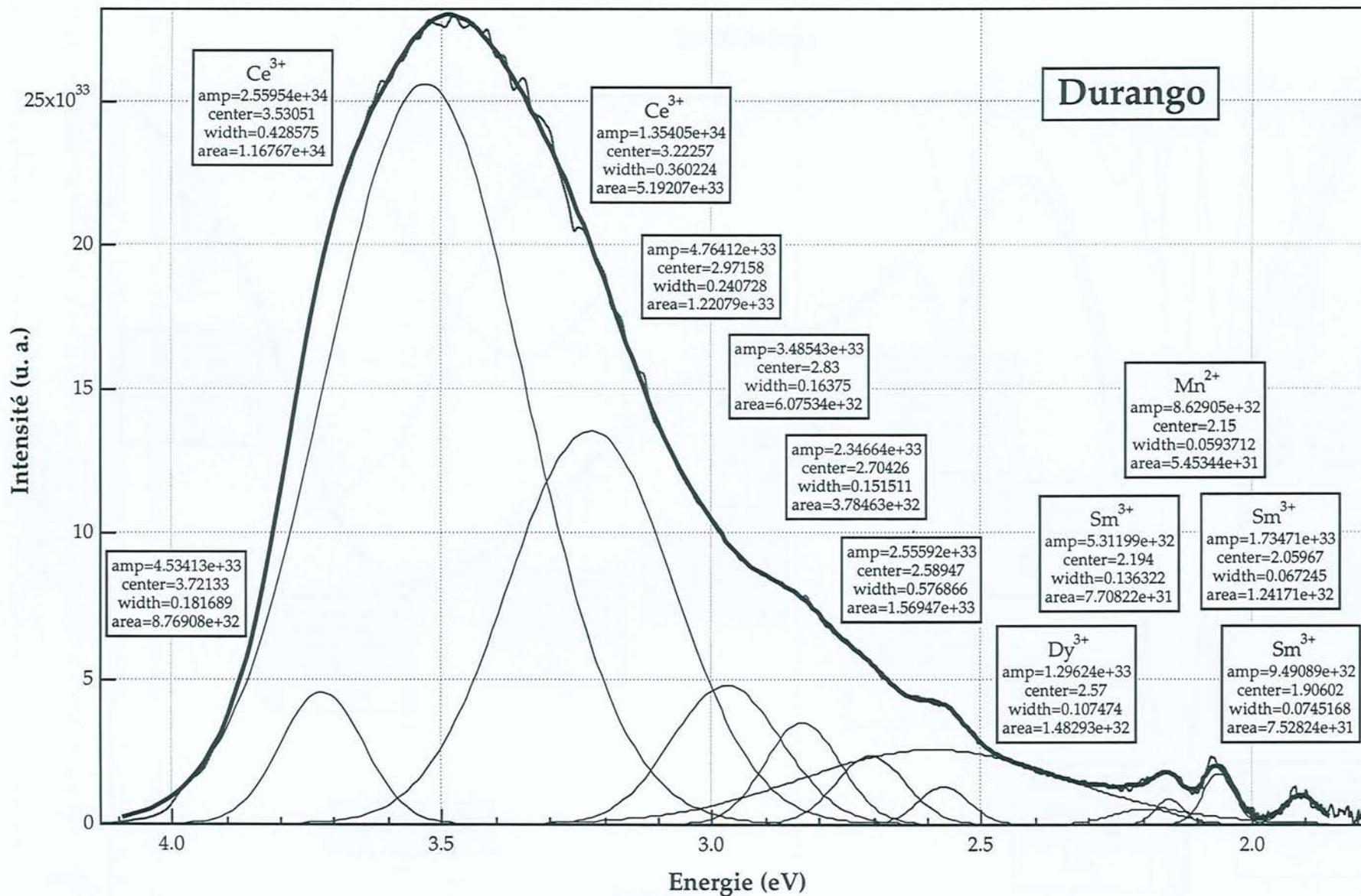


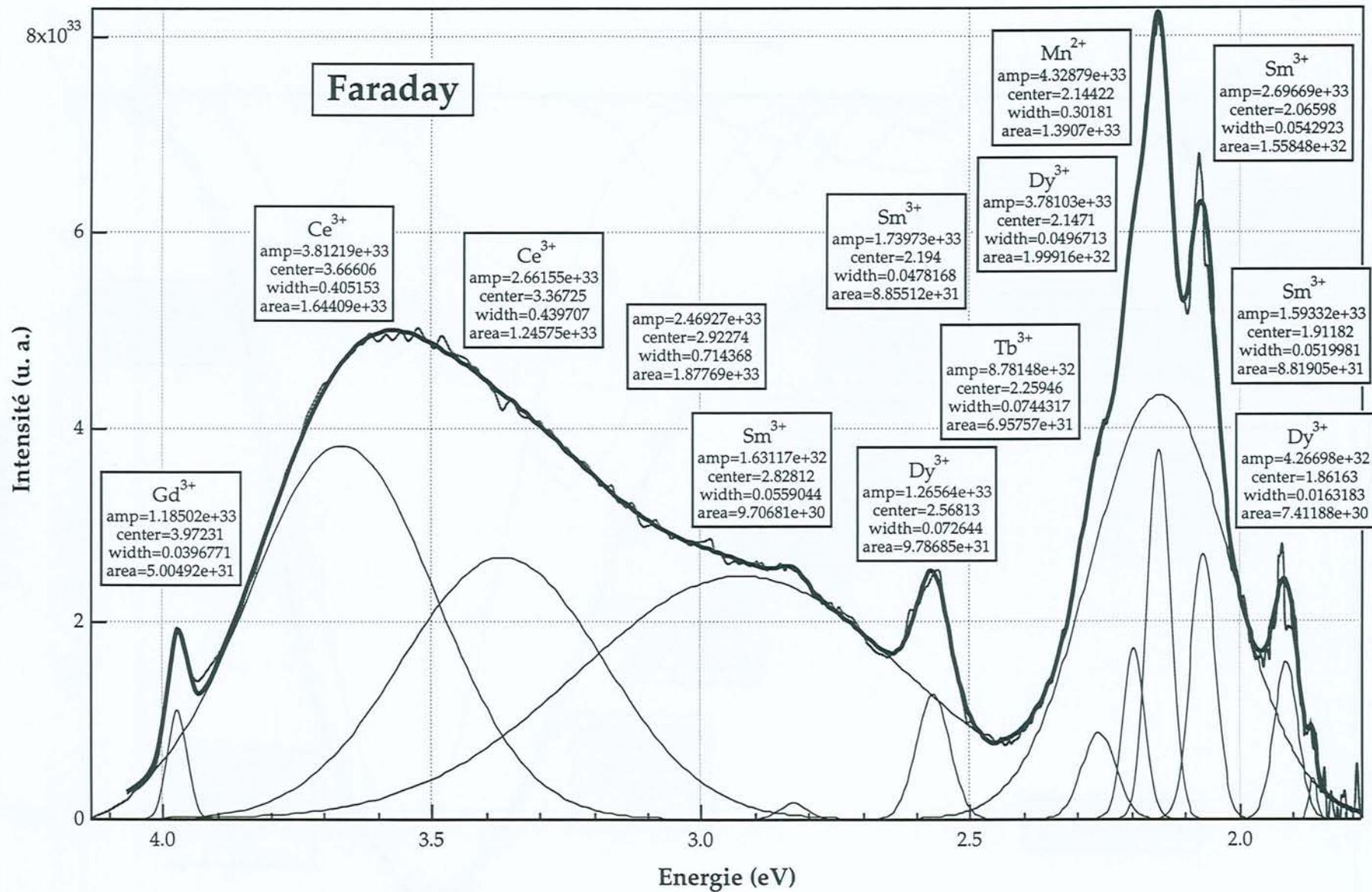


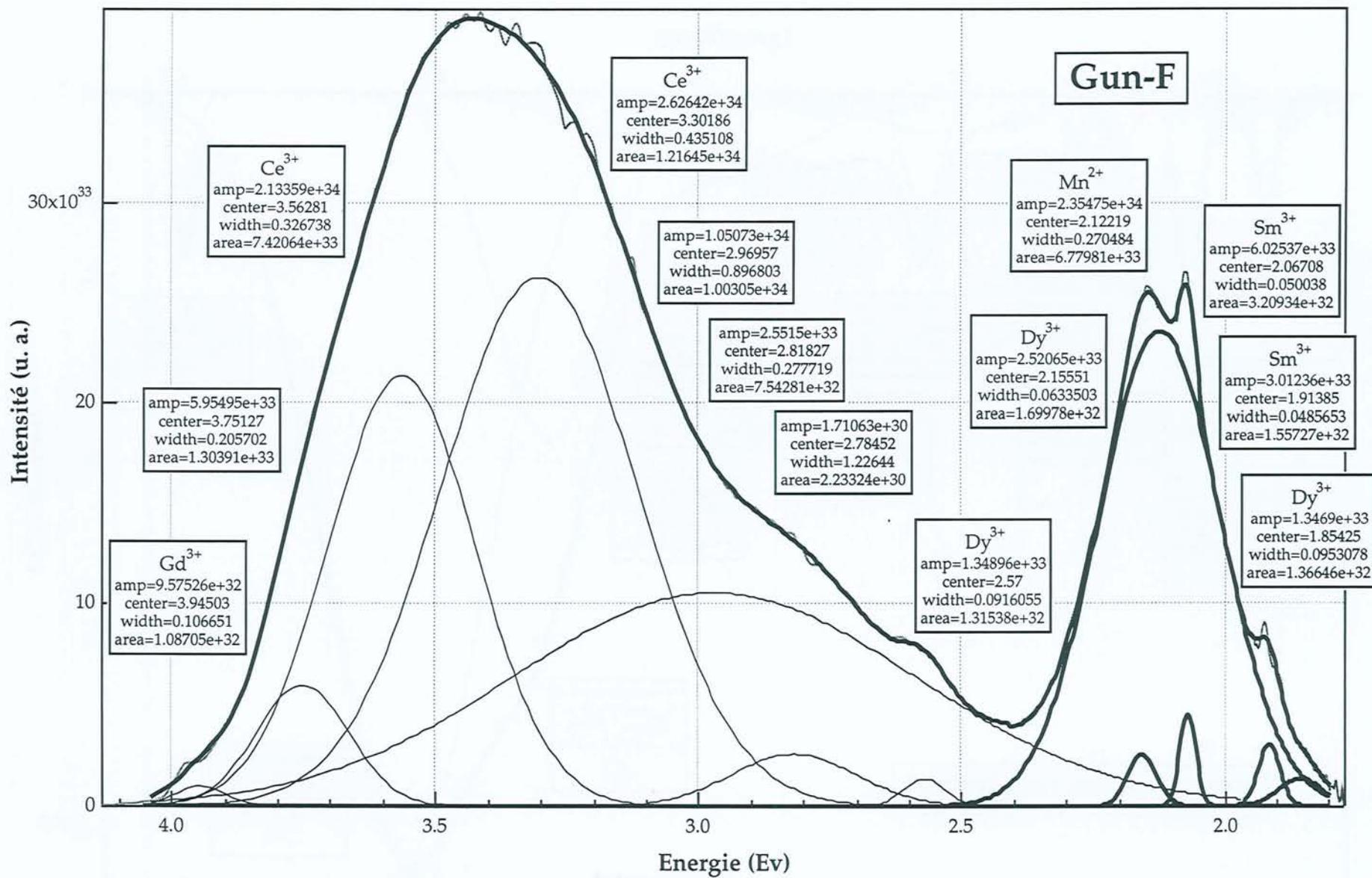


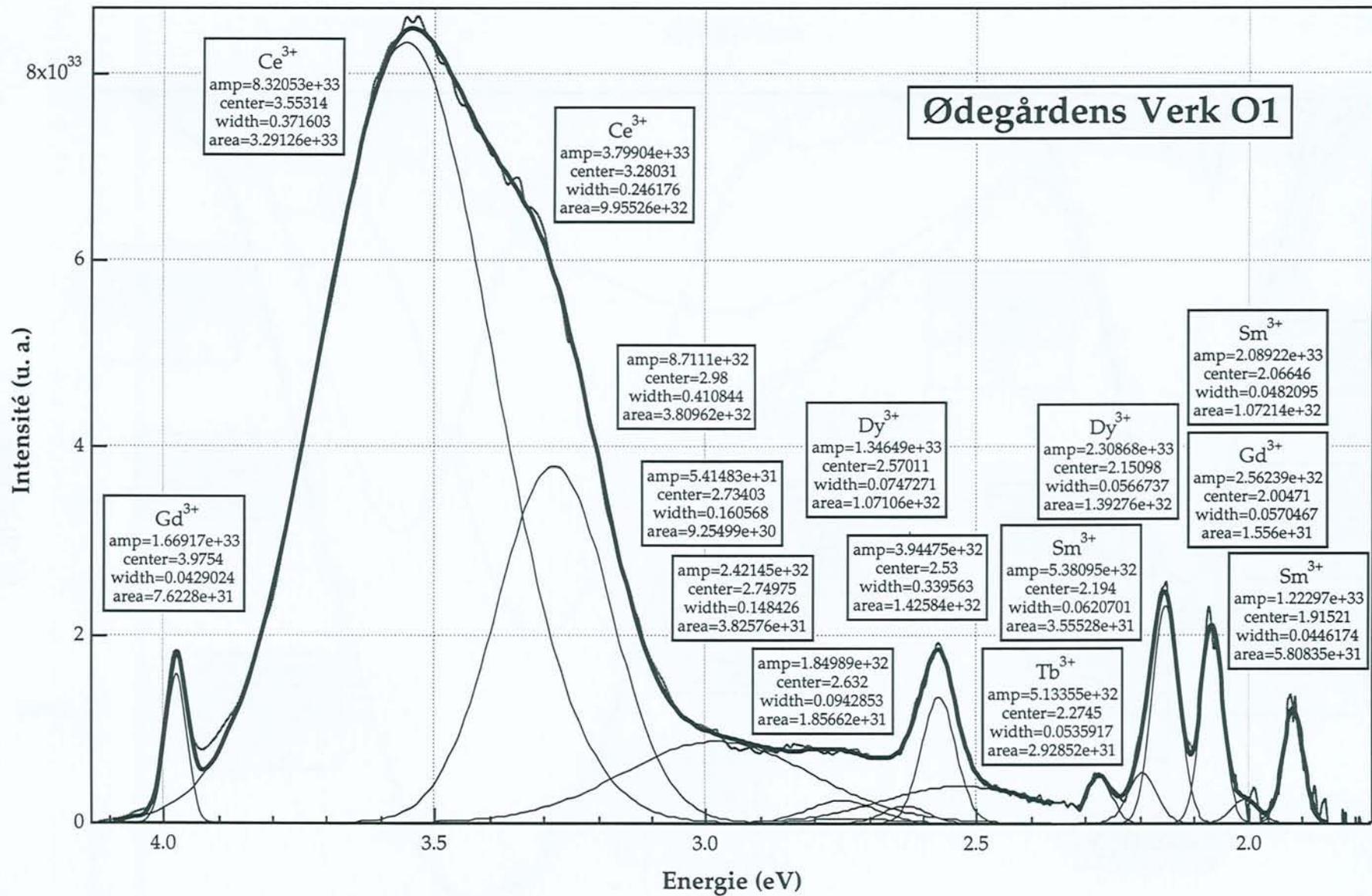


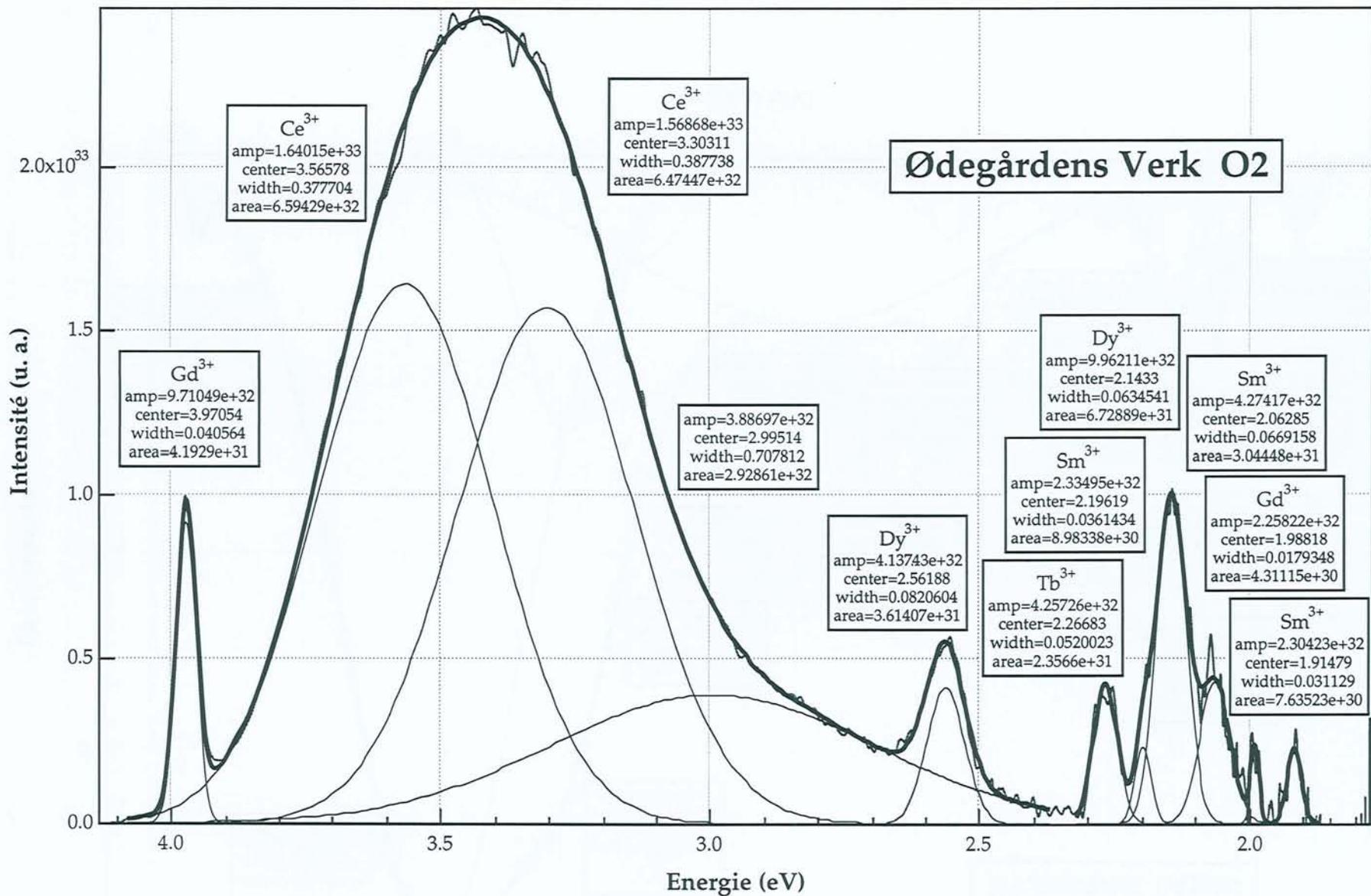


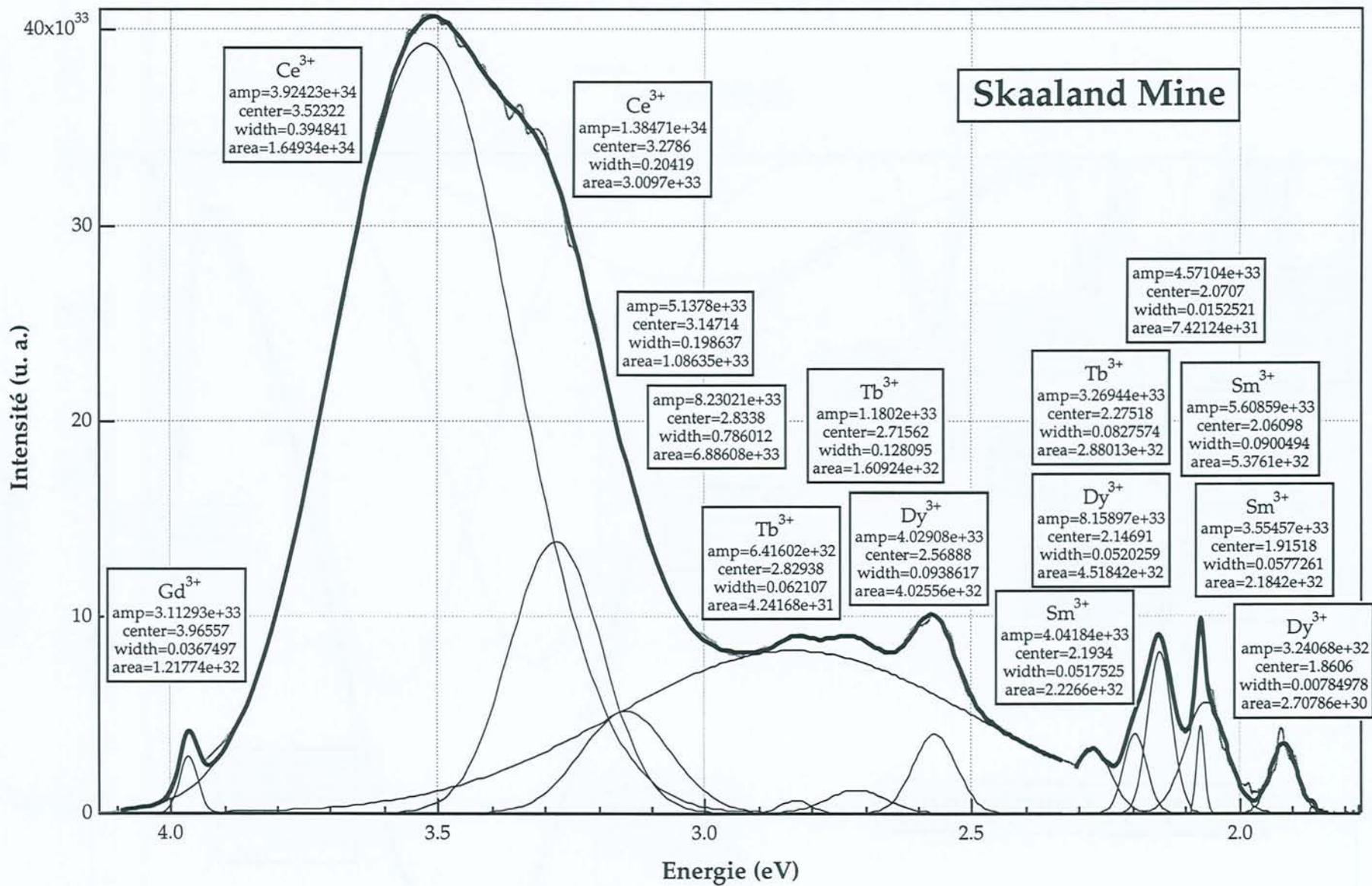


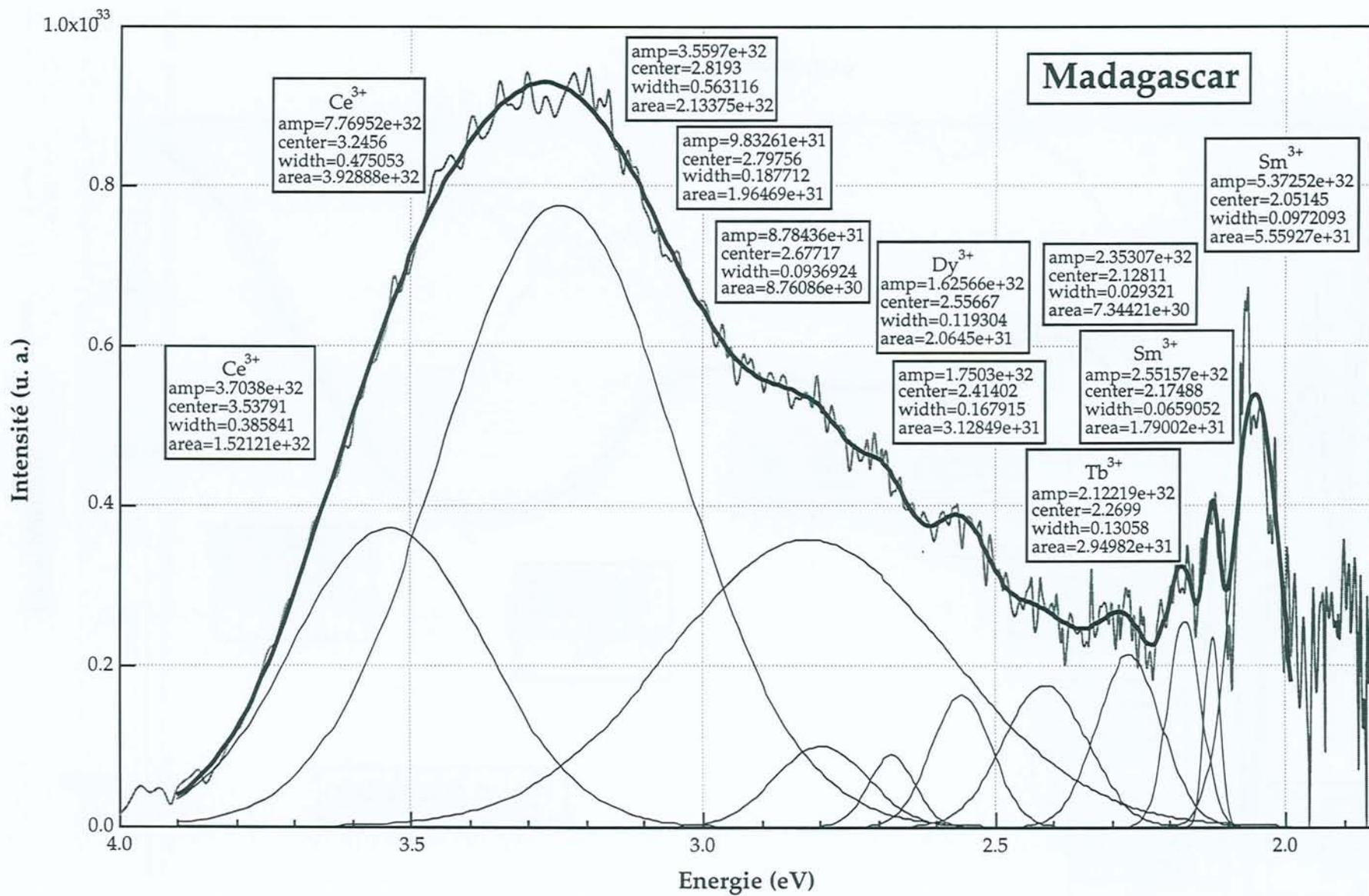


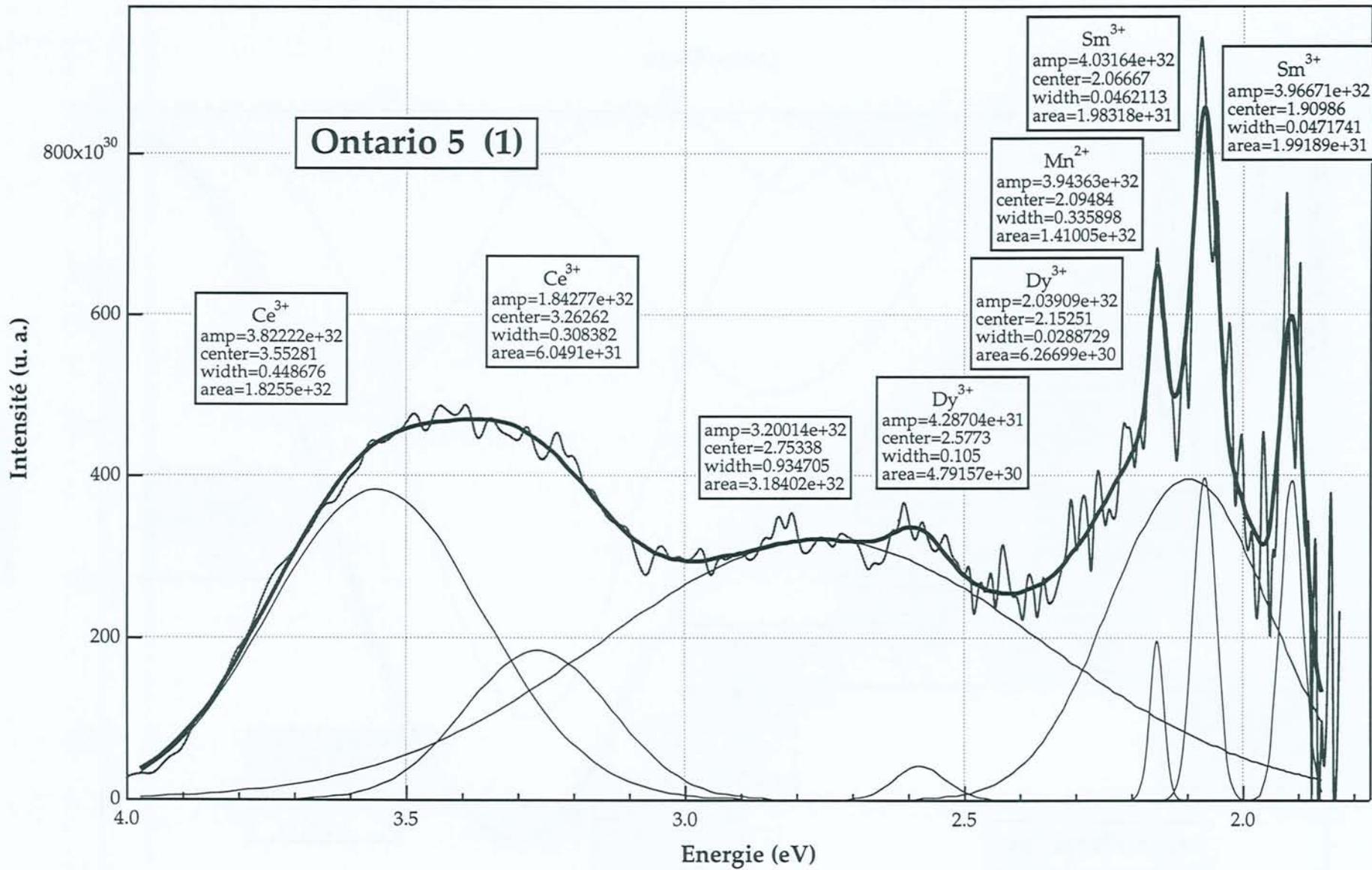


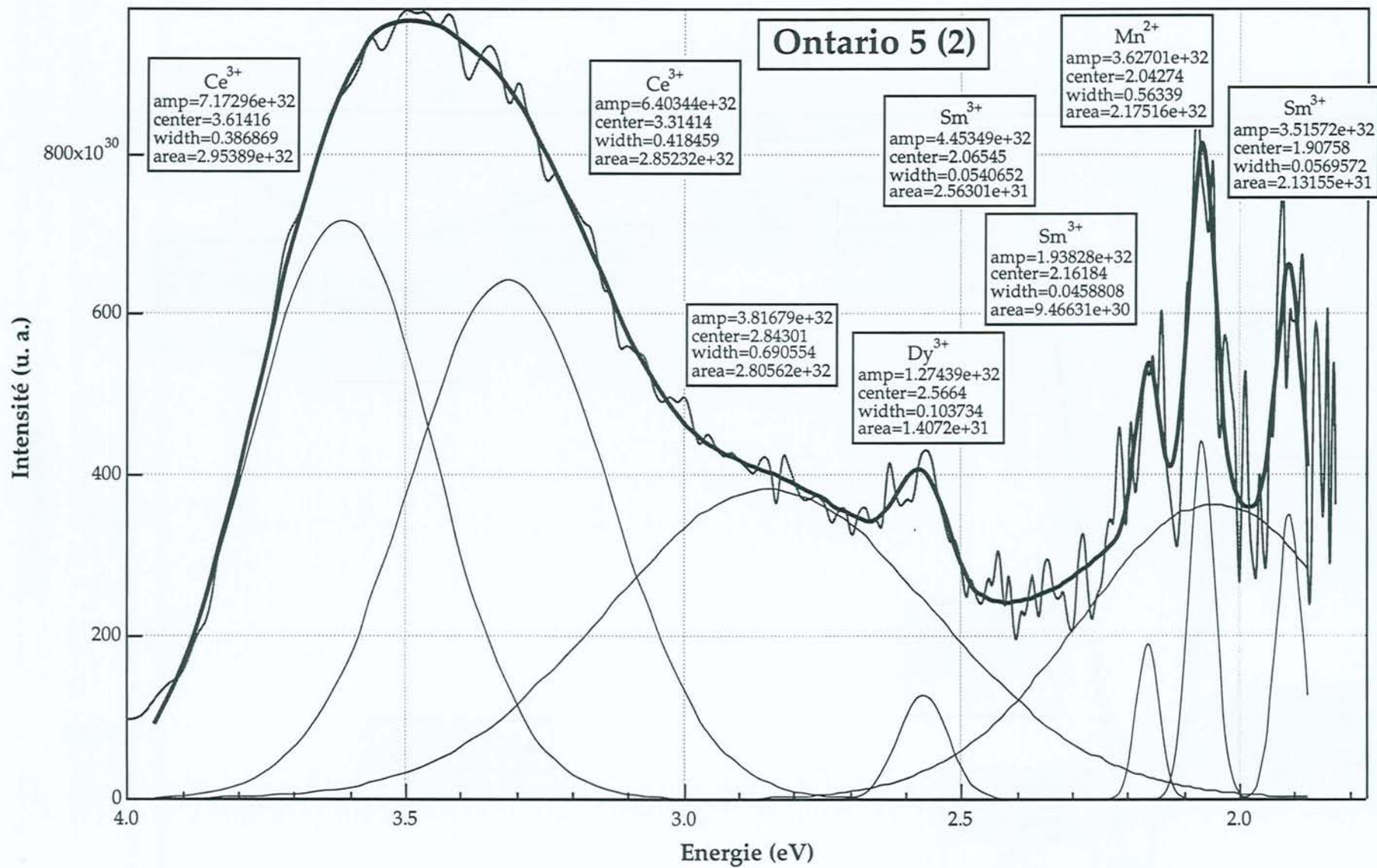


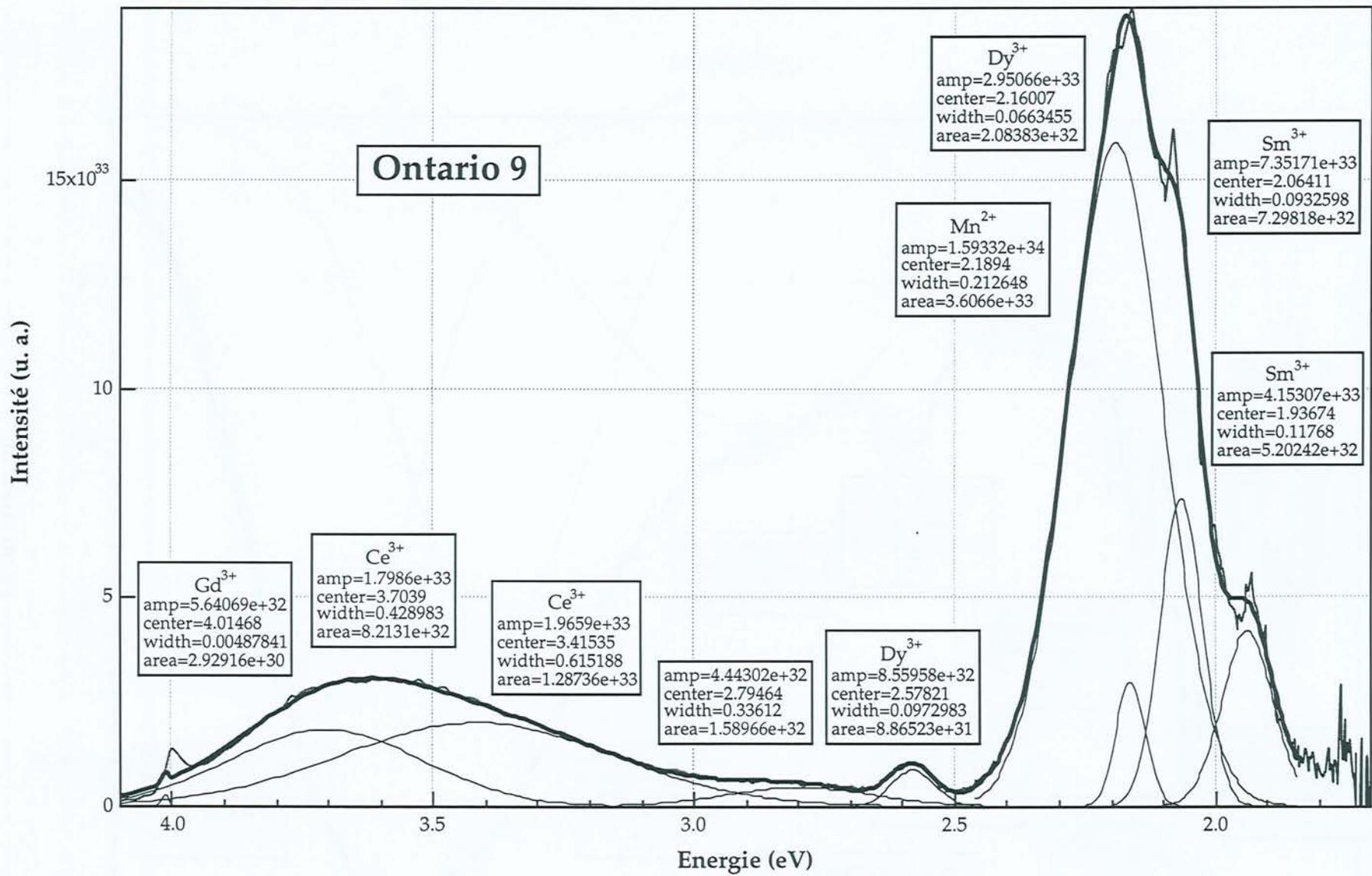


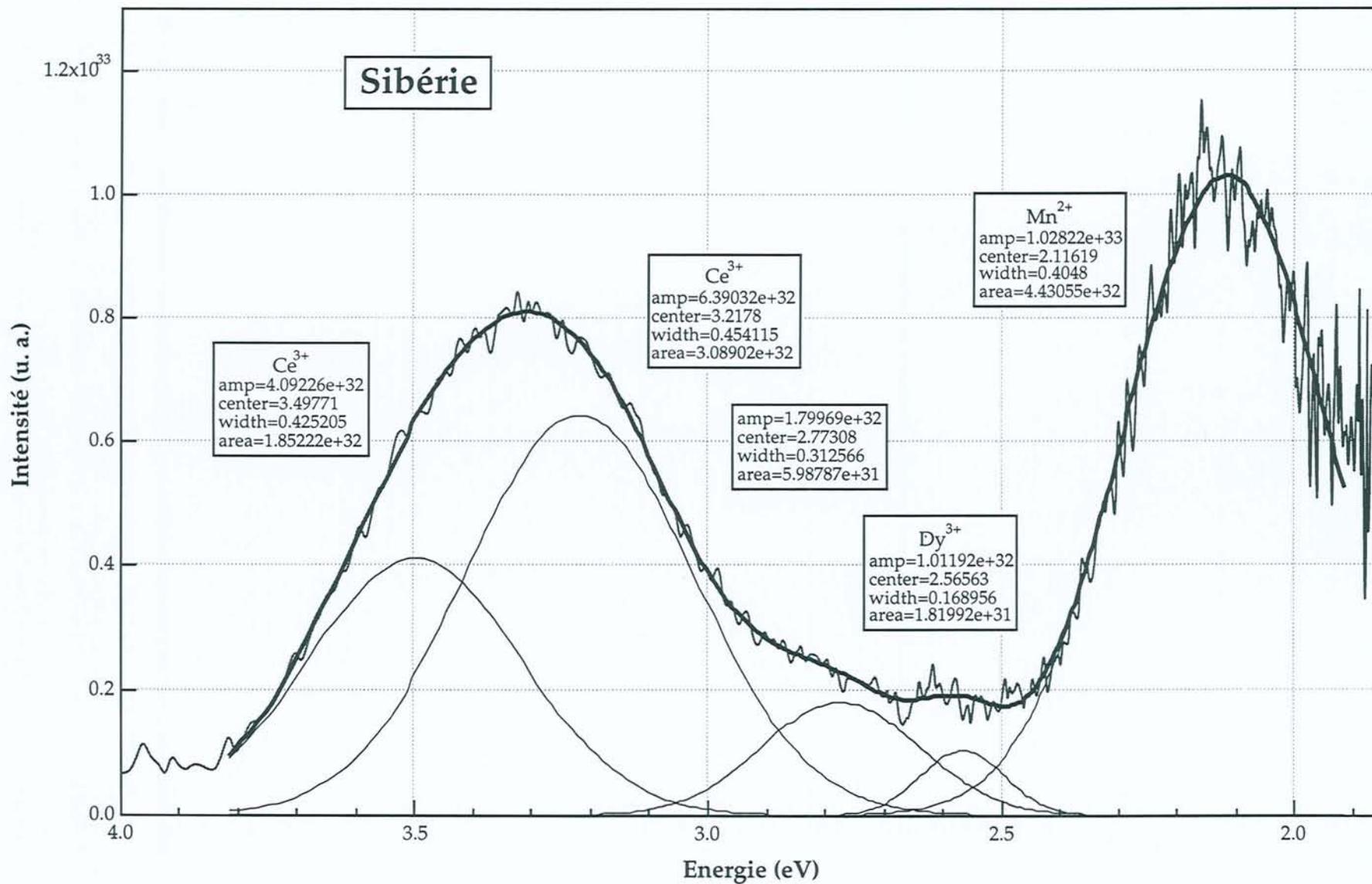












## ANNEXE VI

### SPECTRES D'EMISSION DE PHOTOLUMINESCENCE EN TEMPS RESOLU

Pour les échantillons :

- cristaux d'apatite à rapport Cl/F variable
- cristaux d'apatite à caractéristiques chimiques et de recuit connues

Les spectres de photoluminescence ont été réalisés au laboratoire de physico-chimie des matériaux luminescents (Université Lyon I) en collaboration avec Gérard Panczer.

Le système comprend un laser pulsé à azote de longueur d'onde 337 nm, un microscope optique Olympus avec un objectif x10 sous lequel est placé l'échantillon, une fibre optique qui récupère le signal de photoluminescence, un monochromateur Oriel multispec et un système de détection ICCD InstaSpec V couplé à un générateur de délais Stanford DG 535. Les pulsations du laser sont de 10 ns et sa largeur spectrale est de  $0,1 \text{ cm}^{-1}$ . La luminescence est observée perpendiculairement au faisceau laser. Le monochromateur possède une fente d'entrée de  $100 \mu\text{m}$ , une distance focale de 125 mm et un réseau de 1200 lignes par mm. La résolution spectrale est de 0,5-1 nm. Les spectres ont été réalisés entre 340 et 793 nm.

Le principe de la photoluminescence en temps résolu consiste à utiliser les temps de décroissance des différents activateurs pour séparer les bandes. La figure VI-A présente la séparation des différents activateurs pour l'échantillon Ontario ON9. Le spectre réalisé sans discrimination de temps est composé de deux larges bandes centrées à 421 et 572 nm (Fig. VI-Aa). L'utilisation de temps très court pour la largeur de la porte d'enregistrement permet d'isoler les bandes de  $\text{Ce}^{3+}$  et de  $\text{Eu}^{2+}$  (Fig. VI-Ab). Il est difficile d'isoler ces deux bandes qui ont des temps de décroissance proches. La prise en compte de délai important permet d'éliminer les bandes des activateurs à temps de décroissance court et d'individualiser les terres rares [ $\text{Gd}^{3+}$  (624 nm),  $\text{Tb}^{3+}$  (382, 414, 435 et 546 nm),  $\text{Dy}^{3+}$  (478 et 575 nm) et  $\text{Sm}^{3+}$  (600 et 646 nm)] (Fig. VI-Ac) et le manganèse (Fig. VI-Ad).

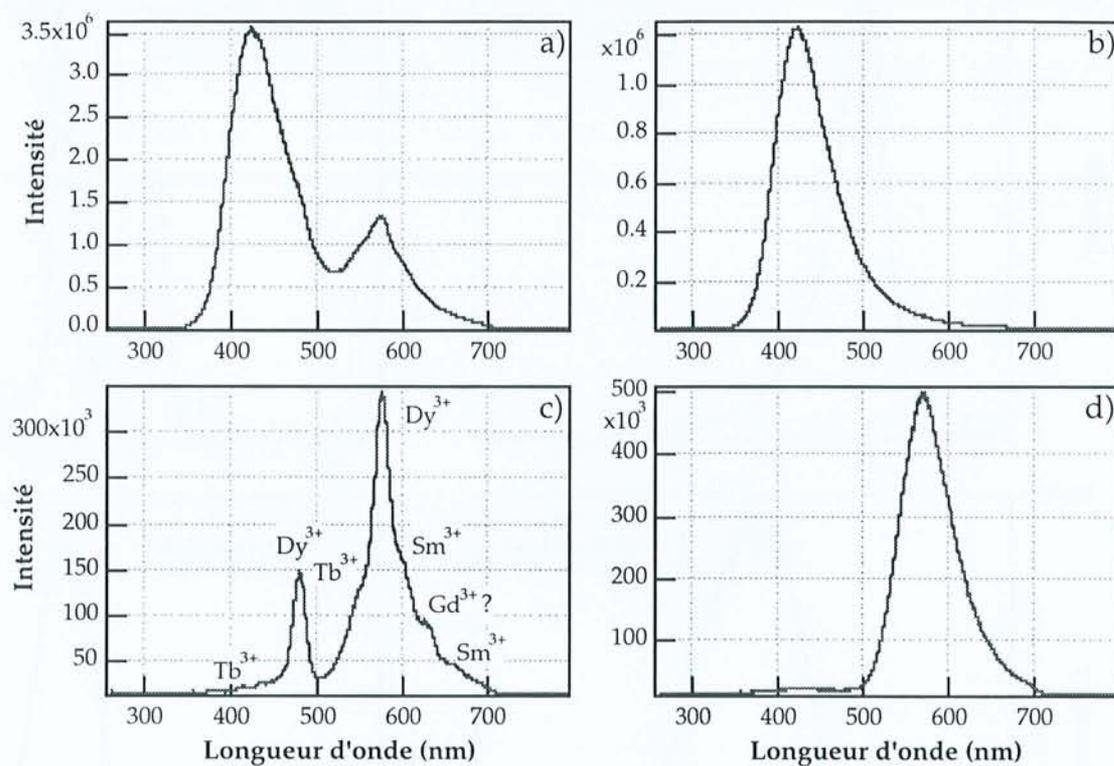
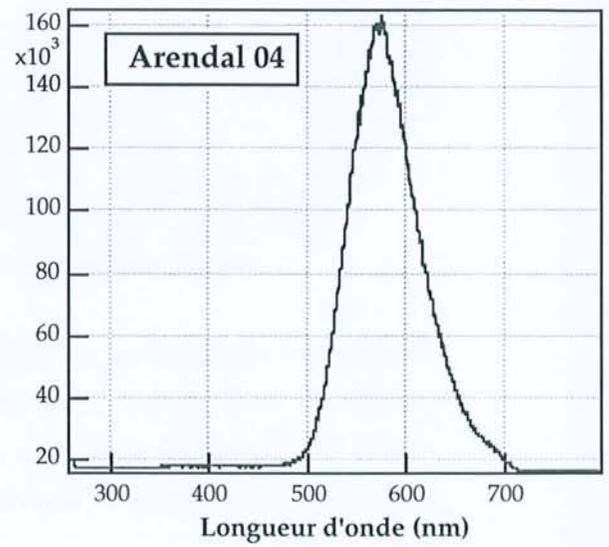
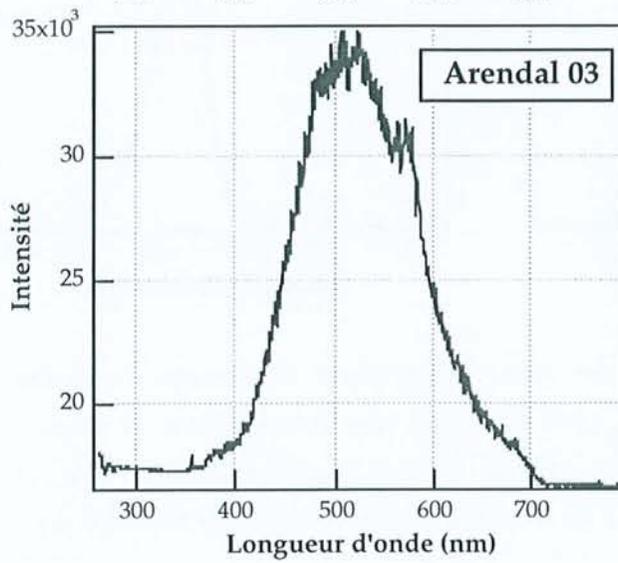
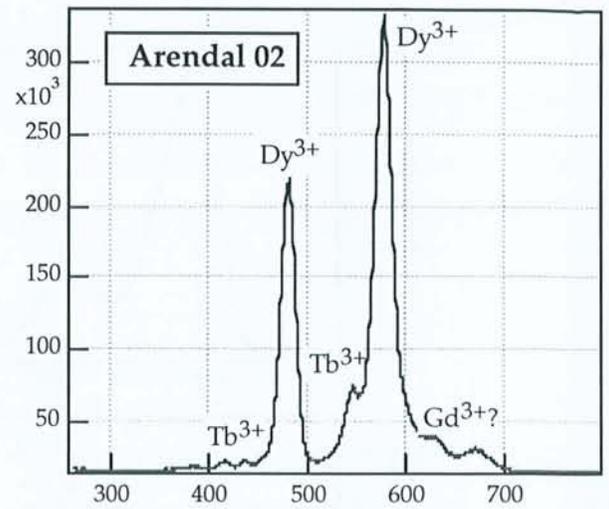
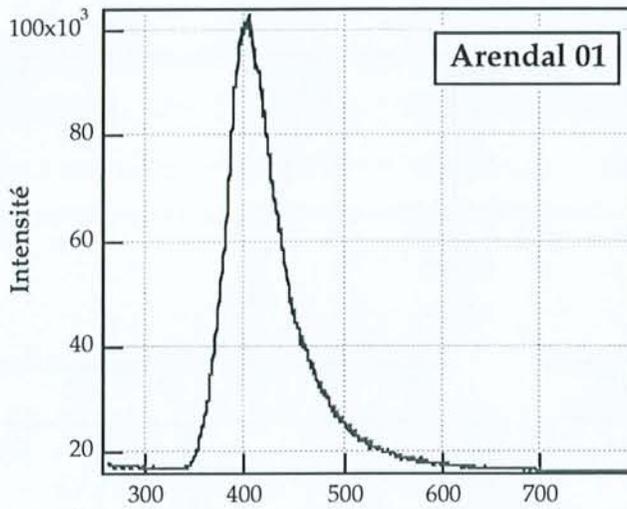
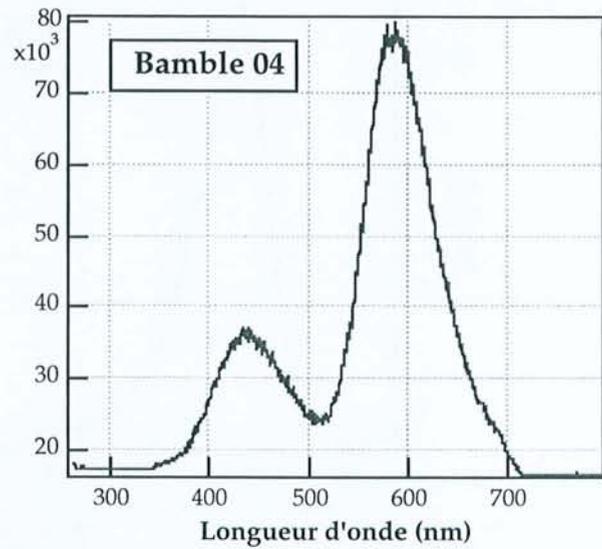
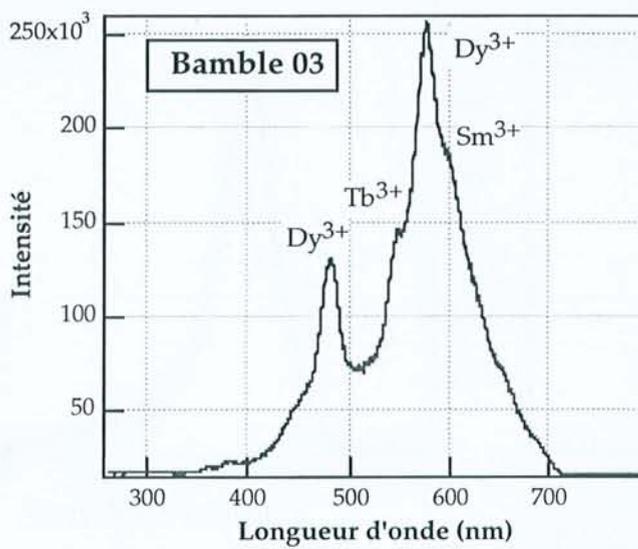
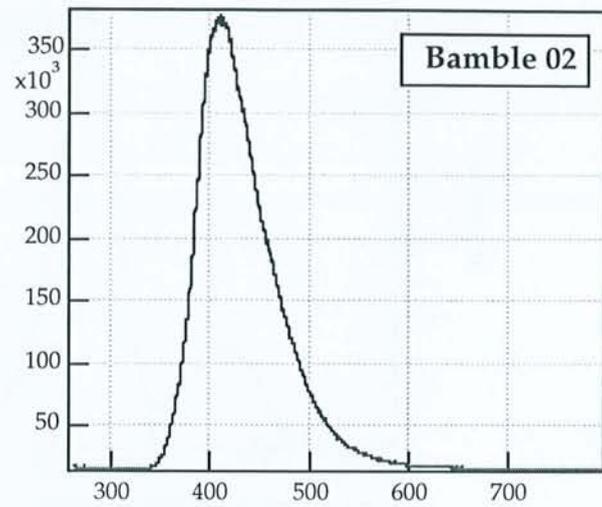
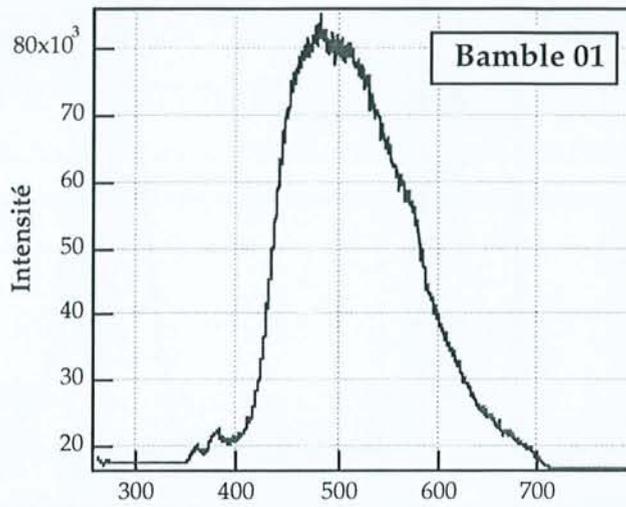


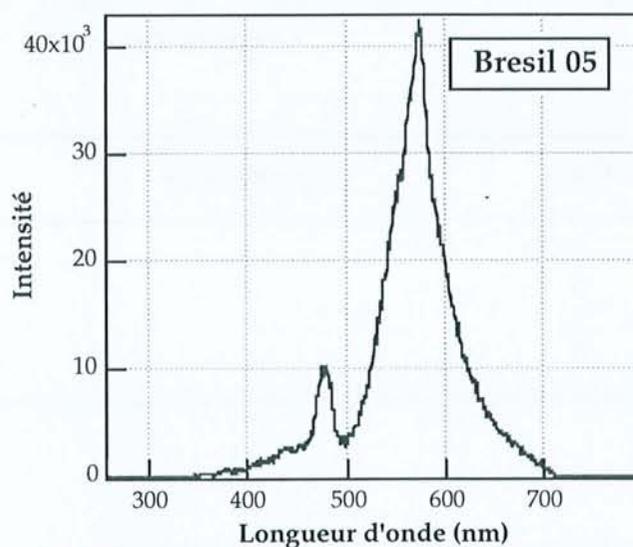
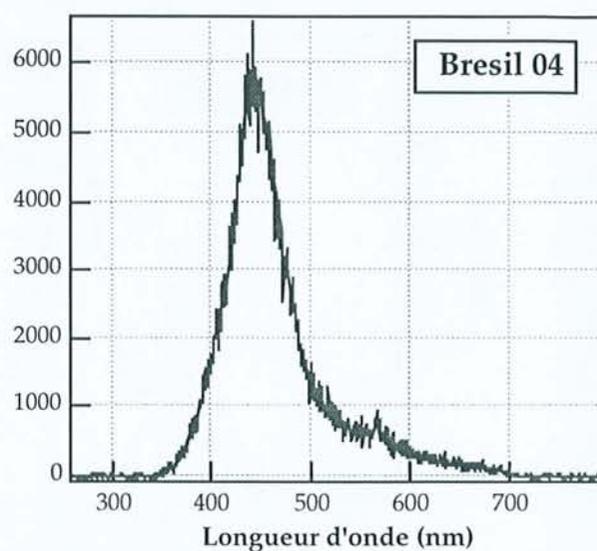
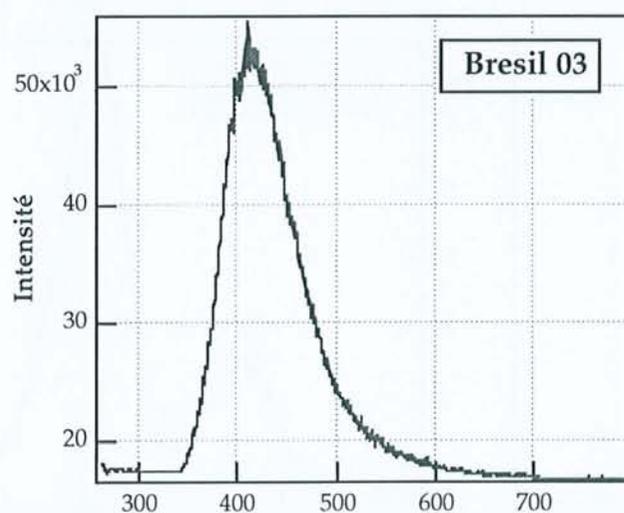
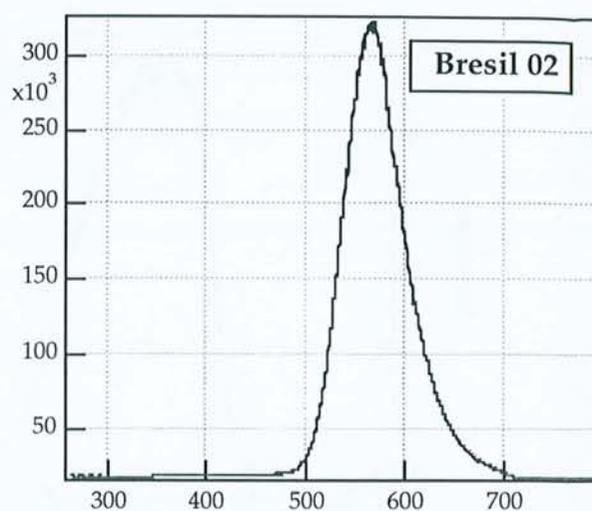
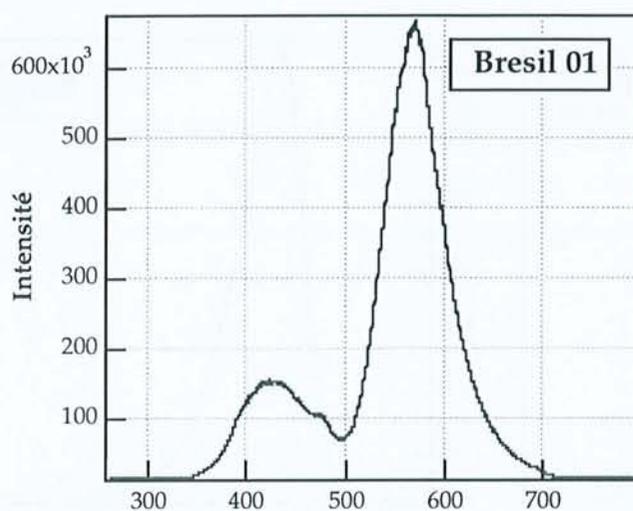
Figure VI-A : présentation des différentes étapes du traitement des spectres d'émission (excitation = 337 nm) de l'échantillon ON9 : a) spectre sans discrimination en temps : délai = 0 ns et largeur de la porte 9 ns ; b) délai = 0 ns et largeur de la porte 16 ns ; c) délai = 1000 ns et largeur de la porte 0,8 ns et d) délai = 5 ns et largeur de la porte 9 ns.



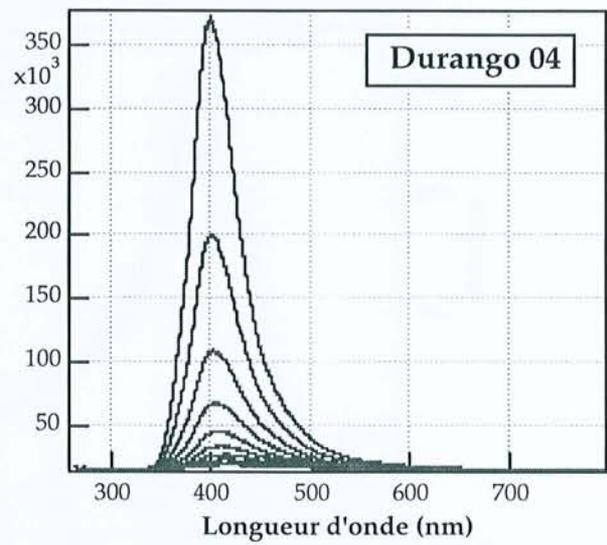
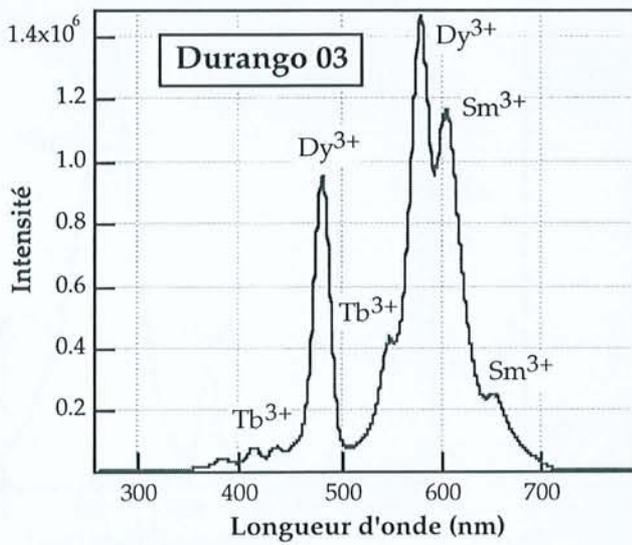
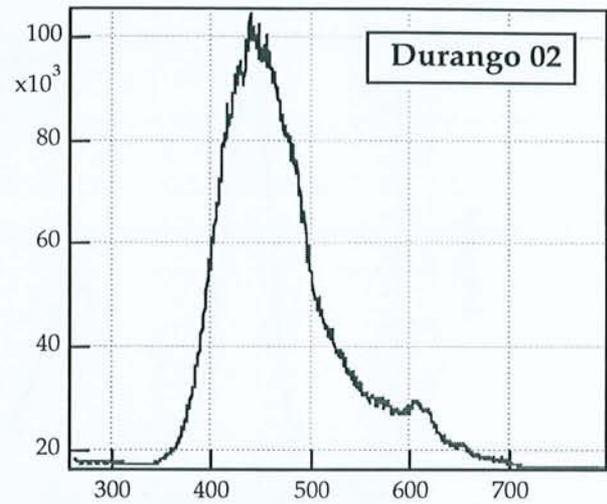
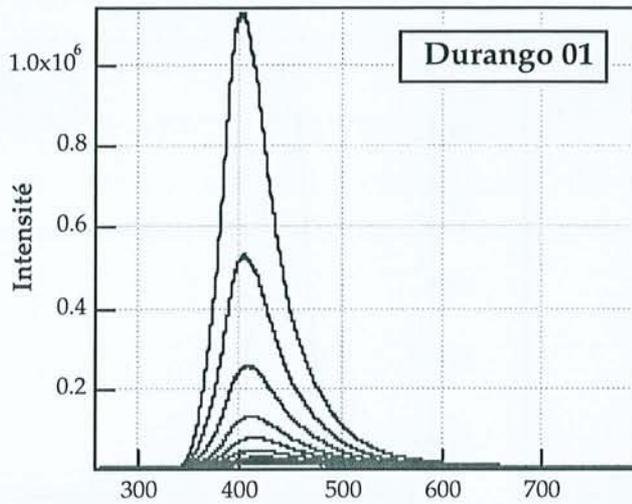
	Délai	Largeur	Gain	Observations
arend01	0	20	5	
arend02	20000	7e+05	5	
arend03	200	1000	5	
arend04	8e+06	9e+06	5	



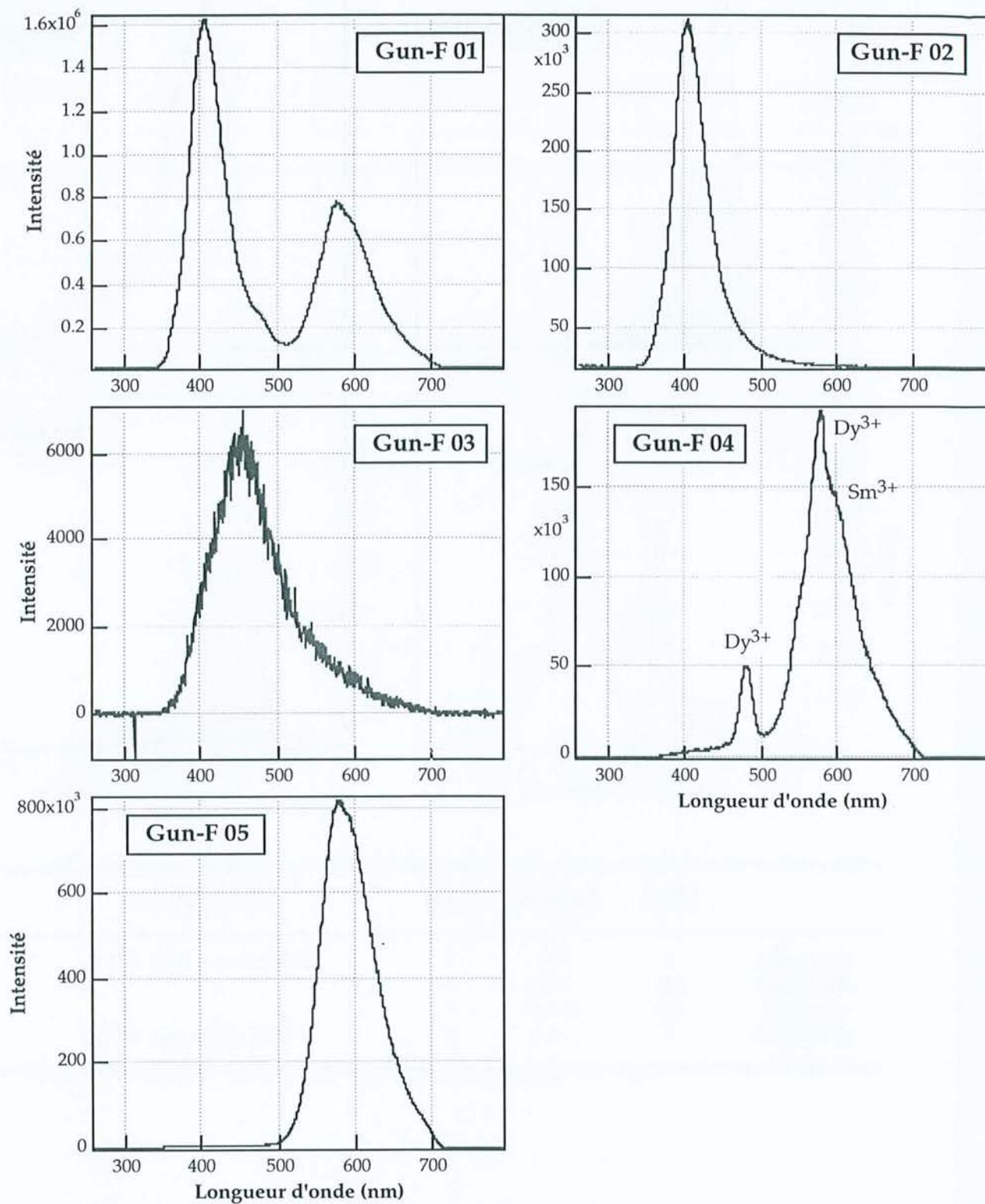
	Délai	Largeur	Gain	Observations
bamb101	400	10000	5	
bamb102	0	4	5	
bamb103	500	9e+06	5	
bamb104	8e+06	9e+06	5	



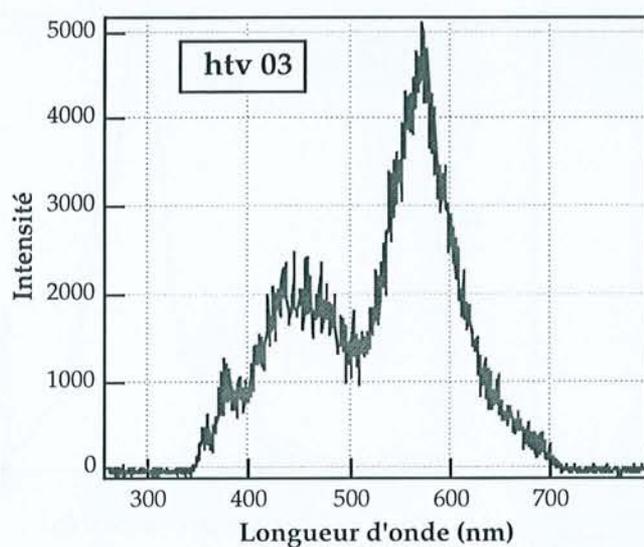
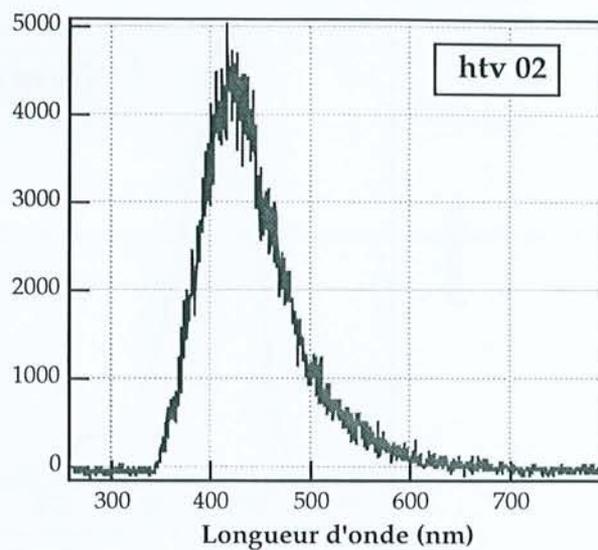
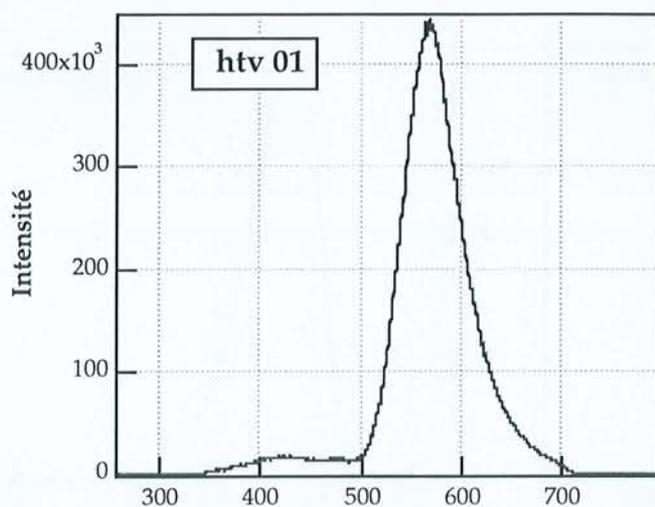
	Délai	Largeur	Gain	Observations
bre01	0	9e+06	5	
bre02	5e+06	9e+06	5	
bre03	0	4	5	
bre04	100	400	5	
bre05	1000	2e+05	5	



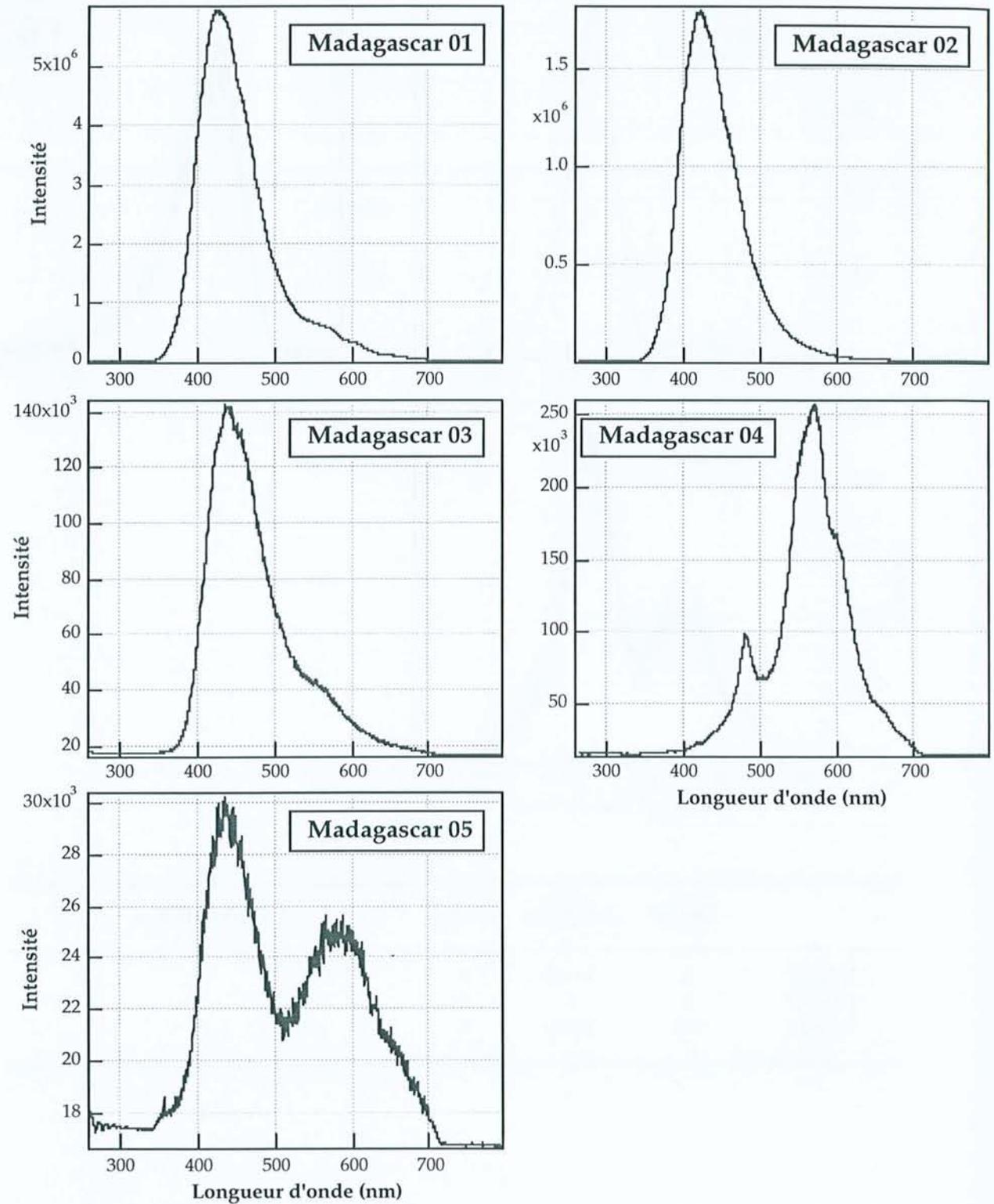
	Délai	Largeur	Gain	Observations
<b>duran01</b>	0	100	3	Cinématique (pas de 20)
<b>duran02</b>	210	1000	7	
<b>duan03</b>	400	5e+06	7	
<b>duran04</b>	0	4	3	Cinématique (pas de 4)



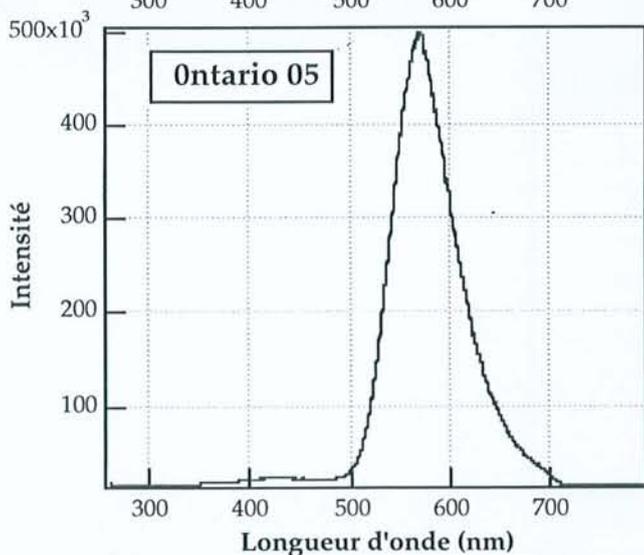
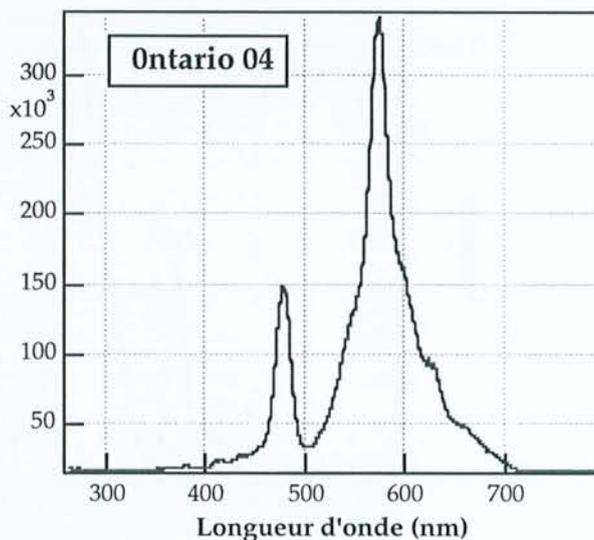
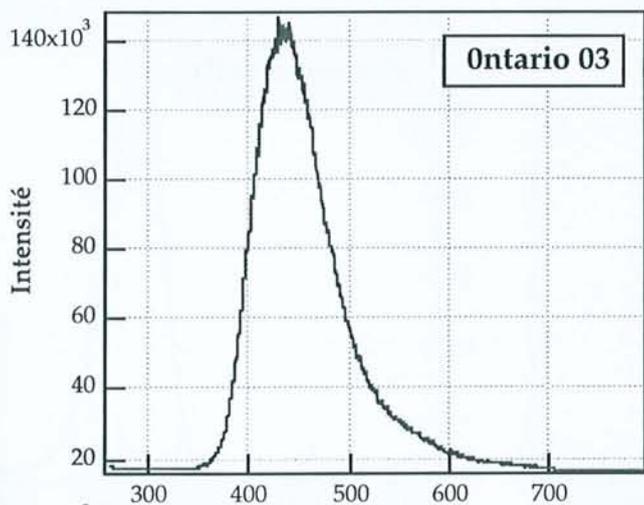
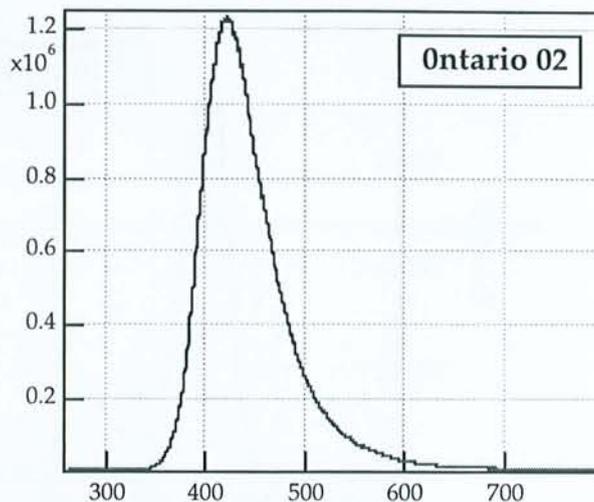
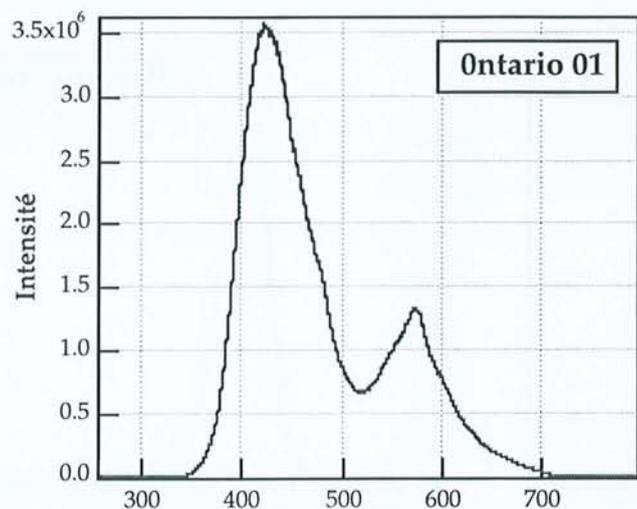
	Délai	Largeur	Gain	Observations
Gun01	0	9e+06	5	
Gun02	0	4	5	
Gun03	250	200	5	
Gun04	1000	5e+05	5	
Gun05	5e+06	9e+06	5	



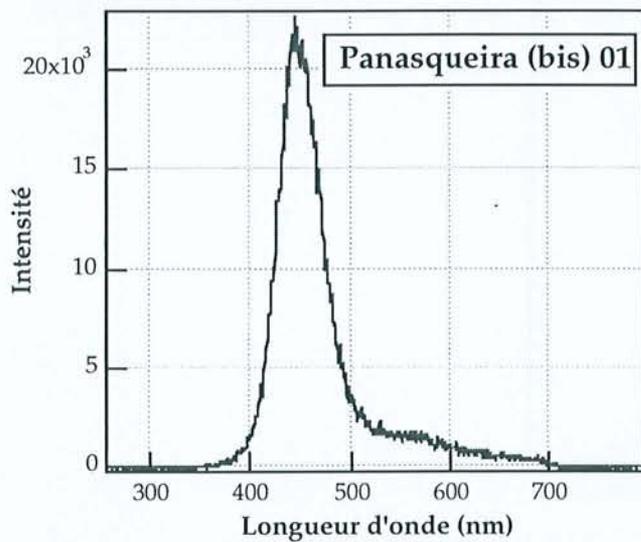
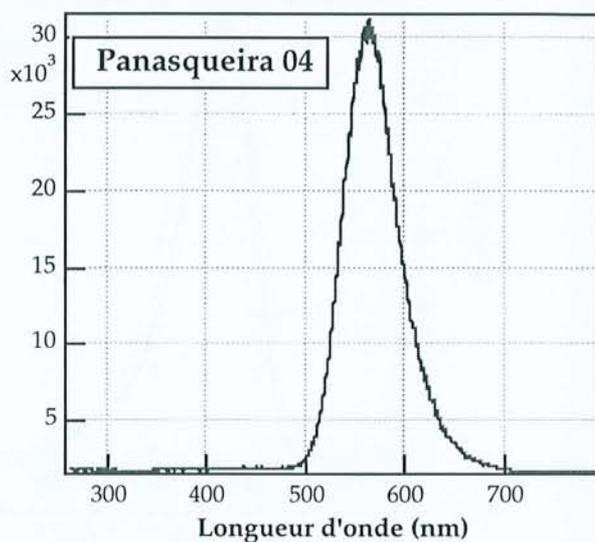
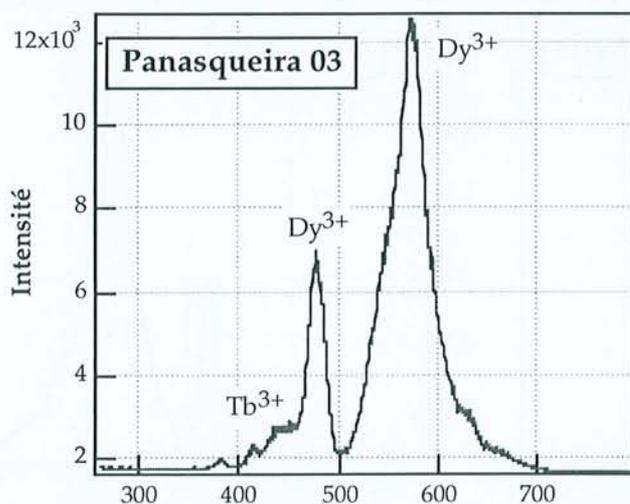
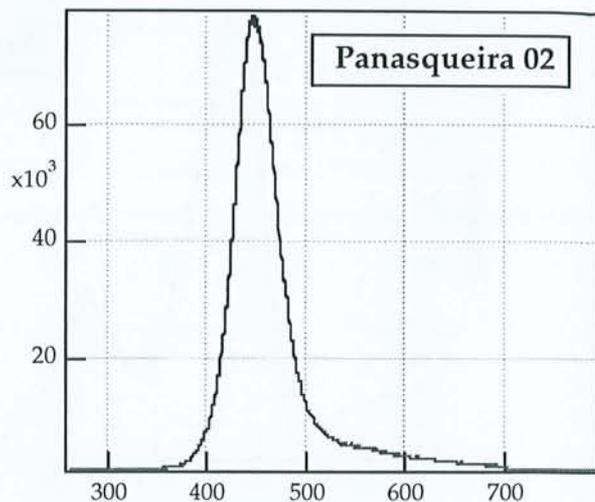
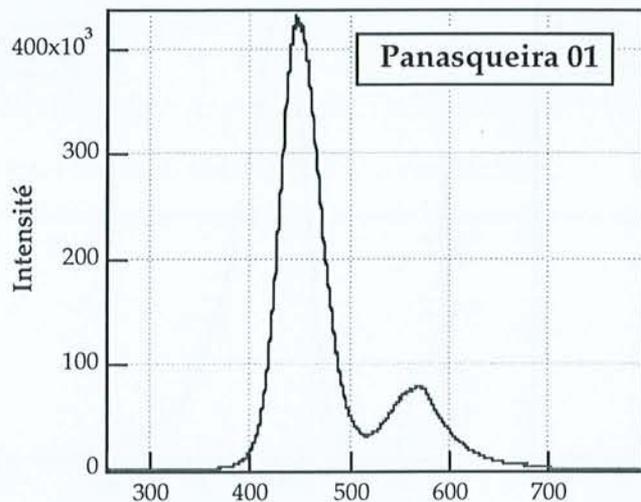
	Délai	Largeur	Gain	Observations
htv01	0	9e+06	5	
htv02	0	4	5	
htv03	100	10000	5	



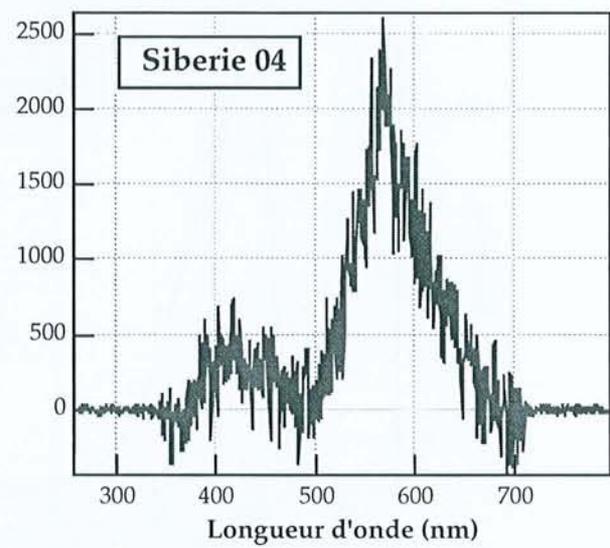
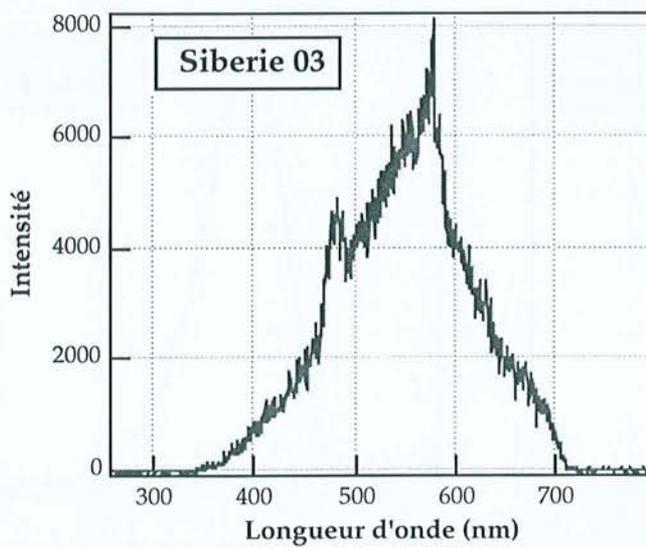
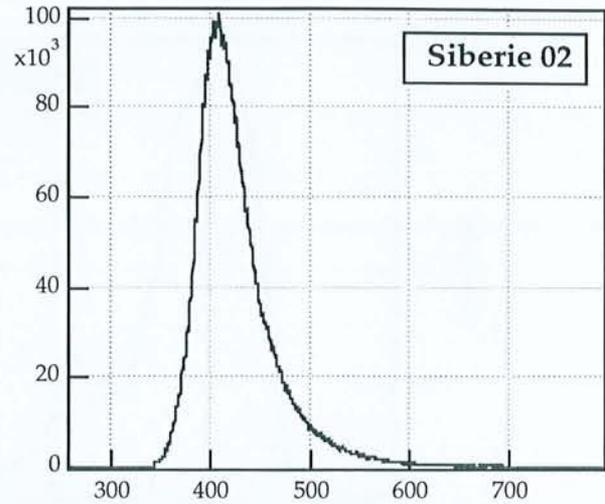
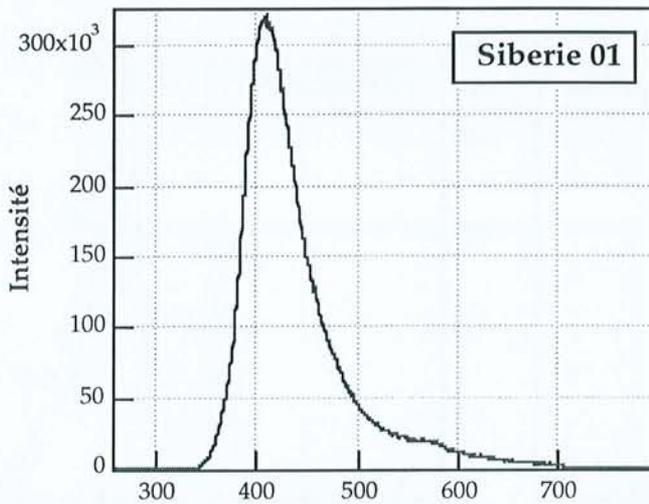
	Délai	Largeur	Gain	Observations
mada01	0	9e+06	5	
mada02	0	4	5	
mada03	200	400	5	
mada04	1000	1e+06	5	
mada05	8e+06	9e+06	5	



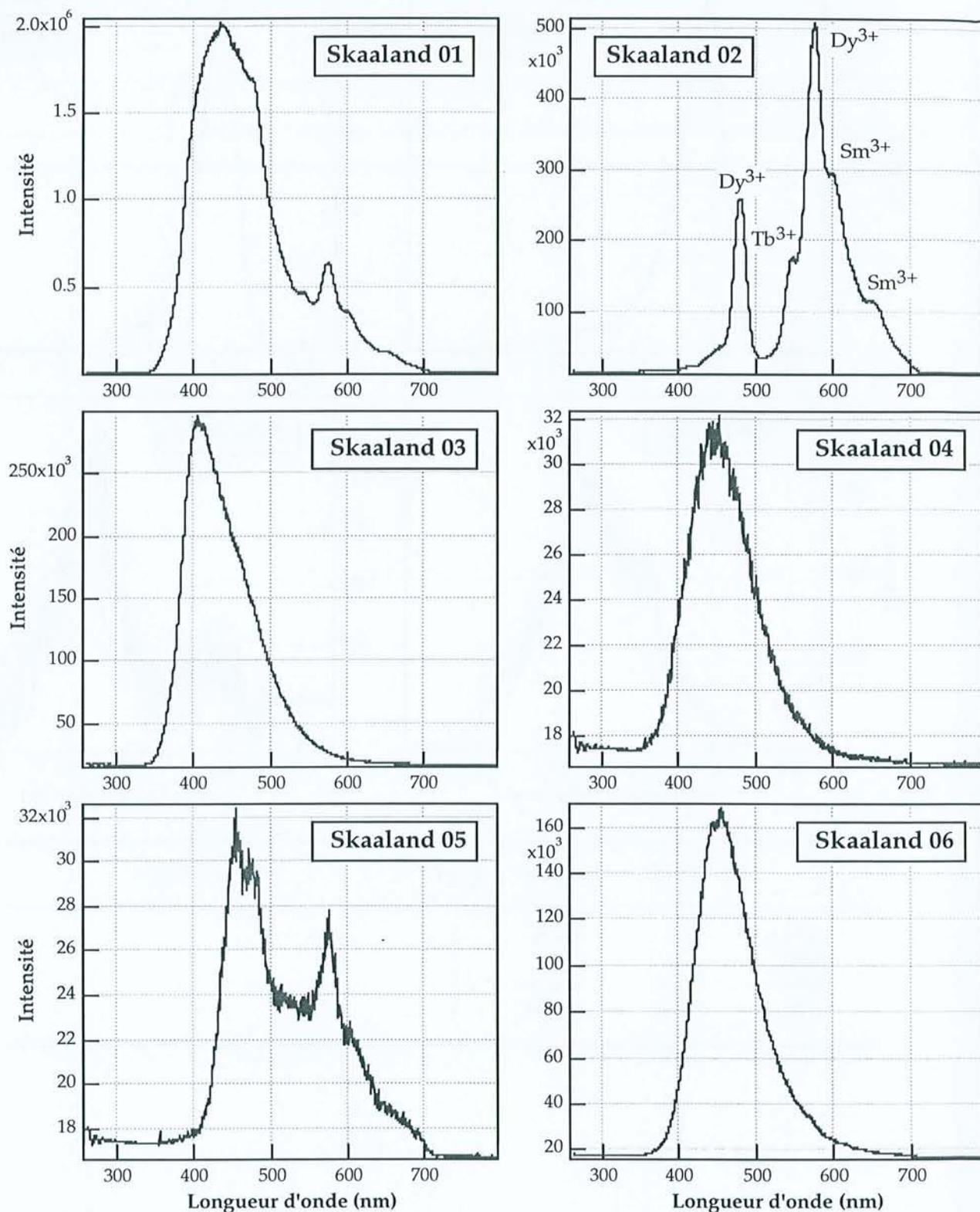
	Délai	Largeur	Gain	Observations
ON901	0	9e+06	5	
ON902	0	4	5	
ON903	100	500	5	
ON904	1000	8e+05	5	
ON905	5e+06	9e+06	5	



	Délai	Largeur	Gain	Observations
Panab01	0	1000	5	
Panas01	0	9e+06	3	
Panas02	0	100	3	
Panas03	20000	1e+06	3	
Panas04	5e+06	9e+06	3	



	Délai	Largeur	Gain	Observations
sb01	0	9e+06	5	
sb02	0	4	5	
sb03	1000	1e+06	5	
sb04	8e+06	9e+06	5	



	Délai	Largeur	Gain	Observations
skaa01	0	9e+6	5	Tronqué car trop lumineux
skaa02	500	9e+6	5	
skaa03	0	4	5	
skaa04	200	4	5	
skaa05	500	5000	5	
skaa06	100	1000	5	

## **ANNEXE VII**

### **RESULTATS DE LA MODELISATION DE L'HISTOIRE THERMIQUE PAR MONTE TRAX POUR LES ECHANTILLONS DE LA BORDURE SUD-EST DU MASSIF CENTRAL**

---

## Présentation des résultats

Les modélisations réalisées pour les différents échantillons sont représentées par le meilleur chemin, le chemin moyen, les chemins corrélés étroitement aux données (longueur et l'âge) et les meilleurs chemins obtenus.

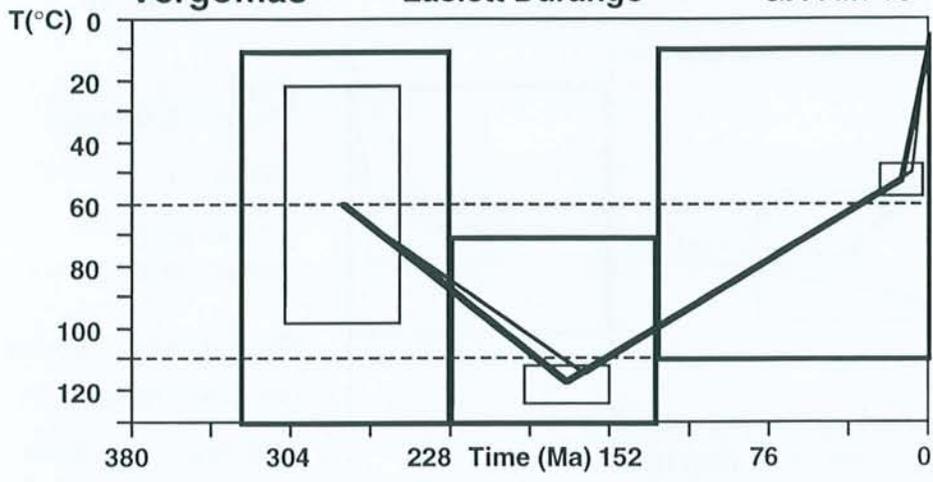
1) Le meilleur chemin fournit la valeur du coefficient de corrélation entre données et modélisation (misfit), les valeurs des différents paramètres TF calculés [âge, longueur et écart type (s.d.)] et l'histogrammes de distribution des traces. L'histogramme représenté par une ligne continue correspond au résultat du calcul et l'histogramme en pointillé aux données. Les boîtes en gras correspondent aux boîtes de départ introduites dans la modélisation. Pour le meilleur chemin sont calculés l'âge de la trace la plus vieille, le rapport de densité, l'âge corrigé selon Green (1988) (Age-G) et selon Corrigan (1991) (Age-C) et les valeurs de la réflectance de la vitrinite pour les trois modèles cinétiques établis par Bunham et Sweeney (1989), la première valeur correspondant à leur équation 2.

2) Le chemin moyen est indiqué sur la même figure que le meilleur chemin ; il est indiqué en gras. Il s'inscrit dans des boîtes moyennes qui correspondent à  $\pm 1s$ . Les coordonnées de ces boîtes sont indiqués à droite de la figure représentant les chemins associés aux longueurs et aux âges.

3) Les chemins associés étroitement aux paramètres longueurs et aux âges sont donnés avec des codes de couleur différents selon que l'âge calculé est supérieur ou bien inférieur ou égal à l'âge obtenu et selon que la longueur calculé est supérieure ou bien inférieure ou égal à la longueur mesurée.

4) Les meilleurs chemins correspondent aux chemins dont le coefficient de corrélation entre modèle et données est supérieur ou égal à 0,5.

Vergomas Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.973811

0.00 Ma 7 °C  
7.65 Ma 50 °C  
163 Ma 115 °C  
276 Ma 62 °C

Minimum time : 5.5 Ma

Obs. Age : 104.00 Ma \*

Pred. Age : 104.01 Ma

Obs. Mean length : 12.536

Pred. Mean length: 12.468

Obs. S.D. : 1.944

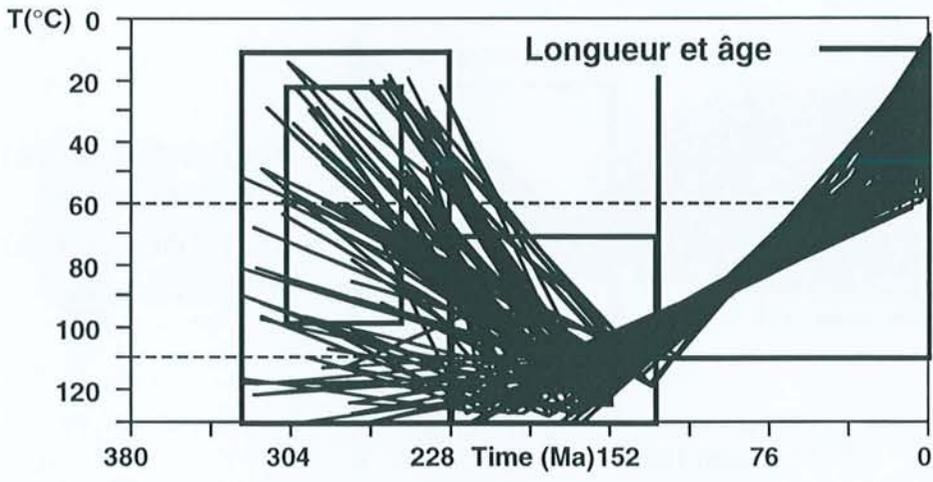
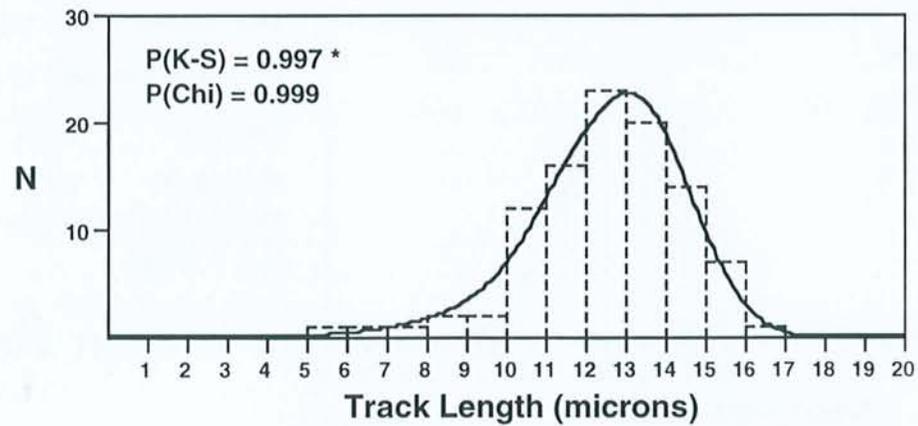
Pred. S.D. : 1.930

Oldest track (Ma) : 149 144

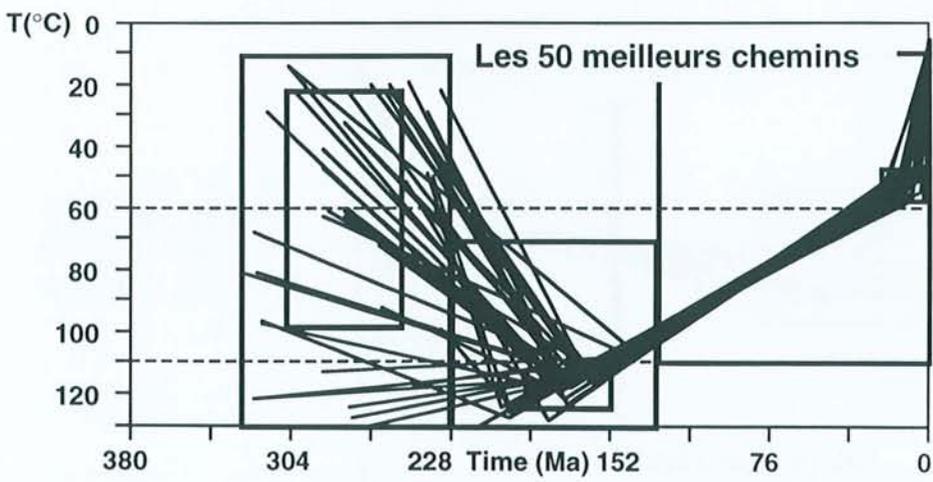
p/po : 0.3762

Corr. Age - G: 124 C: 160

Ro : 0.756 (0.870 0.660)



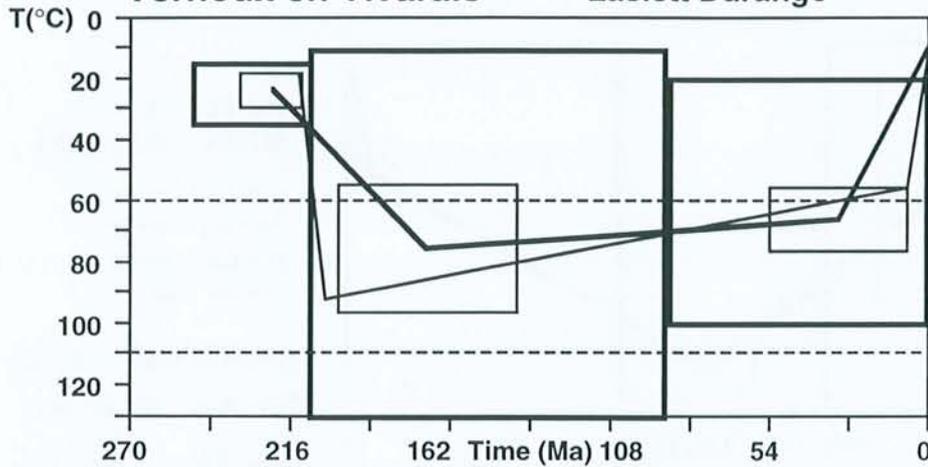
0.0 11 ± 3 °C  
13 ± 10 Ma 52 ± 5 °C  
173 ± 21 Ma 117 ± 6 °C  
280 ± 27 Ma 60 ± 38 °C



Vernoux en Vivarais

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.964923

0.00 Ma 11 °C  
7.93 Ma 56 °C  
204 Ma 92 °C  
214 Ma 19 °C

Minimum time : 4.3 Ma

Obs. Age : 167.30 Ma \*

Pred. Age : 167.69 Ma

Obs. Mean length : 12.061

Pred. Mean length: 12.202

Obs. S.D. : 1.656

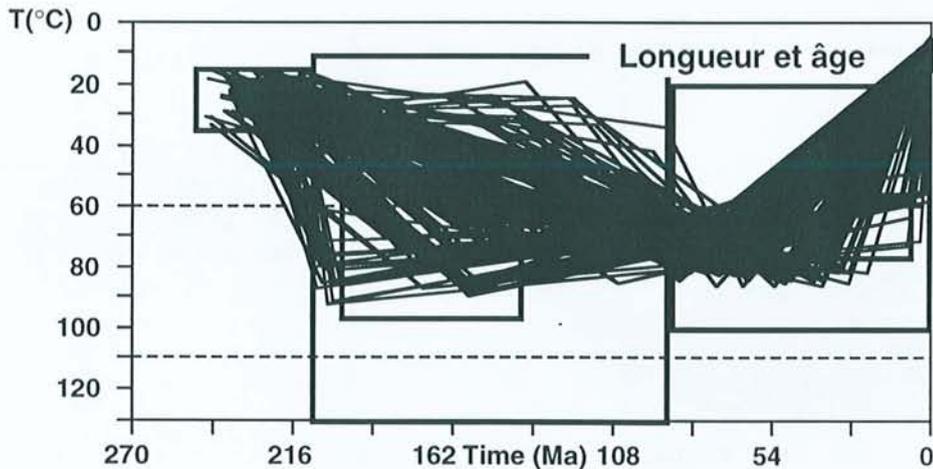
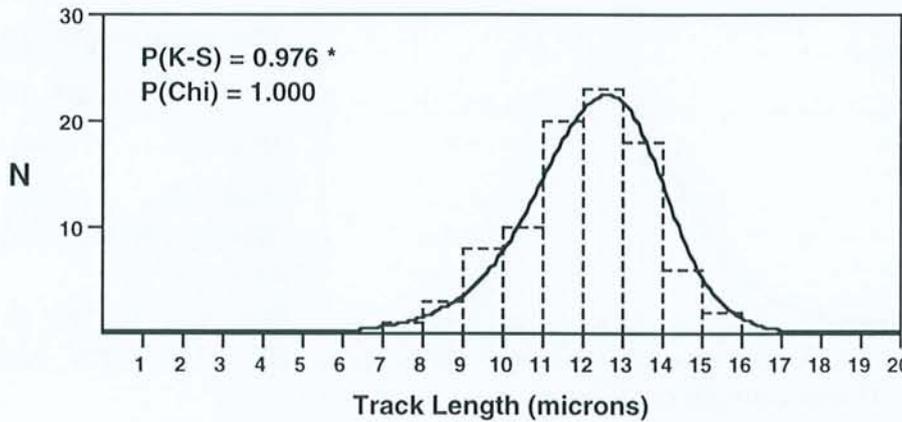
Pred. S.D. : 1.730

Oldest track (Ma) : 214 214

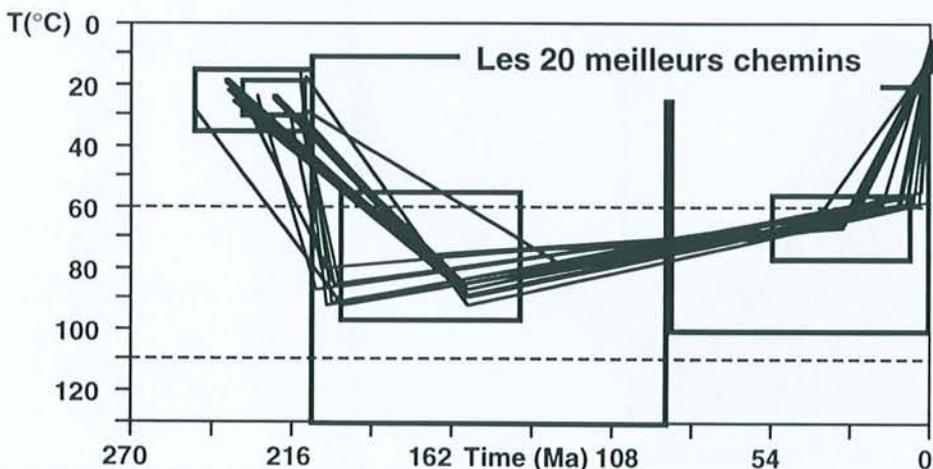
p/po : 0.7843

Corr. Age - G: 207 C: 262

Ro : 0.615 (0.811 0.447)



$P(L) \geq \text{Obs} > P(A)$   
 $P(L), P(A) \geq \text{Obs}$   
 $P(L) < \text{Obs} \leq P(A)$   
 $P(L), P(A) < \text{Obs}$

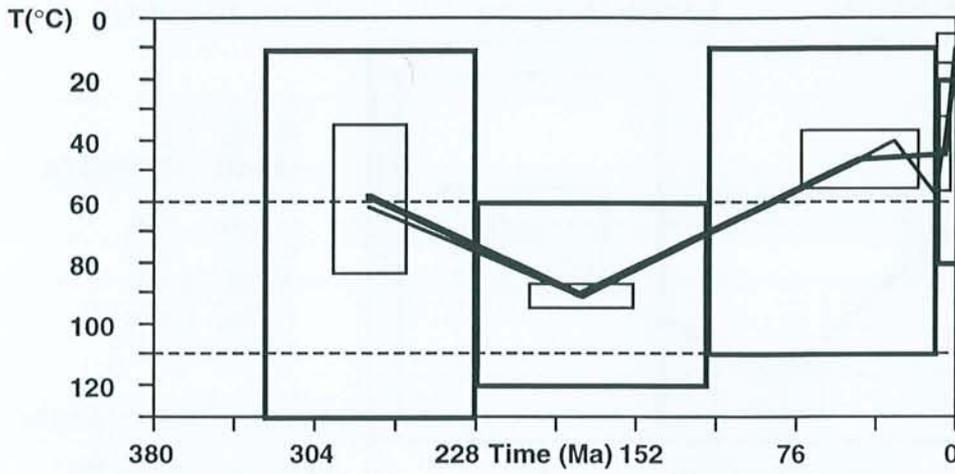


0.0 10 ± 3 °C  
31 ± 24 Ma 67 ± 10 °C  
171 ± 30 Ma 76 ± 21 °C  
223 ± 10 Ma 24 ± 6 °C

La Chastelle (1060m)

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.95295

0.00 Ma 11 °C  
9.35 Ma 58 °C  
30 Ma 40 °C  
178 Ma 92 °C  
279 Ma 62 °C

Minimum time : 5.6 Ma

Obs. Age : 207.60 Ma \*

Pred. Age : 207.60 Ma

Obs. Mean length : 12.428

Pred. Mean length: 12.170

Obs. S.D. : 1.963

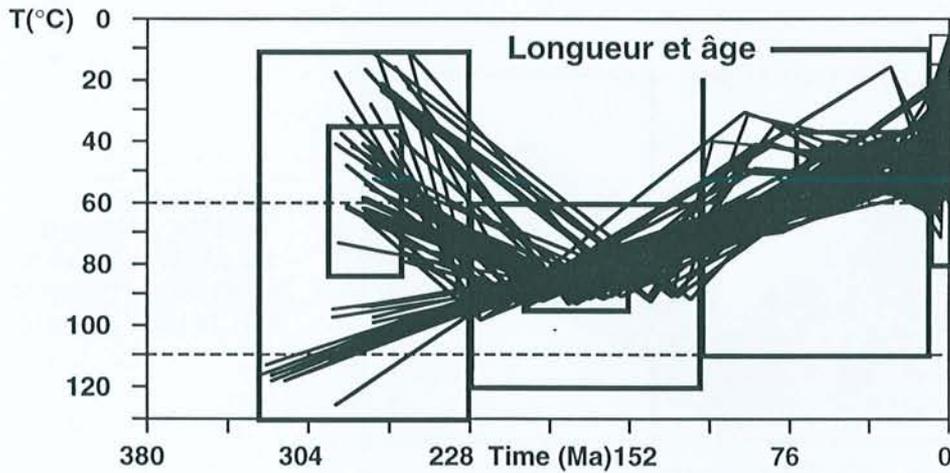
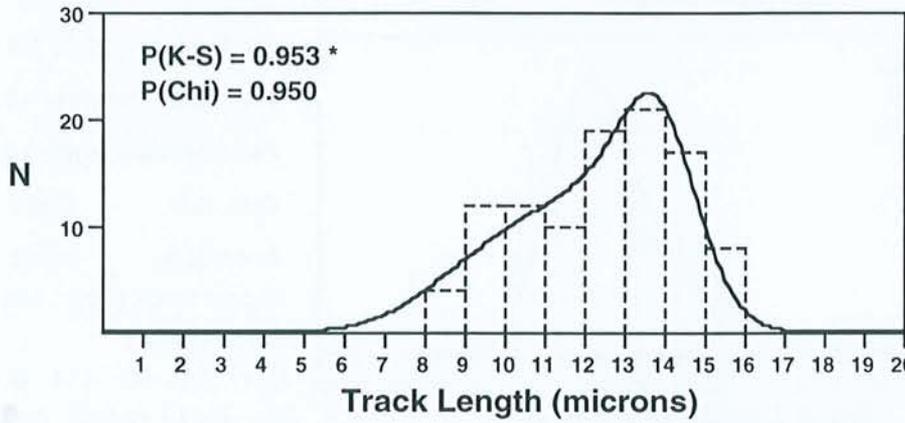
Pred. S.D. : 2.145

Oldest track (Ma) : 279 279

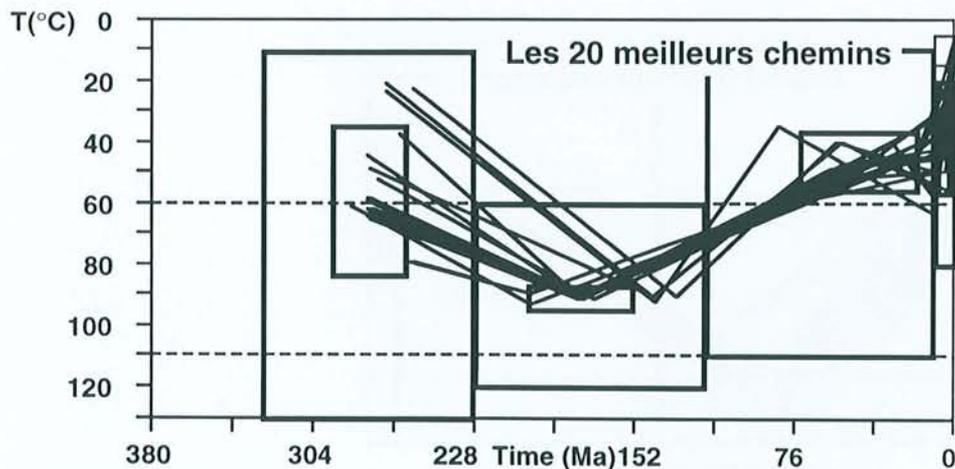
p/po : 0.7434

Corr. Age - G: 250 C: 323

Ro : 0.615 (0.811 0.447)



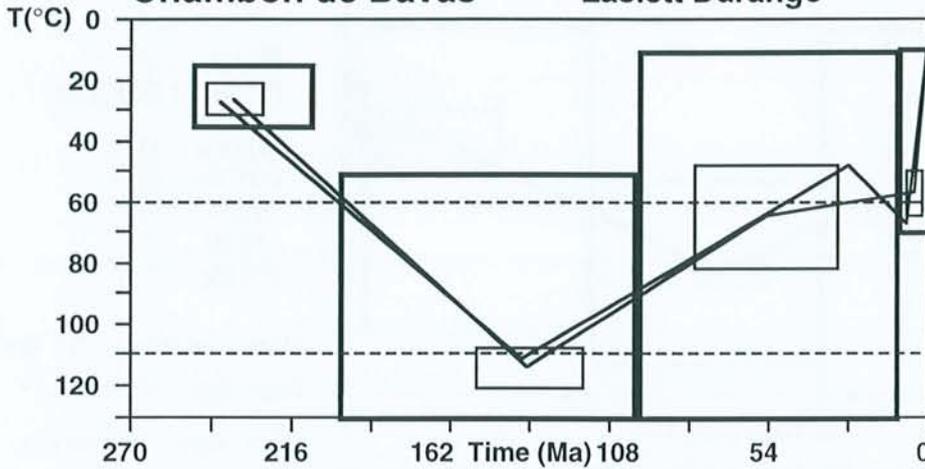
0.0 11 ± 3 °C  
6 ± 3 Ma 45 ± 13 °C  
47 ± 28 Ma 46 ± 10 °C  
179 ± 25 Ma 91 ± 4 °C  
279 ± 18 Ma 59 ± 25 °C



**Chambon de Bavas**

**Laslett Durango**

**GA run 10 of 10**



**Rank : 1**  
**Misfit : 0.986673**

0.00 Ma 7 °C  
8.06 Ma 67 °C  
28 Ma 48 °C  
138 Ma 112 °C  
241 Ma 27 °C

**Minimum time : 12.1 Ma**

**Obs. Age : 95.50 Ma \***

**Pred. Age : 95.78 Ma**

**Obs. Mean length : 12.516**

**Pred. Mean length: 12.500**

**Obs. S.D. : 1.623**

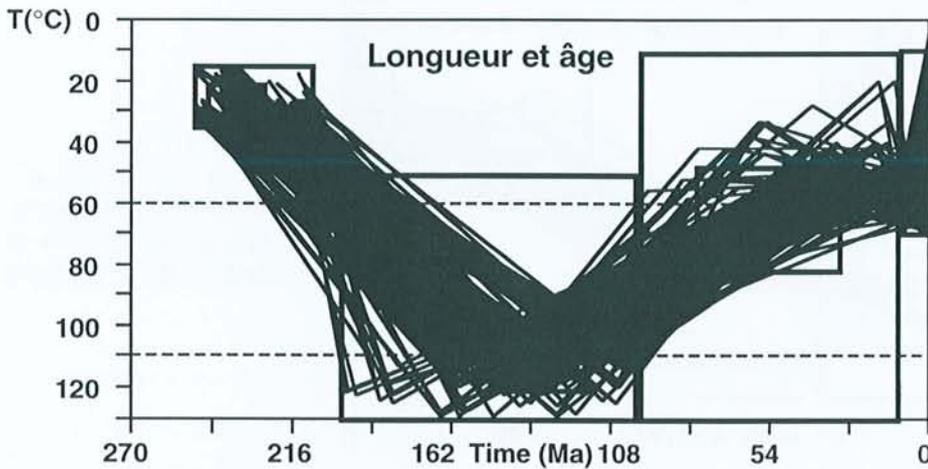
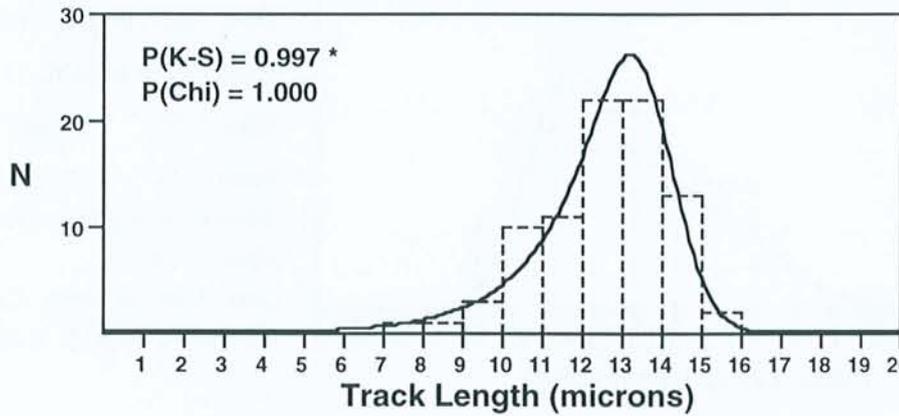
**Pred. S.D. : 1.683**

**Oldest track (Ma) : 145 133**

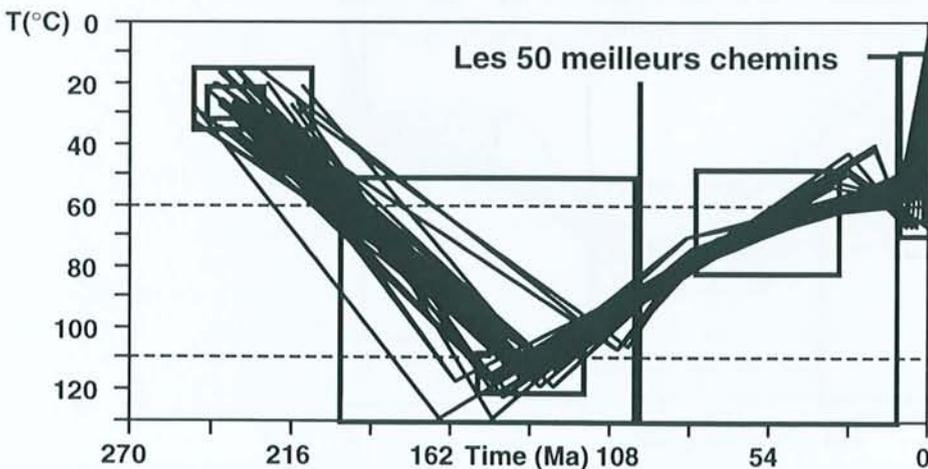
**p/po : 0.3973**

**Corr. Age - G: 114 C: 143**

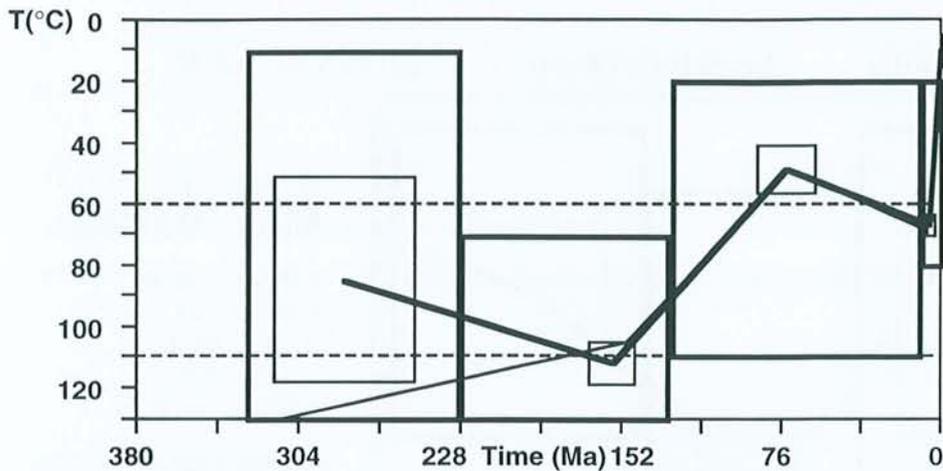
**Ro : 0.713 (0.839 0.606)**



0.0 9 ± 3 °C  
5 ± 3 Ma 57 ± 8 °C  
55 ± 25 Ma 65 ± 17 °C  
136 ± 18 Ma 114 ± 7 °C  
236 ± 10 Ma 26 ± 6 °C



Col des 4 Vios Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.968236

0.00 Ma 14 °C  
7.10 Ma 69 °C  
72 Ma 49 °C  
150 Ma 105 °C  
313 Ma 130 °C

Minimum time : 6.3 Ma  
Obs. Age : 121.00 Ma \*

Pred. Age : 121.02 Ma

Obs. Mean length : 12.819

Pred. Mean length: 12.648

Obs. S.D. : 1.368

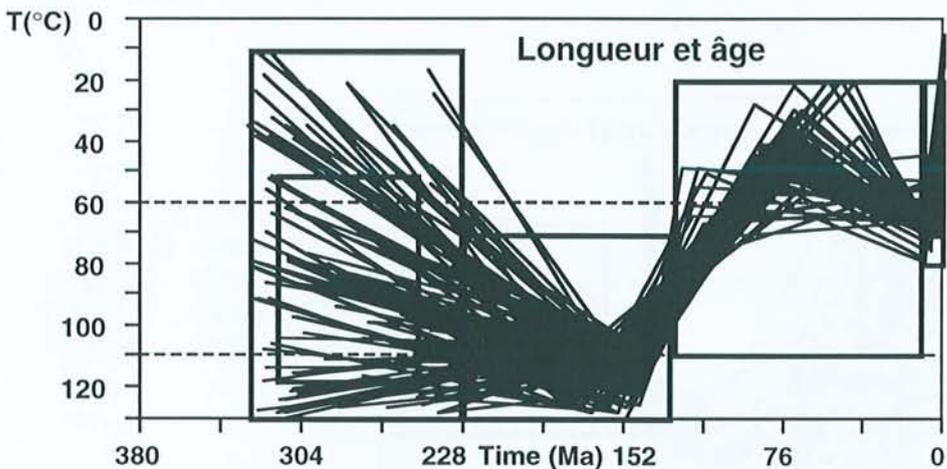
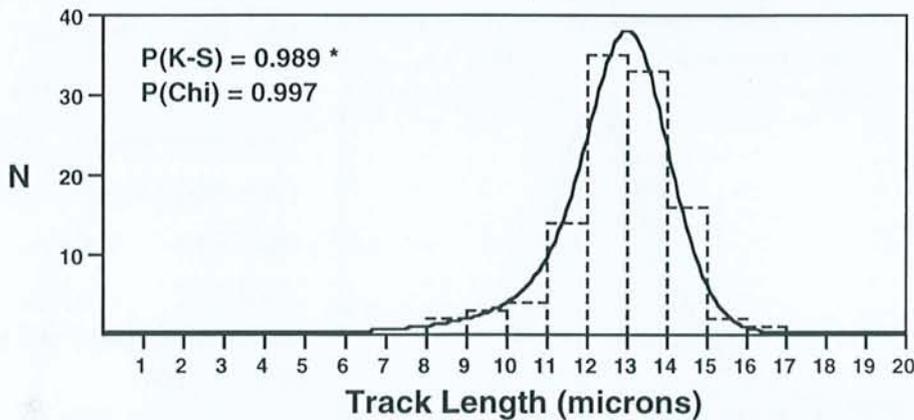
Pred. S.D. : 1.471

Oldest track (Ma) : 156 150

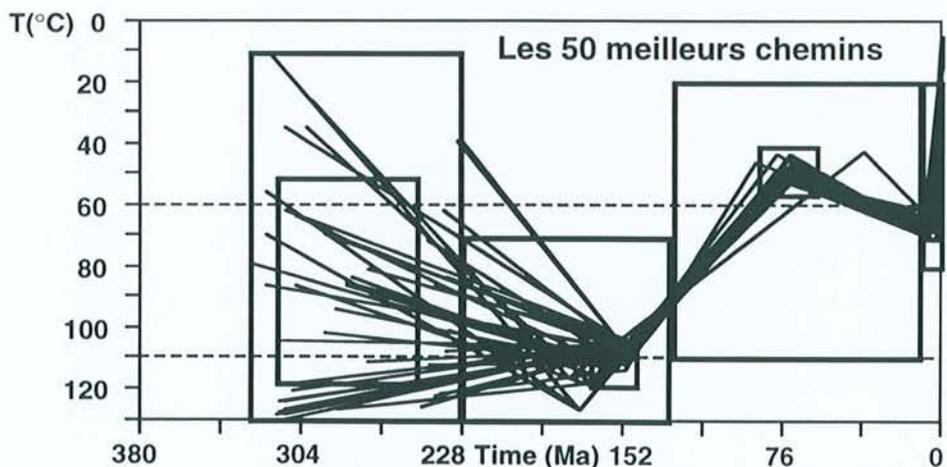
p/po : 0.3871

Corr. Age - G: 141 C: 172

Ro : 0.969 (1.060 0.937)



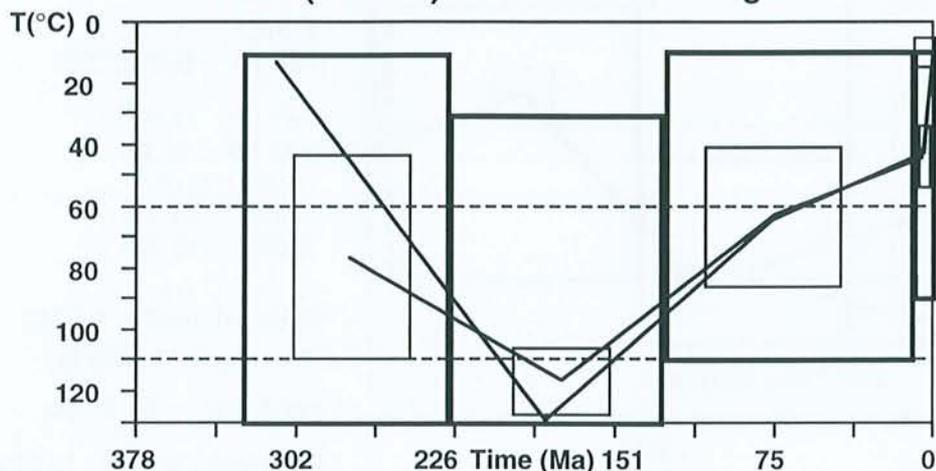
0.0 11 ± 2 °C  
6 ± 2 Ma 67 ± 3 °C  
74 ± 14 Ma 49 ± 8 °C  
157 ± 11 Ma 112 ± 7 °C  
283 ± 33 Ma 85 ± 33 °C



Chavade (1310m)

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.612082

0.00 Ma 10 °C  
4.84 Ma 43 °C  
77 Ma 64 °C  
184 Ma 129 °C  
314 Ma 14 °C

Minimum time : 6.3 Ma

Obs. Age : 119.00 Ma \*

Pred. Age : 118.07 Ma

Obs. Mean length : 13.046

Pred. Mean length: 13.010

Obs. S.D. : 1.844

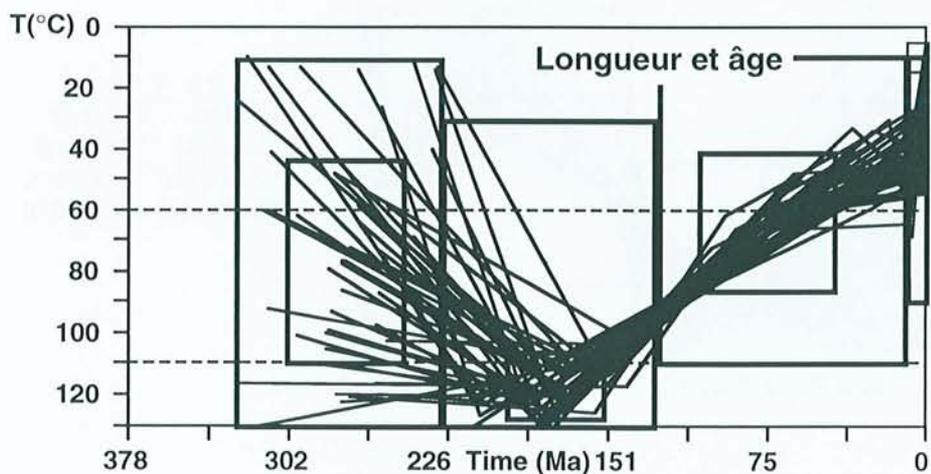
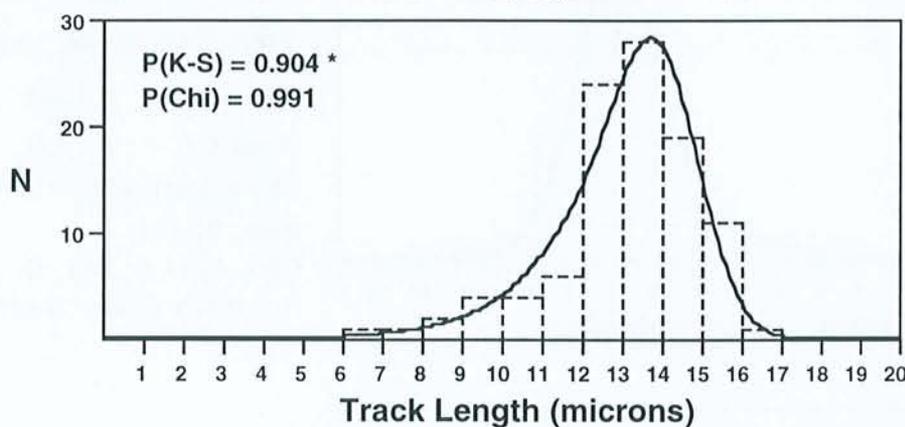
Pred. S.D. : 1.763

Oldest track (Ma) : 157 151

p/po : 0.3766

Corr. Age - G : 137 C : 173

Ro : 0.891 (0.984 0.839)

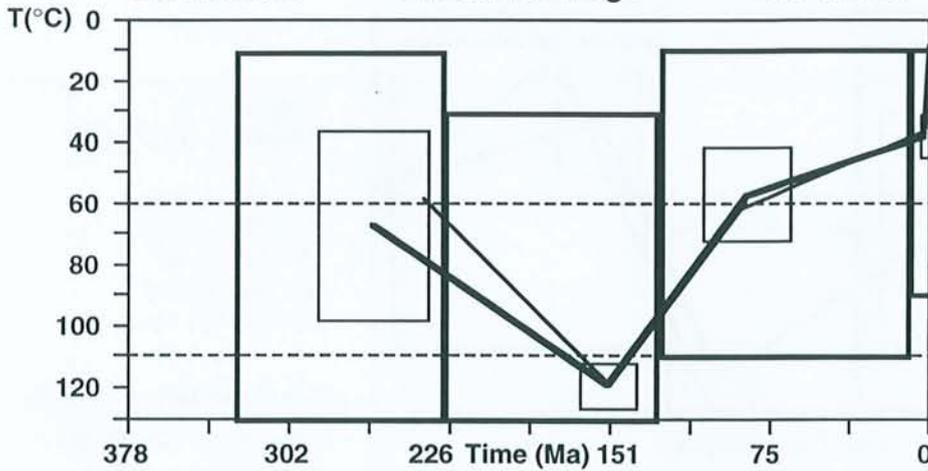


0.0 10 ± 3 °C  
5 ± 3 Ma 44 ± 10 °C  
77 ± 32 Ma 63 ± 23 °C  
177 ± 23 Ma 117 ± 11 °C  
277 ± 28 Ma 77 ± 33 °C

Lestrezes

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
 Misfit : 0.992226

0.00 Ma 9 °C  
 2.84 Ma 37 °C  
 91 Ma 62 °C  
 152 Ma 119 °C  
 240 Ma 58 °C

Minimum time : 4.8 Ma

Obs. Age : 120.20 Ma \*

Pred. Age : 120.30 Ma

Obs. Mean length : 13.710

Pred. Mean length: 13.505

Obs. S.D. : 1.420

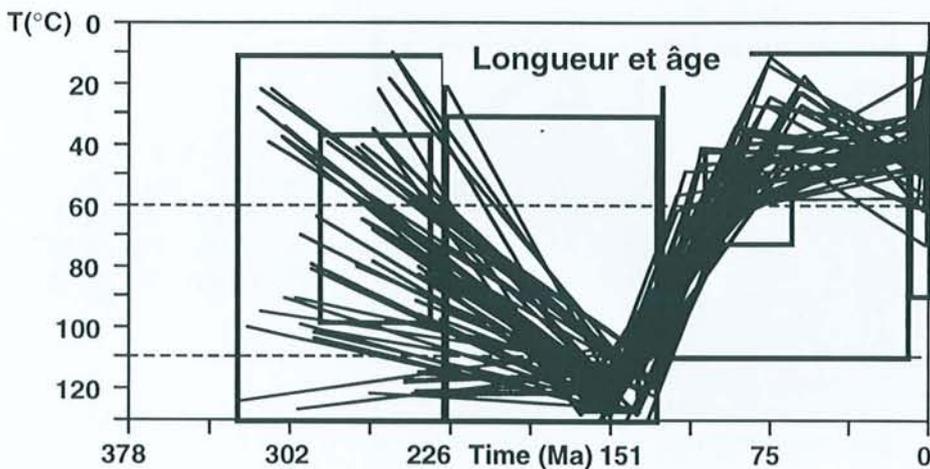
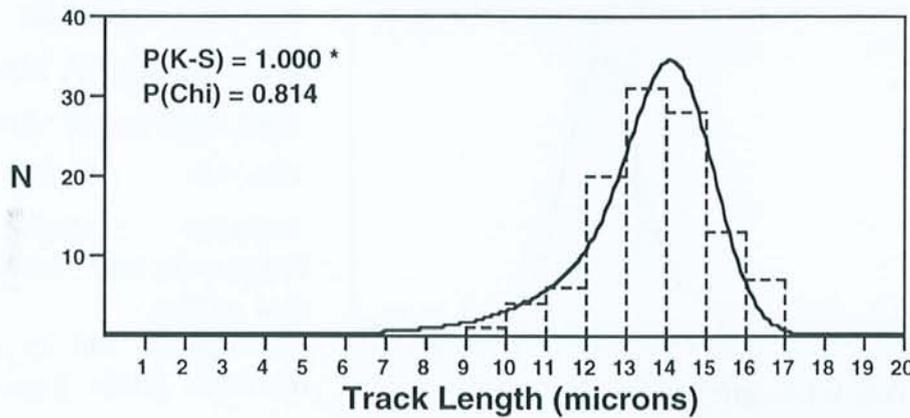
Pred. S.D. : 1.662

Oldest track (Ma) : 149 144

p/po : 0.5007

Corr. Age - G: 131 C: 159

Ro : 0.764 (0.877 0.669)

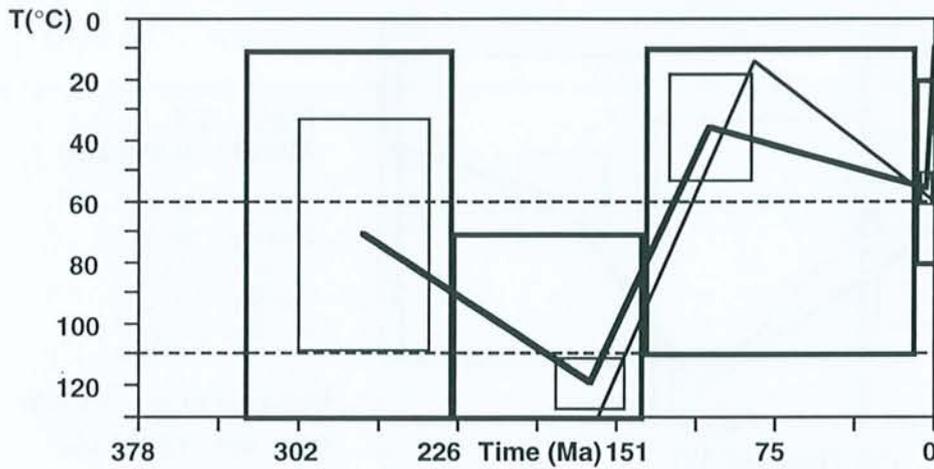


0.0 10 ± 3 °C  
 4 ± 3 Ma 38 ± 7 °C  
 88 ± 21 Ma 57 ± 15 °C  
 153 ± 13 Ma 119 ± 8 °C  
 264 ± 26 Ma 68 ± 31 °C

Le Pendu (1410m)

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.679177

0.00 Ma 9 °C  
0.65 Ma 60 °C  
86 Ma 14 °C  
161 Ma 130 °C  
239 Ma 51 °C

Minimum time : 4.8 Ma

Obs. Age : 129.10 Ma \*

Pred. Age : 128.88 Ma

Obs. Mean length : 13.248

Pred. Mean length: 13.447

Obs. S.D. : 1.526

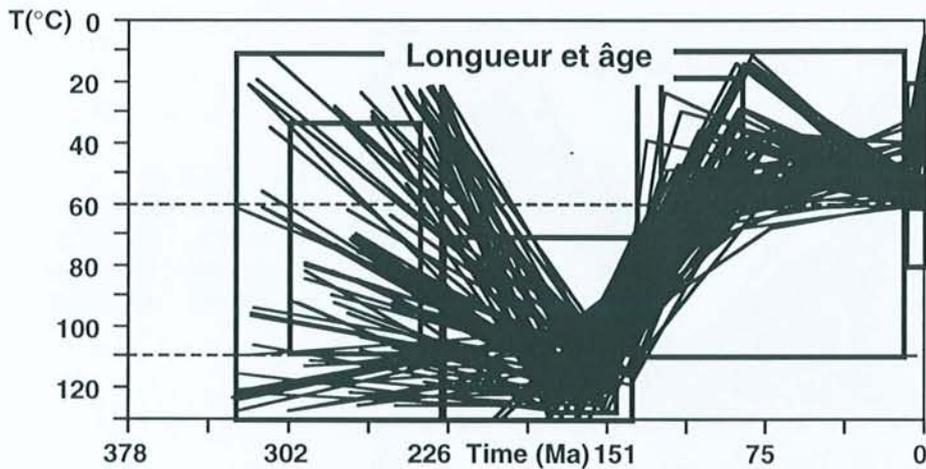
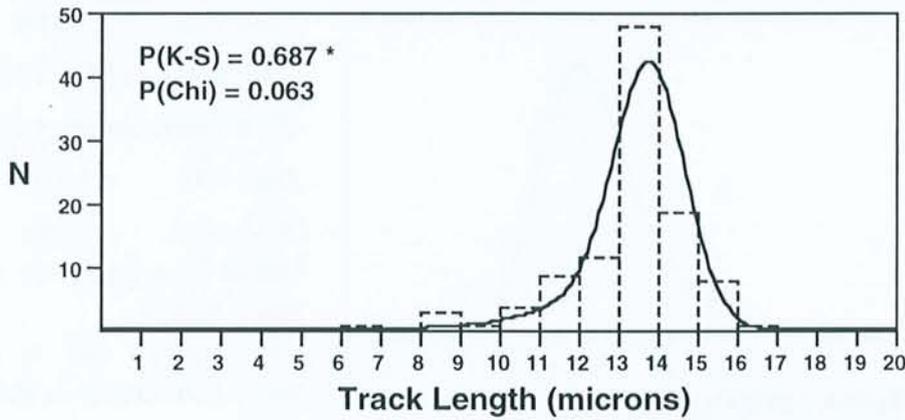
Pred. S.D. : 1.305

Oldest track (Ma) : 153 148

p/po : 0.5381

Corr. Age - G: 146 C: 180

Ro : 0.864 (0.959 0.801)



0.0 10± 3 °C

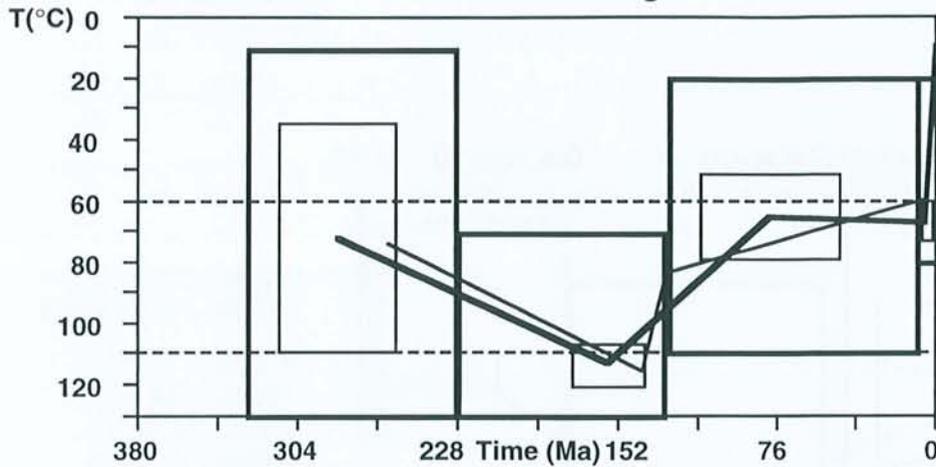
5± 3 Ma 56± 6 °C

107± 20 Ma 36± 18 °C

165± 17 Ma 119± 8 °C

272± 31 Ma 71± 38 °C

Croix Millet Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.930777

0.00 Ma 10 °C  
4.96 Ma 59 °C  
130 Ma 84 °C  
142 Ma 116 °C  
261 Ma 74 °C

Minimum time : 5.2 Ma

Obs. Age : 113.50 Ma \*

Pred. Age : 113.73 Ma

Obs. Mean length : 12.230

Pred. Mean length: 12.467

Obs. S.D. : 1.464

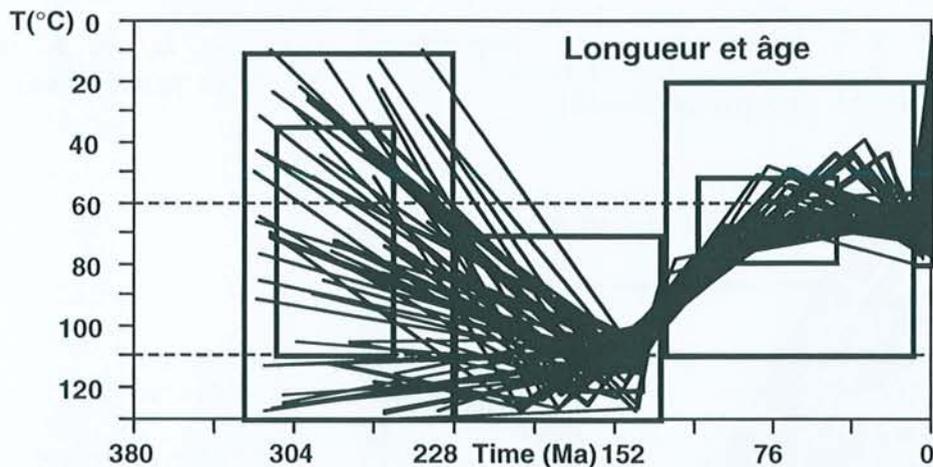
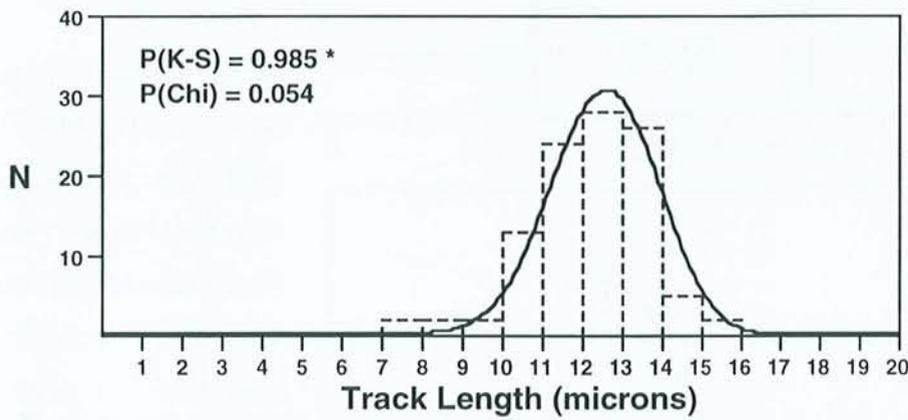
Pred. S.D. : 1.398

Oldest track (Ma) : 146 141

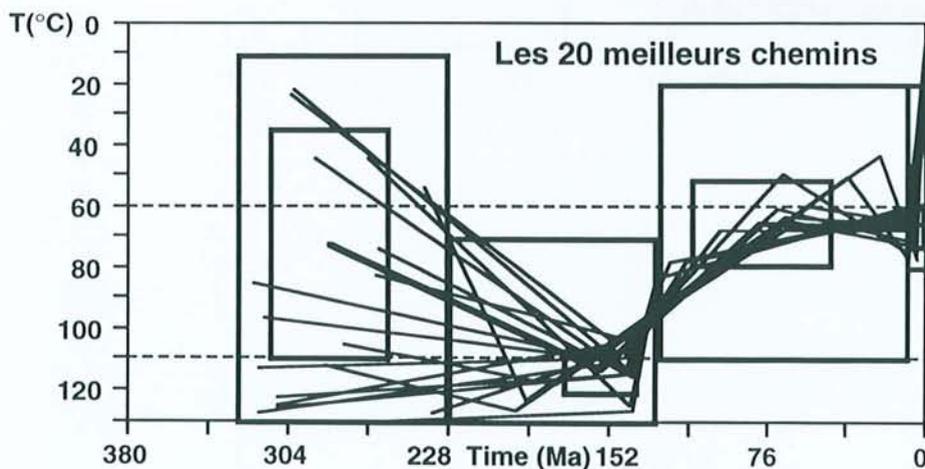
p/po : 0.4349

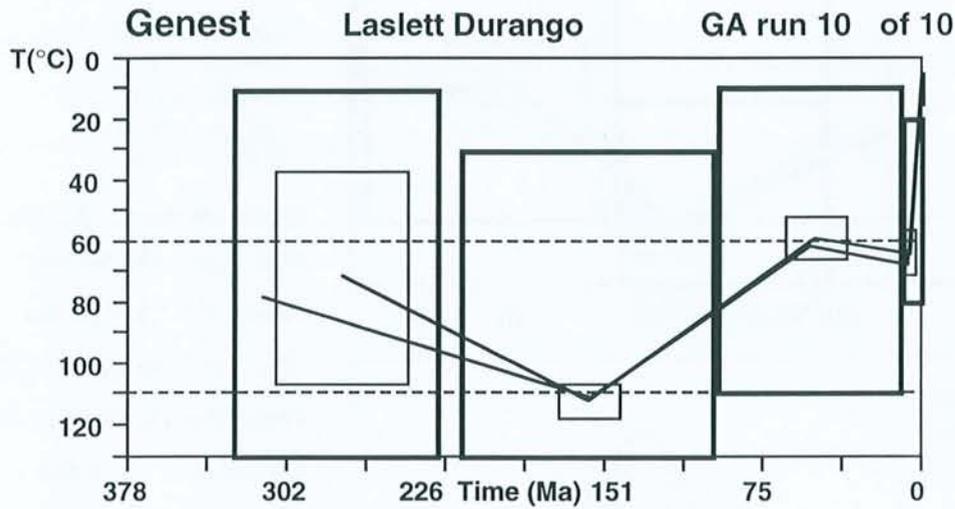
Corr. Age - G: 139 C: 172

Ro : 0.748 (0.864 0.650)



0.0 10 ± 3 °C  
5 ± 3 Ma 67 ± 7 °C  
80 ± 34 Ma 66 ± 14 °C  
158 ± 17 Ma 114 ± 7 °C  
286 ± 28 Ma 72 ± 37 °C





**Rank : 1**  
**Misfit : 0.871894**

0.00 Ma 6 °C  
7.10 Ma 68 °C  
53 Ma 62 °C  
158 Ma 111 °C  
314 Ma 78 °C

Minimum time : 6.3 Ma

Obs. Age : 108.70 Ma \*

Pred. Age : 108.61 Ma

Obs. Mean length : 12.568

Pred. Mean length: 12.271

Obs. S.D. : 1.698

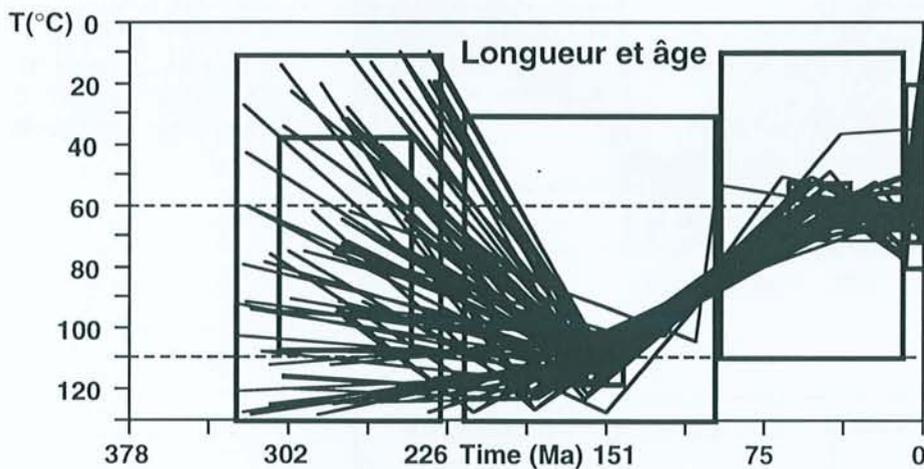
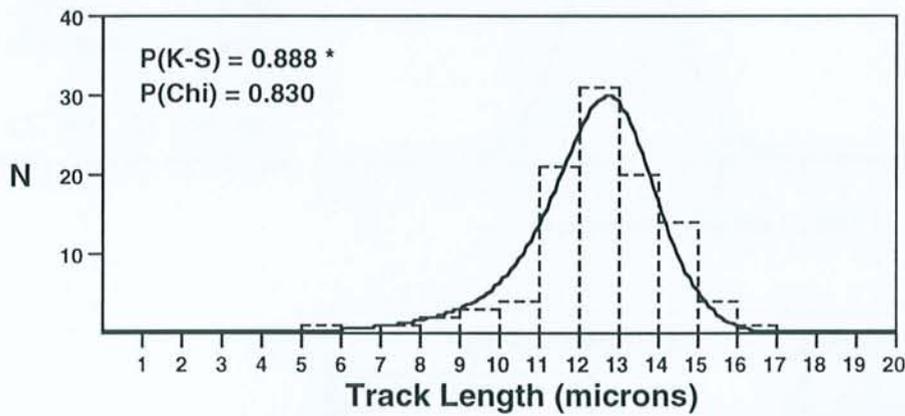
Pred. S.D. : 1.672

Oldest track (Ma) : 157 151

p/po : 0.3455

Corr. Age - G: 130 C: 163

Ro : 0.744 (0.861 0.646)

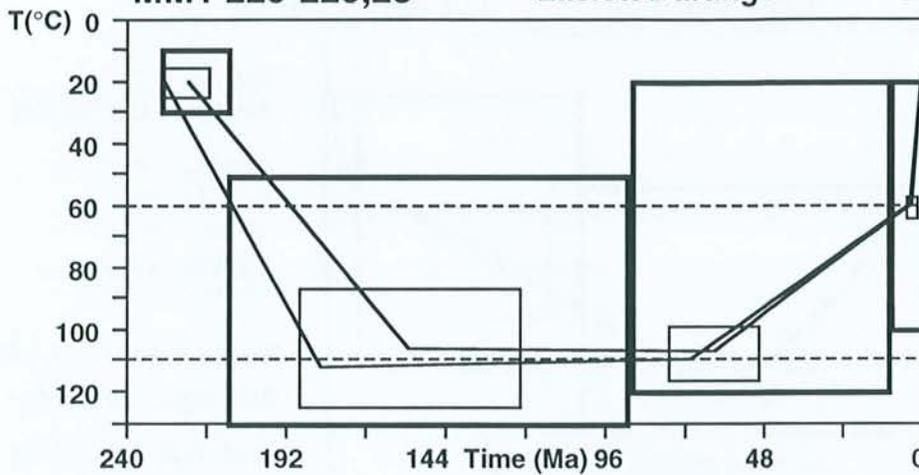


0.0 10 ± 3 °C  
6 ± 3 Ma 64 ± 8 °C  
51 ± 15 Ma 59 ± 7 °C  
159 ± 15 Ma 112 ± 6 °C  
276 ± 32 Ma 72 ± 35 °C

MM1 229-229,25

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.989011

0.00 Ma 13 °C  
3.23 Ma 60 °C  
71 Ma 110 °C  
182 Ma 112 °C  
230 Ma 19 °C

Minimum time : 4.6 Ma

Obs. Age : 48.70 Ma \*

Pred. Age : 48.76 Ma

Obs. Mean length : 12.300

Pred. Mean length: 12.150

Obs. S.D. : 1.715

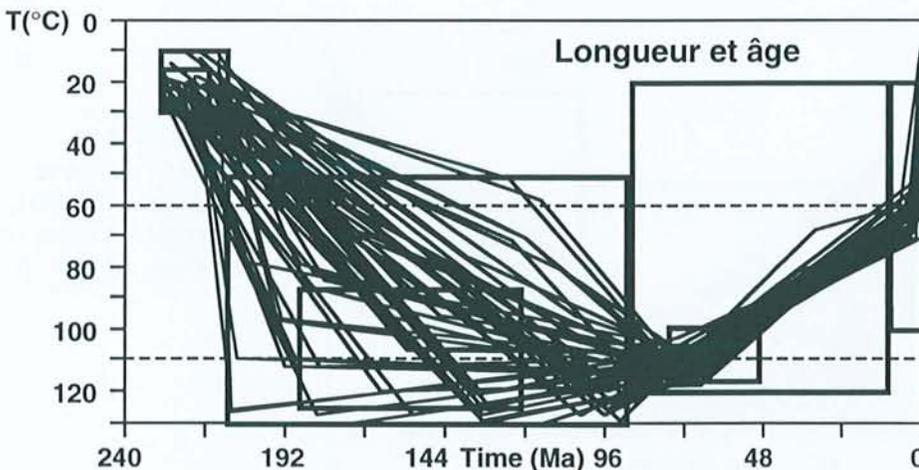
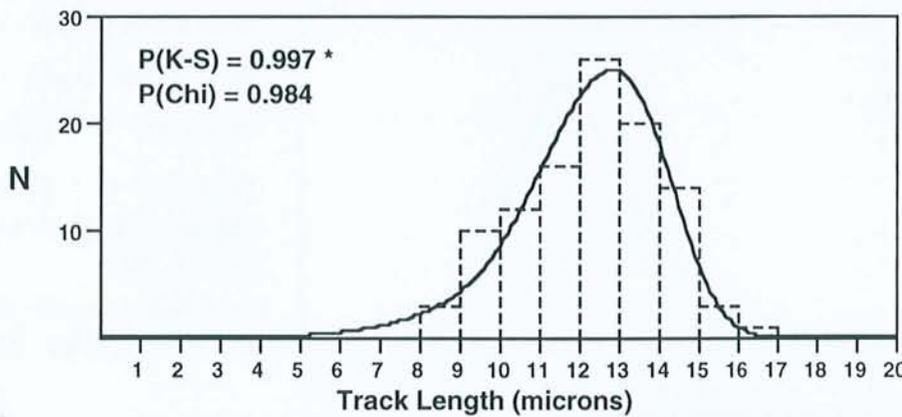
Pred. S.D. : 1.856

Oldest track (Ma) : 74 69

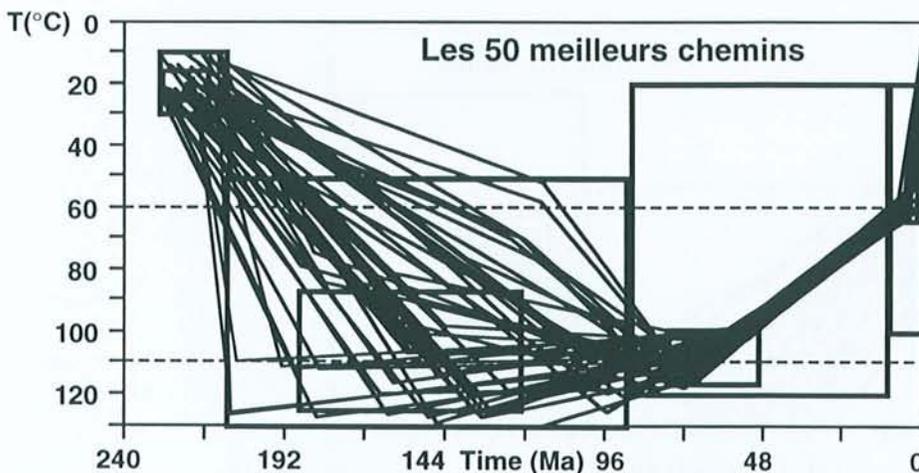
p/po : 0.2120

Corr. Age - G: 59 C: 75

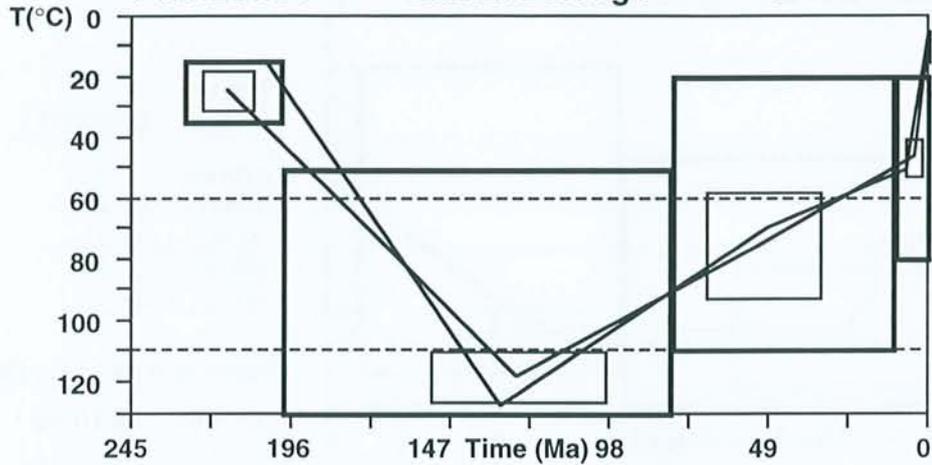
Ro : 0.817 (0.919 0.736)



0.0 11 ± 3 °C  
4 ± 2 Ma 61 ± 4 °C  
63 ± 14 Ma 107 ± 9 °C  
155 ± 34 Ma 106 ± 19 °C  
222 ± 7 Ma 21 ± 5 °C



Planzolles Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.908579

0.00 Ma 6 °C  
6.77 Ma 50 °C  
50 Ma 70 °C  
132 Ma 127 °C  
204 Ma 16 °C

Minimum time : 4.1 Ma

Obs. Age : 80.90 Ma \*

Pred. Age : 81.24 Ma

Obs. Mean length : 12.780

Pred. Mean length: 12.823

Obs. S.D. : 1.870

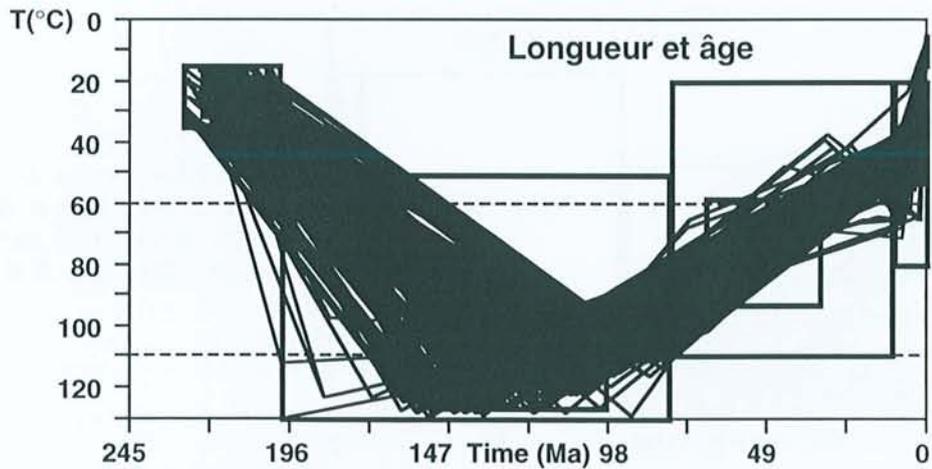
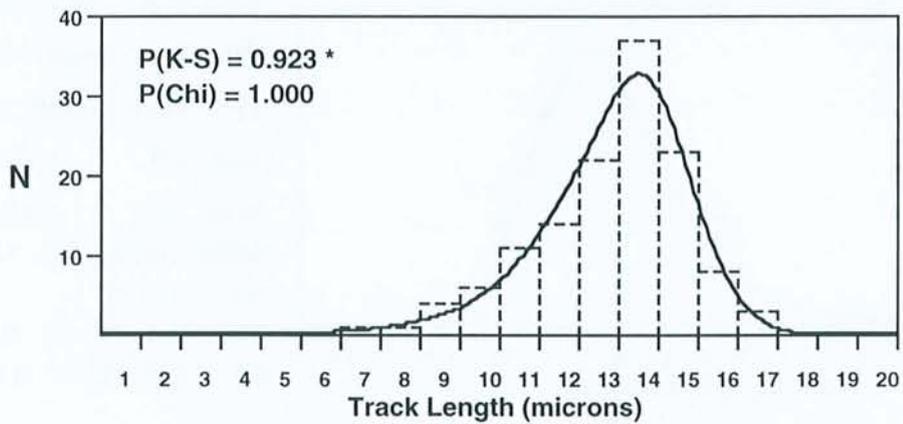
Pred. S.D. : 1.873

Oldest track (Ma) : 110 106

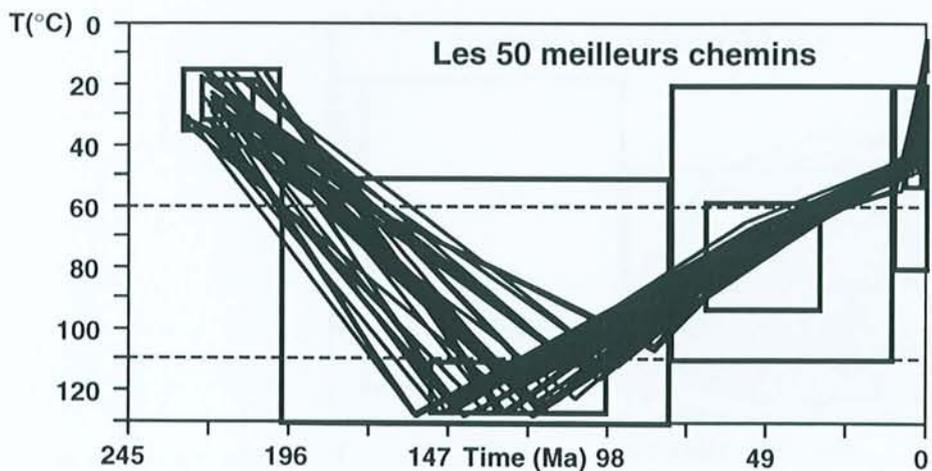
p/po : 0.3985

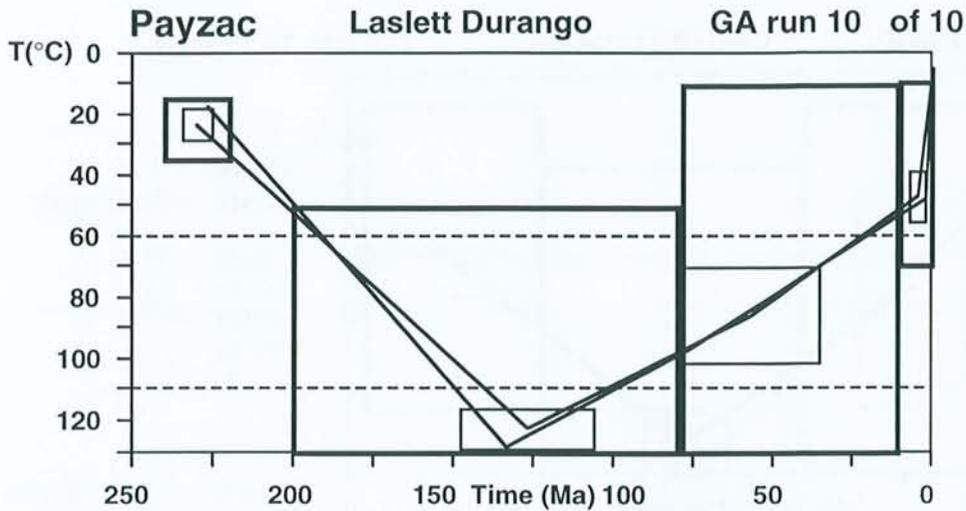
Corr. Age - G: 95 C: 121

Ro : 0.851 (0.948 0.783)

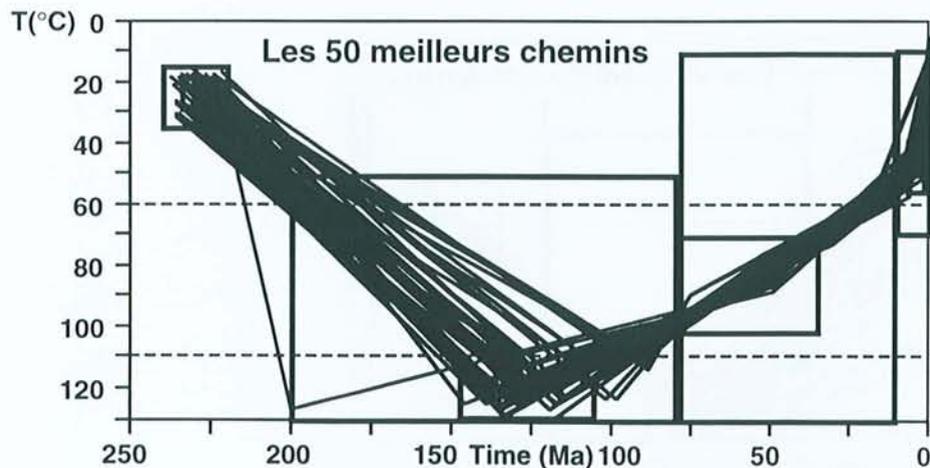
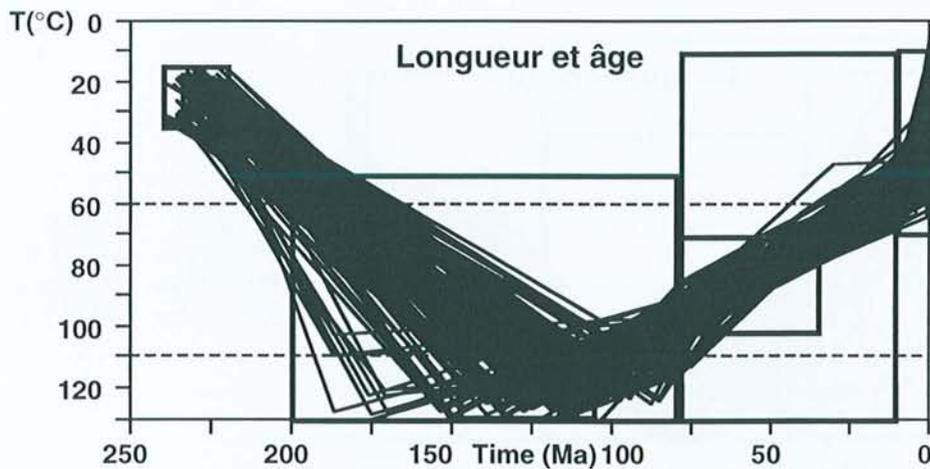
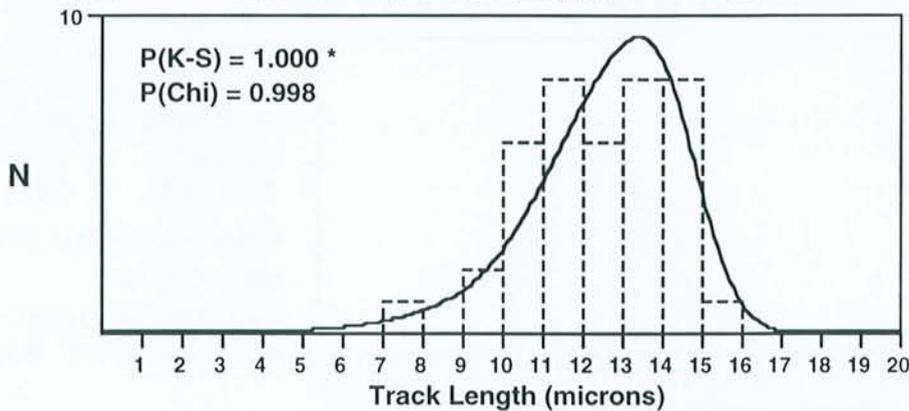


0.0 9 ± 3 °C  
5 ± 3 Ma 47 ± 6 °C  
51 ± 18 Ma 75 ± 18 °C  
127 ± 27 Ma 119 ± 9 °C  
216 ± 8 Ma 25 ± 7 °C

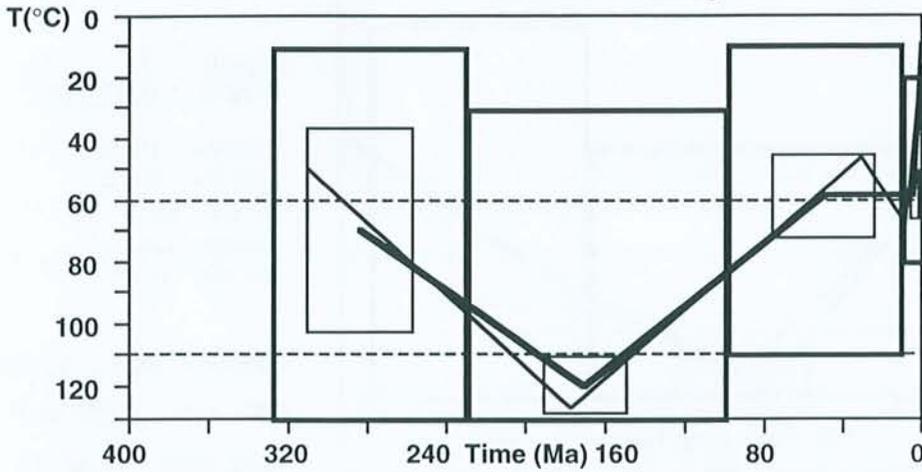




Minimum time : 4.5 Ma  
 Obs. Age : 69.50 Ma \*  
 Pred. Age : 69.58 Ma  
 Obs. Mean length : 12.344  
 Pred. Mean length: 12.529  
 Obs. S.D. : 1.804  
 Pred. S.D. : 1.914  
 Oldest track (Ma) : 100 95  
 p/po : 0.3064  
 Corr. Age - G: 84 C: 107  
 Ro : 0.883 (0.977 0.828)



Pre de la Dame Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.922809

0.00 Ma 14 °C  
9.03 Ma 68 °C  
31 Ma 46 °C  
179 Ma 127 °C  
311 Ma 50 °C

Minimum time : 6.2 Ma

Obs. Age : 108.70 Ma \*

Pred. Age : 108.77 Ma

Obs. Mean length : 12.700

Pred. Mean length: 12.608

Obs. S.D. : 1.555

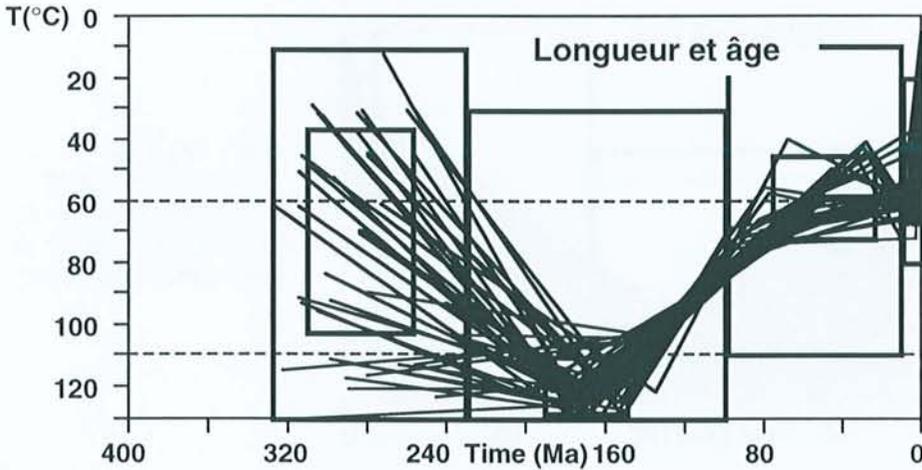
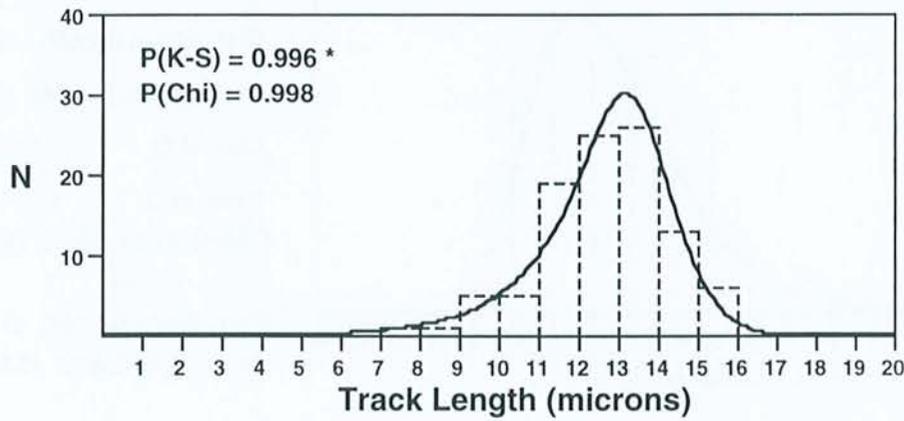
Pred. S.D. : 1.697

Oldest track (Ma) : 149 143

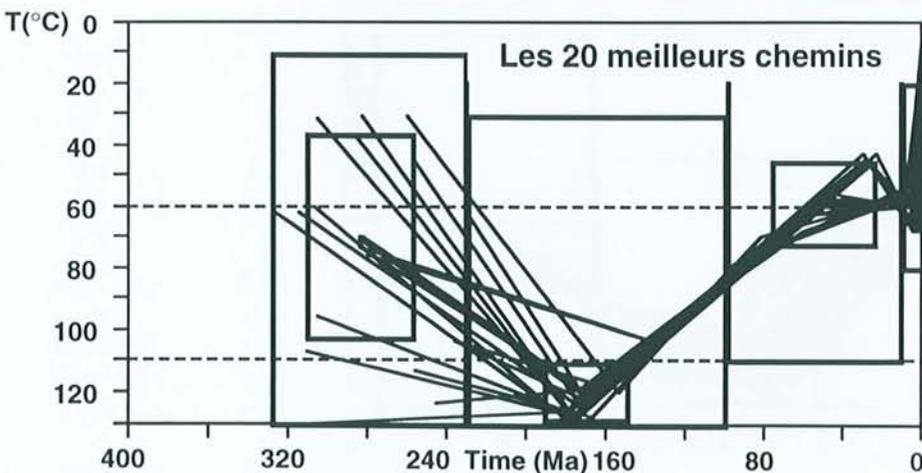
p/po : 0.3495

Corr. Age - G: 128 C: 159

Ro : 0.881 (0.975 0.826)



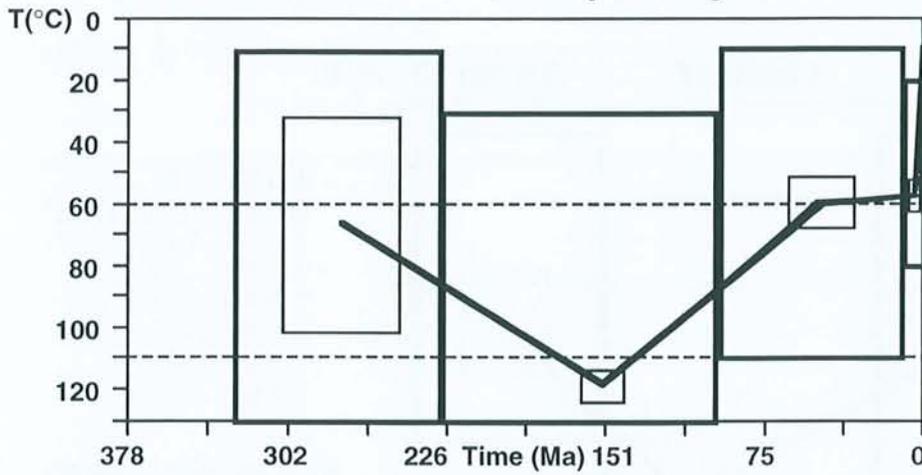
0.0 10 ± 3 °C  
5 ± 3 Ma 58 ± 8 °C  
51 ± 26 Ma 58 ± 14 °C  
171 ± 21 Ma 120 ± 9 °C  
285 ± 27 Ma 70 ± 33 °C



Pre de la Dame

Crowley Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.977692

0.00 Ma	11 °C
1.29 Ma	58 °C
51 Ma	60 °C
153 Ma	119 °C
278 Ma	66 °C

Minimum time : 5.6 Ma

Obs. Age : 108.70 Ma \*

Pred. Age : 108.74 Ma

Obs. Mean length : 12.700

Pred. Mean length: 12.584

Obs. S.D. : 1.555

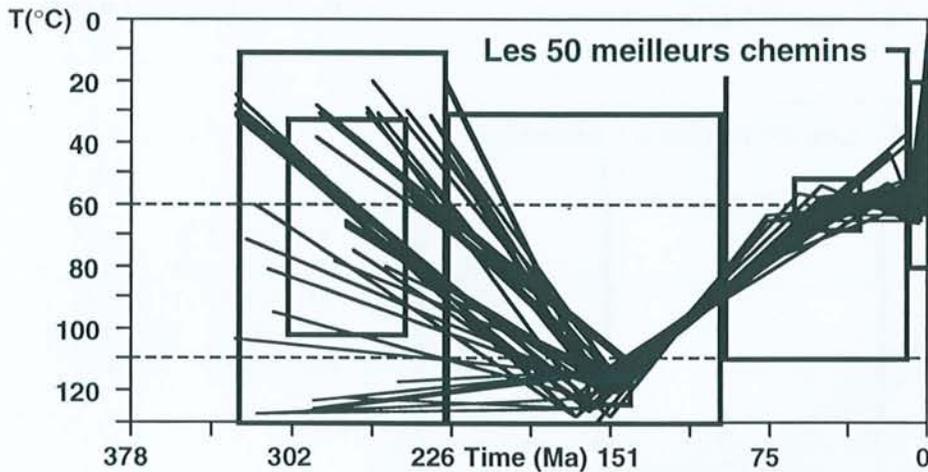
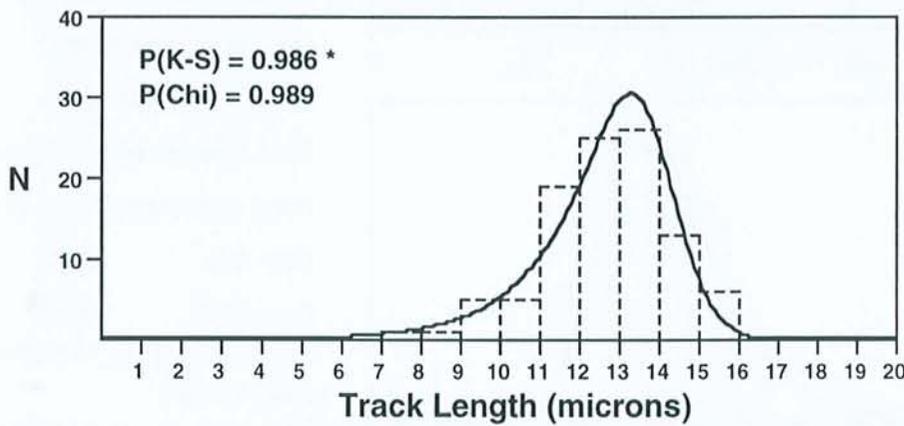
Pred. S.D. : 1.682

Oldest track (Ma) : 150 145

p/po : 0.3910

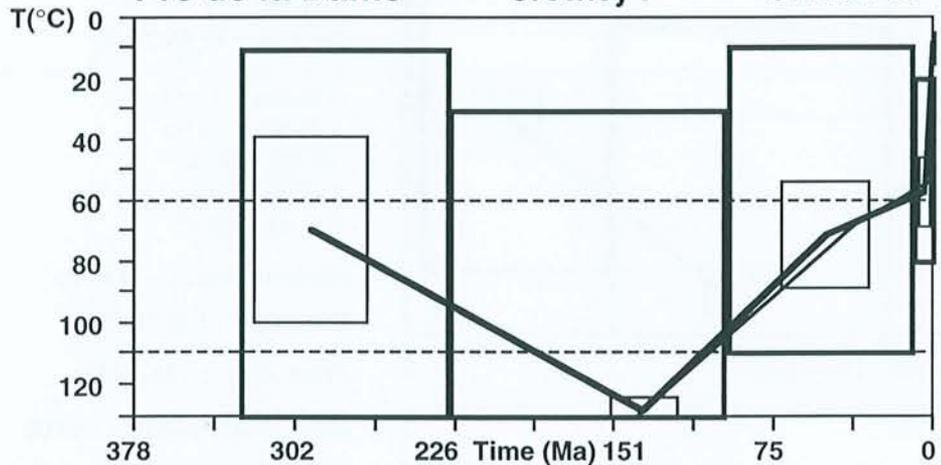
Corr. Age - G: 128 C: 159

Ro : 0.801 (0.906 0.714)



0.0	10 ± 3 °C
5 ± 3 Ma	57 ± 5 °C
49 ± 16 Ma	60 ± 8 °C
153 ± 10 Ma	119 ± 5 °C
278 ± 28 Ma	67 ± 35 °C

Pre de la Dame      Crowley F      GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.973736

0.00 Ma	6 °C
2.26 Ma	54 °C
37 Ma	68 °C
141 Ma	130 °C
310 Ma	54 °C

Minimum time : 6.2 Ma

Obs. Age : 108.70 Ma \*

Pred. Age : 108.82 Ma

Obs. Mean length : 12.700

Pred. Mean length: 12.477

Obs. S.D. : 1.555

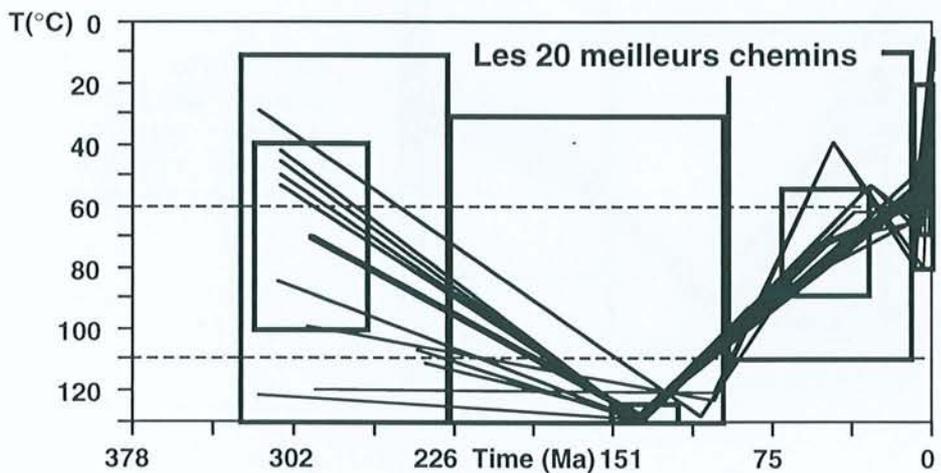
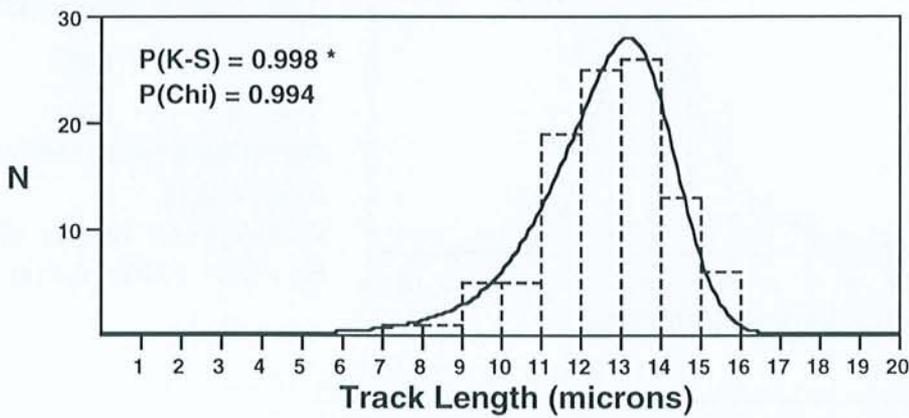
Pred. S.D. : 1.709

Oldest track (Ma) : 155 149

p/po : 0.3514

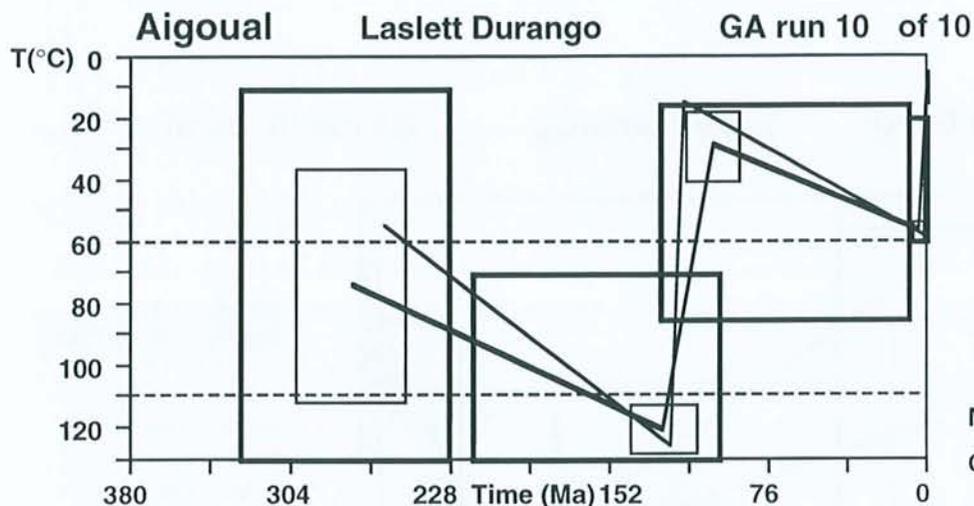
Corr. Age - G: 128 C: 159

Ro : 0.925 (1.016 0.881)



Les 20 meilleurs chemins

0.0	9 ± 3 °C
4 ± 3 Ma	58 ± 11 °C
51 ± 21 Ma	71 ± 18 °C
138 ± 16 Ma	128 ± 4 °C
295 ± 27 Ma	70 ± 30 °C



Rank : 1  
Misfit : 0.838128

0.00 Ma 7 °C  
1.61 Ma 59 °C  
117 Ma 15 °C  
123 Ma 126 °C  
260 Ma 55 °C

Minimum time : 5.2 Ma

Obs. Age : 109.50 Ma \*

Pred. Age : 109.52 Ma

Obs. Mean length : 13.756

Pred. Mean length: 13.736

Obs. S.D. : 1.126

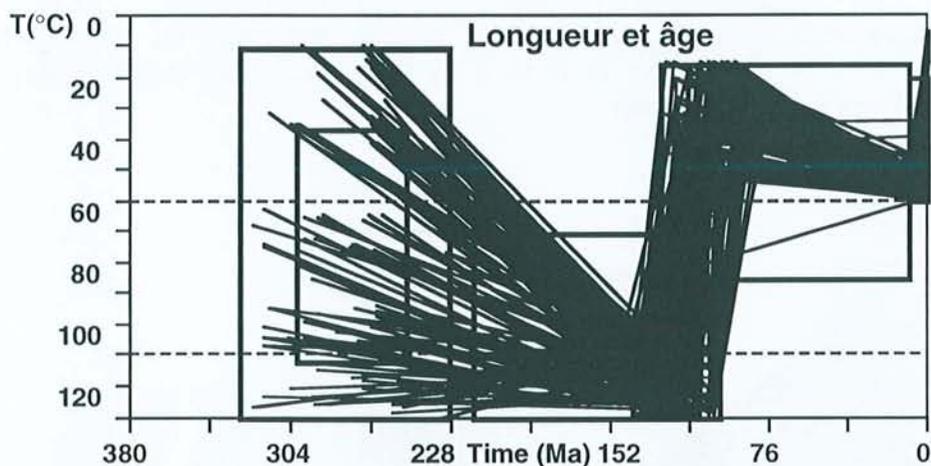
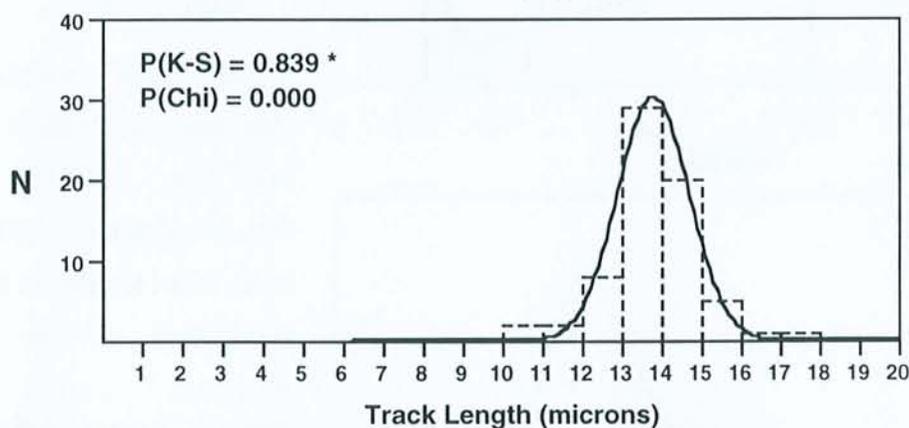
Pred. S.D. : 0.943

Oldest track (Ma) : 125 120

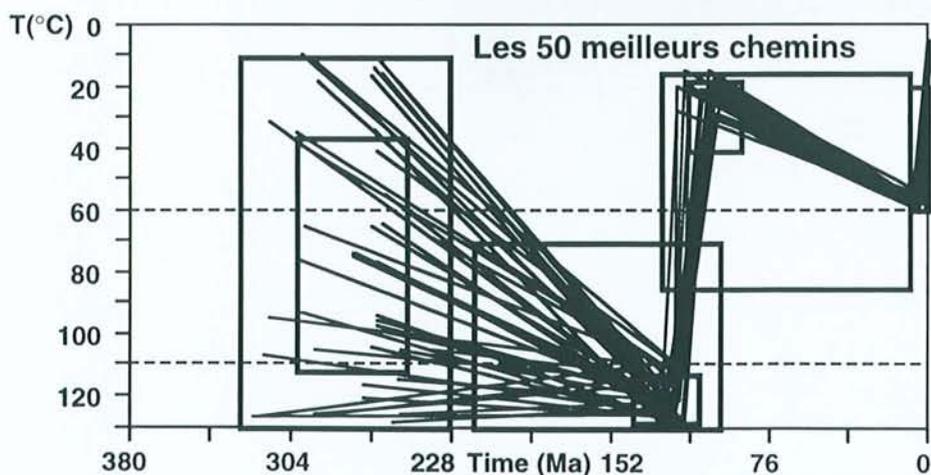
p/po : 0.4214

Corr. Age - G: 119 C: 141

Ro : 0.832 (0.932 0.756)



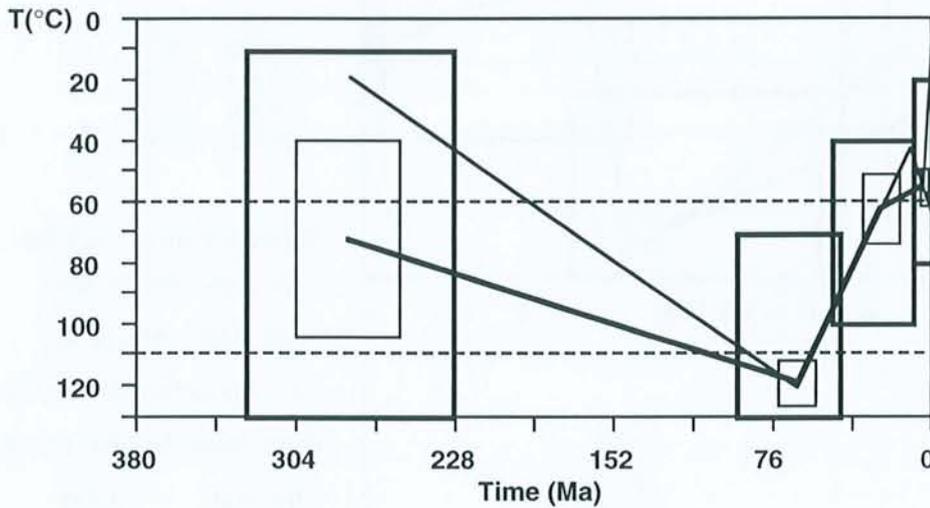
0.0 10 ± 3 °C  
5 ± 3 Ma 57 ± 3 °C  
104 ± 13 Ma 29 ± 12 °C  
127 ± 16 Ma 121 ± 8 °C  
276 ± 26 Ma 74 ± 38 °C



St Jean du Gard

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.477346

0.00 Ma 9 °C  
0.65 Ma 64 °C  
11 Ma 43 °C  
65 Ma 120 °C  
279 Ma 19 °C

Minimum time : 5.6 Ma

Obs. Age : 45.20 Ma \*

Pred. Age : 45.25 Ma

Obs. Mean length : 12.914

Pred. Mean length: 12.856

Obs. S.D. : 1.599

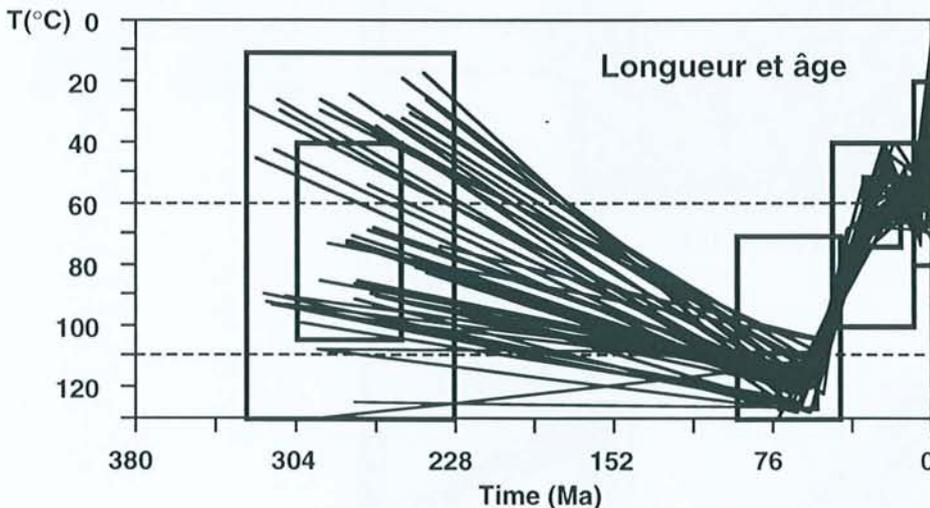
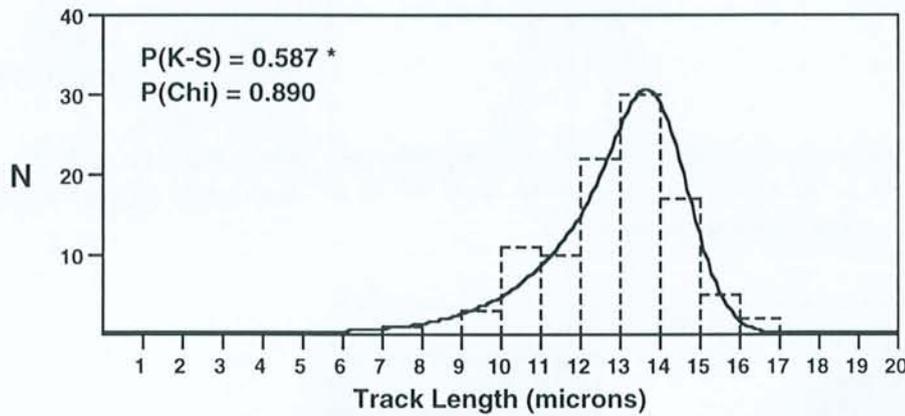
Pred. S.D. : 1.752

Oldest track (Ma) : 61 56

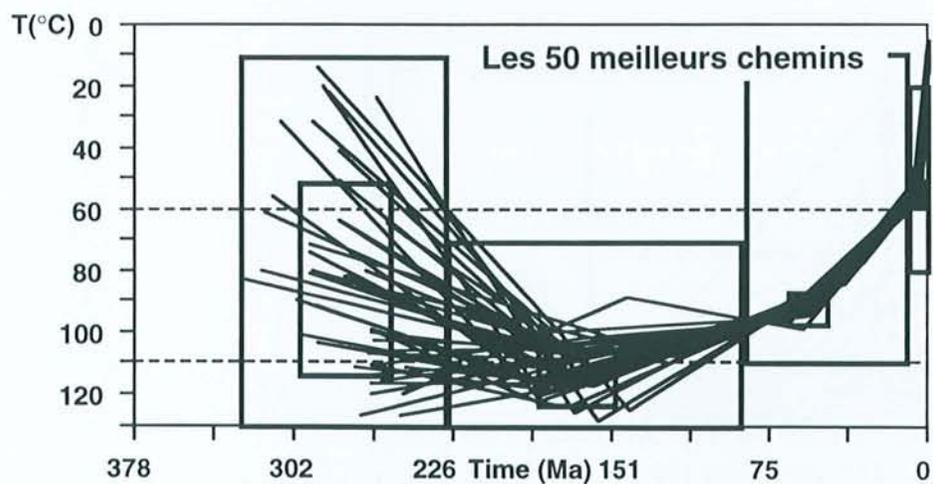
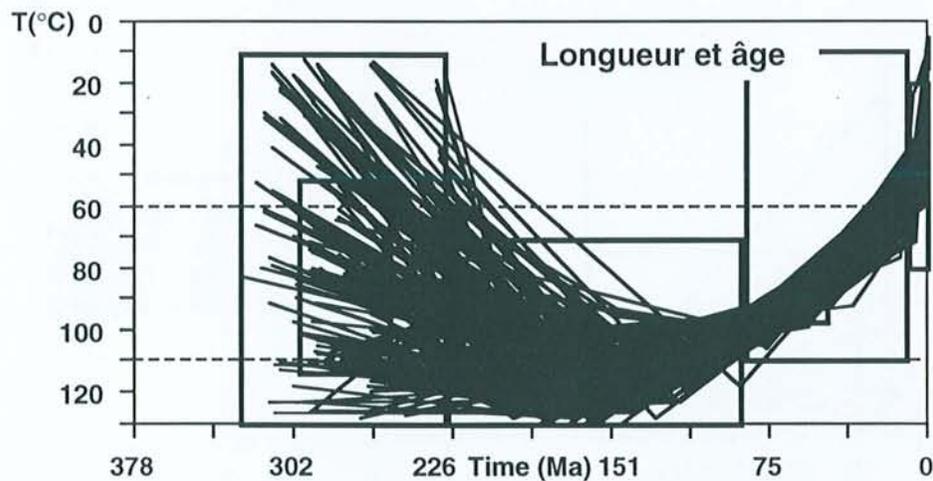
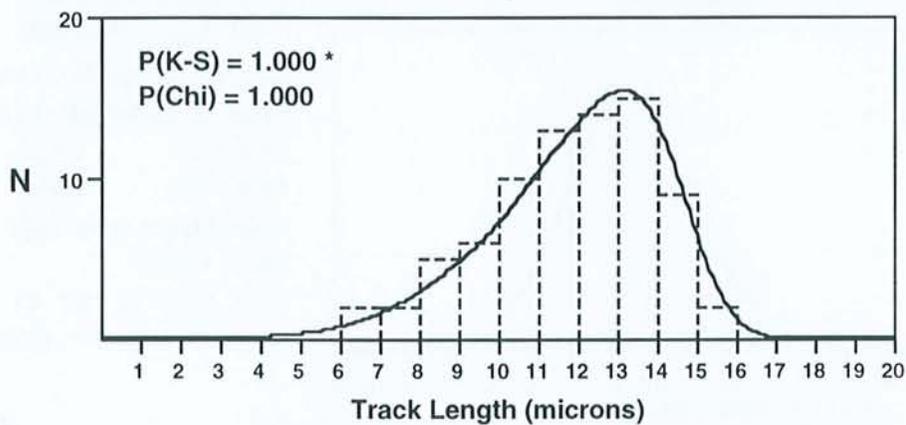
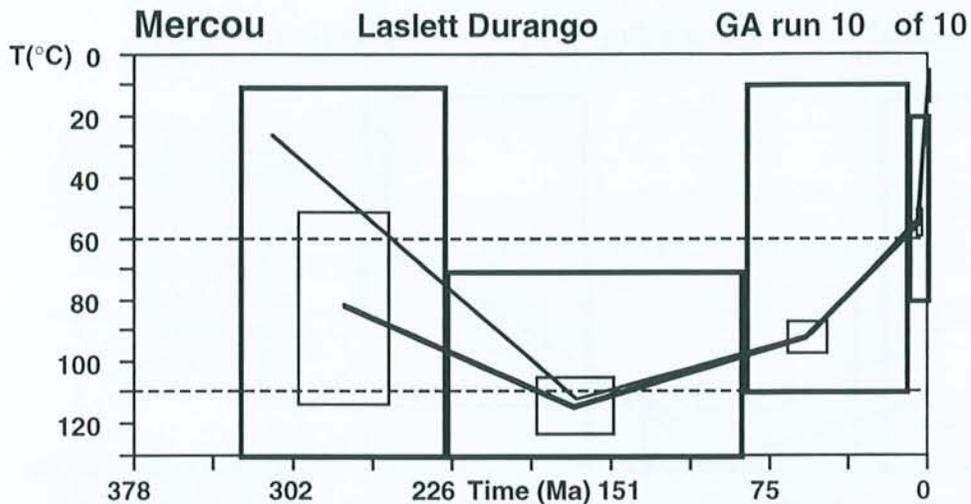
p/po : 0.1623

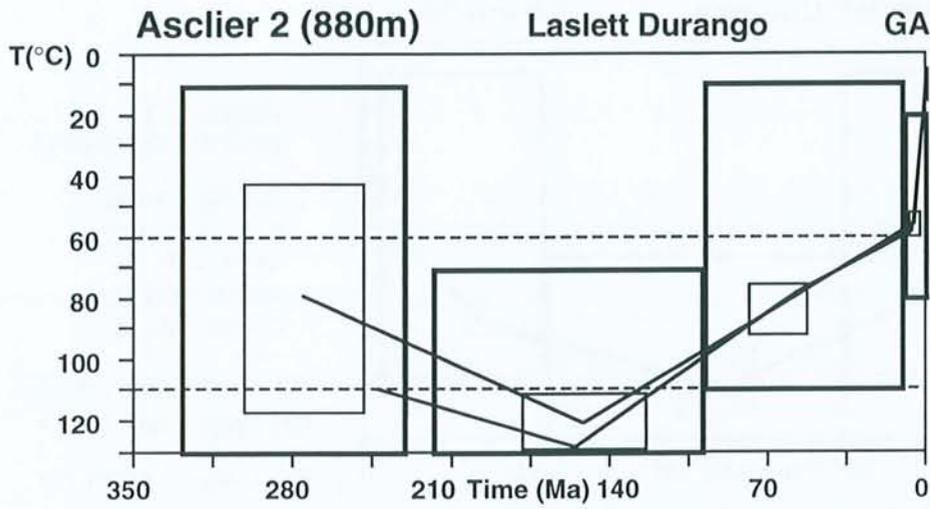
Corr. Age - G: 52 C: 65

Ro : 0.788 (0.895 0.697)



0.0 10 ± 2 °C  
4 ± 2 Ma 55 ± 6 °C  
26 ± 9 Ma 63 ± 11 °C  
65 ± 9 Ma 119 ± 7 °C  
280 ± 25 Ma 72 ± 32 °C





Rank : 1  
Misfit : 0.973048

0.00 Ma 13 °C  
6.45 Ma 58 °C  
58 Ma 79 °C  
156 Ma 129 °C  
243 Ma 109 °C

Minimum time : 4.9 Ma

Obs. Age : 81.60 Ma \*

Pred. Age : 81.69 Ma

Obs. Mean length : 12.440

Pred. Mean length: 12.262

Obs. S.D. : 1.610

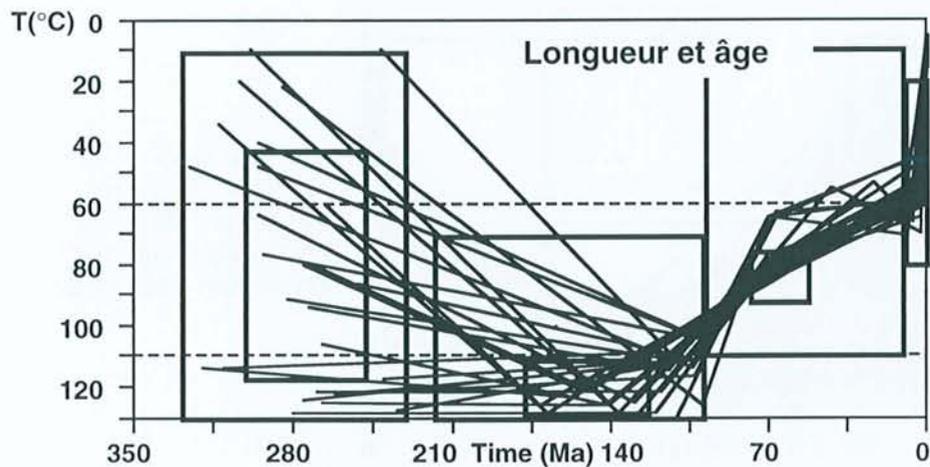
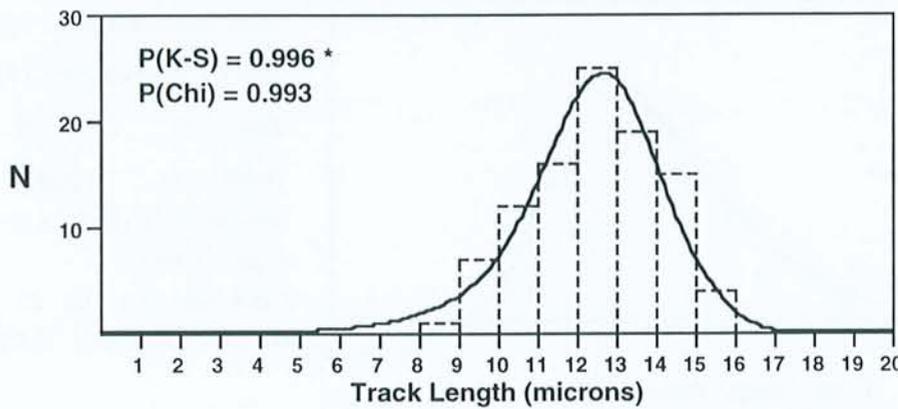
Pred. S.D. : 1.850

Oldest track (Ma) : 122 117

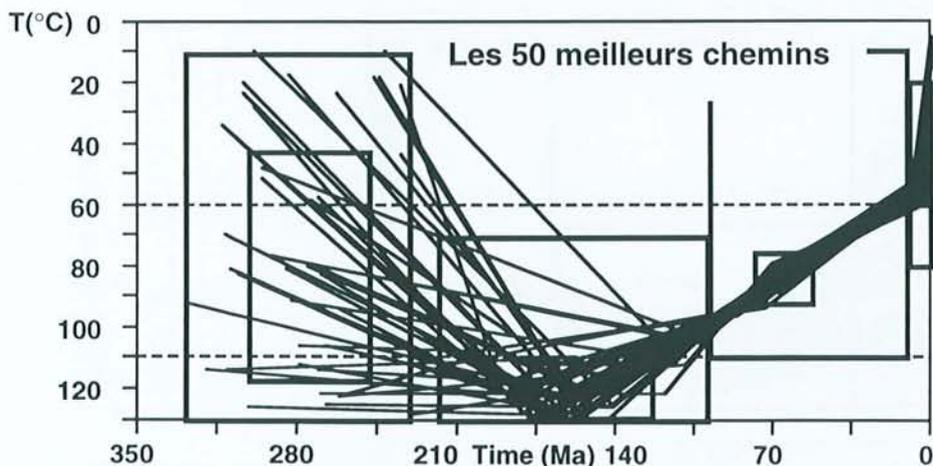
p/po : 0.3357

Corr. Age - G: 98 C: 123

Ro : 0.950 (1.041 0.912)



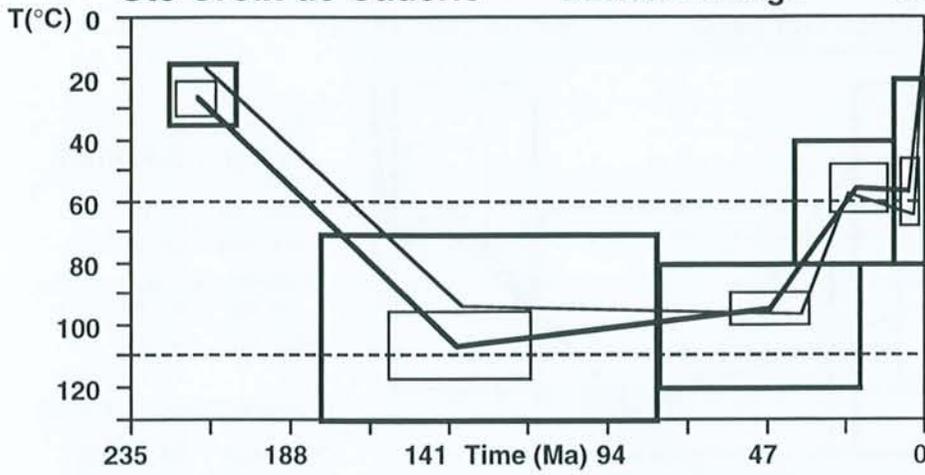
0.0 11 ± 2 °C  
5 ± 3 Ma 56 ± 4 °C  
67 ± 13 Ma 83 ± 8 °C  
153 ± 28 Ma 121 ± 9 °C  
276 ± 27 Ma 80 ± 38 °C



Ste Croix de Caderle

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
 Misfit : 0.758681

0.00 Ma	8 °C
3.23 Ma	65 °C
23 Ma	58 °C
37 Ma	97 °C
137 Ma	94 °C
213 Ma	17 °C

Minimum time : 4.3 Ma

Obs. Age : 62.00 Ma \*

Pred. Age : 61.78 Ma

Obs. Mean length : 12.124

Pred. Mean length: 11.608

Obs. S.D. : 2.142

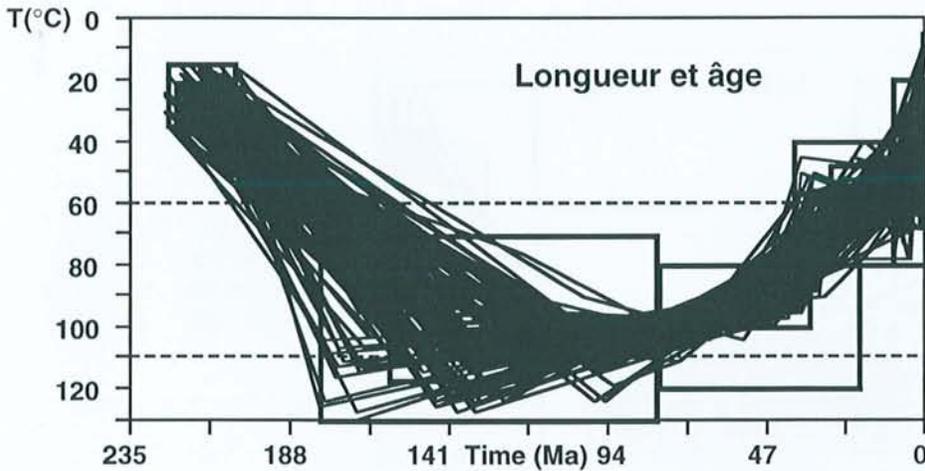
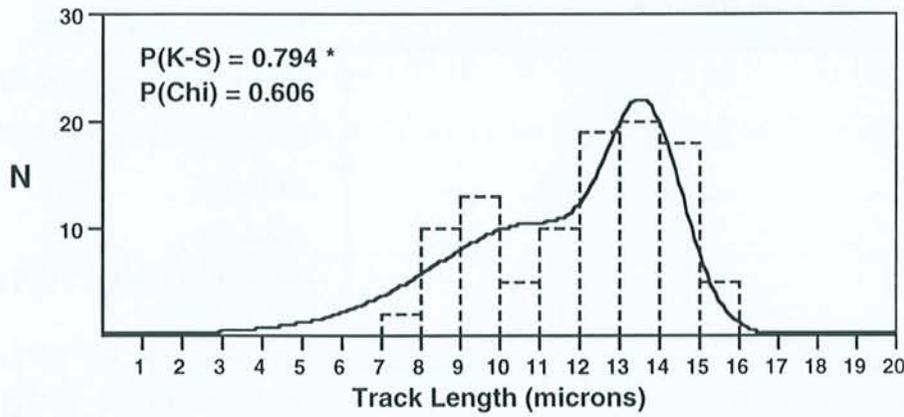
Pred. S.D. : 2.588

Oldest track (Ma) : 213 213

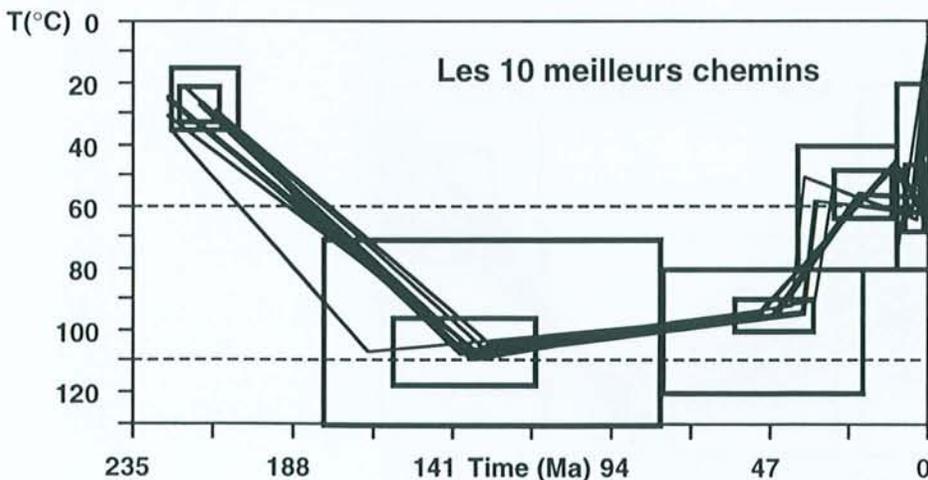
p/po : 0.2895

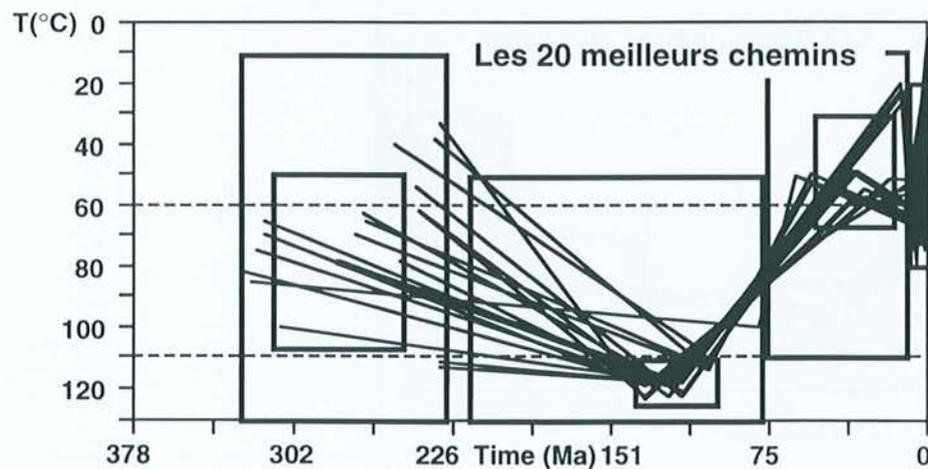
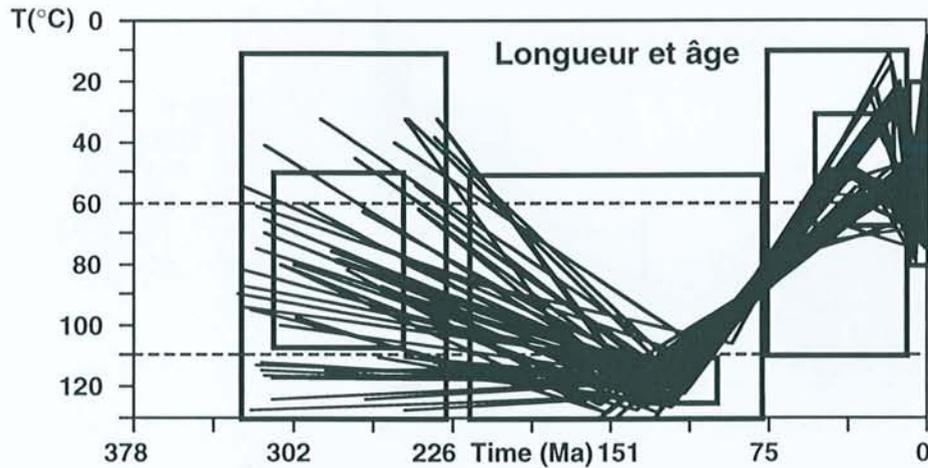
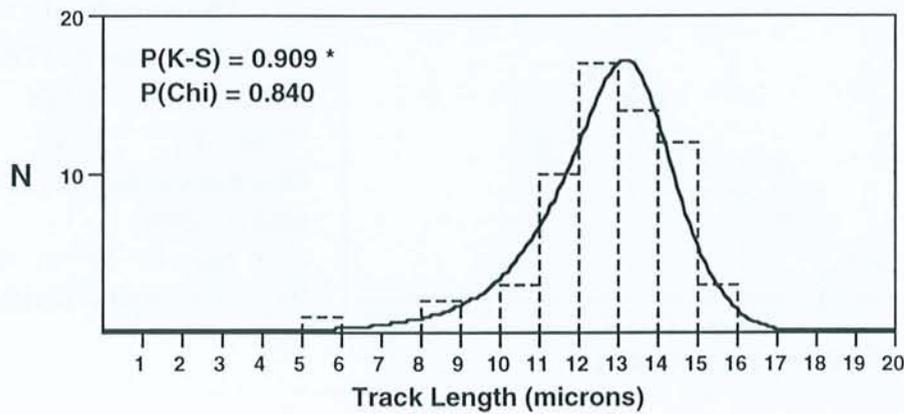
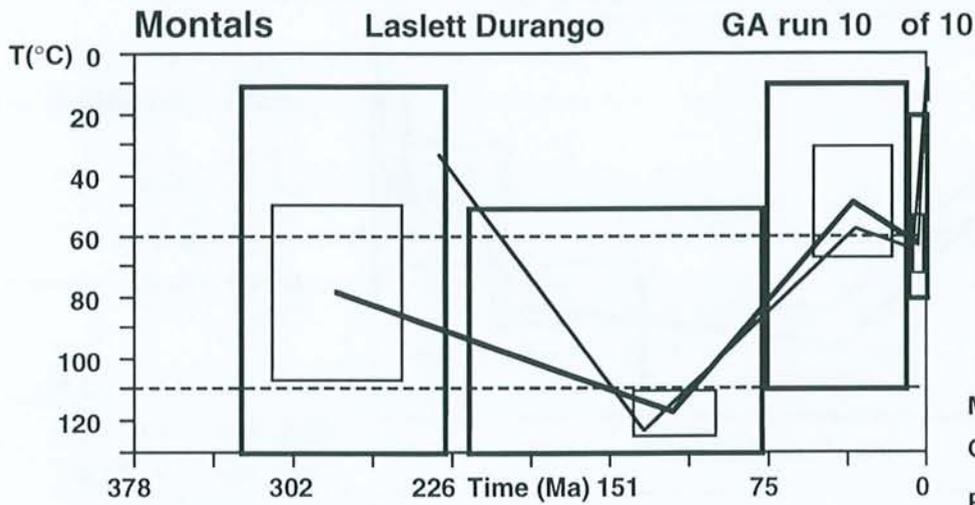
Corr. Age - G: 77 C: 101

Ro : 0.670 (0.823 0.532)

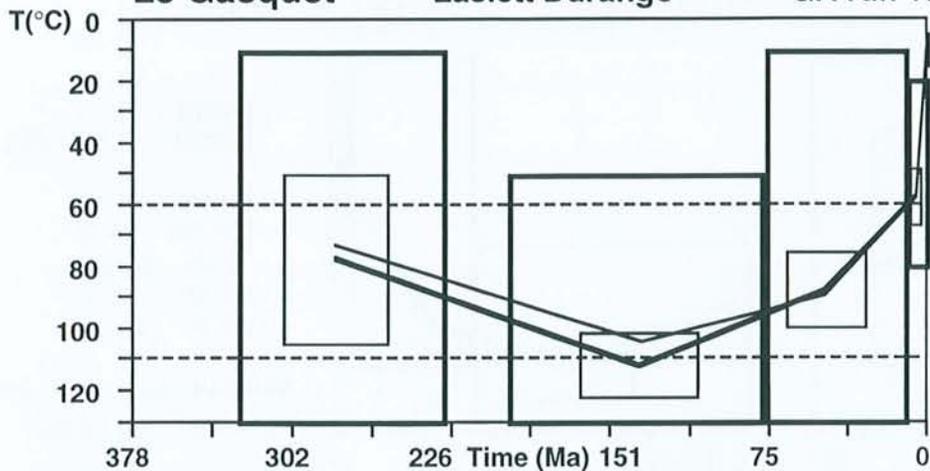


0.0	10 ± 3 °C
5 ± 3 Ma	57 ± 11 °C
21 ± 9 Ma	56 ± 8 °C
47 ± 12 Ma	95 ± 5 °C
139 ± 22 Ma	107 ± 11 °C
216 ± 6 Ma	26 ± 6 °C





Le Gasquet Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.948086

0.00 Ma	10 °C
5.20 Ma	58 °C
50 Ma	90 °C
137 Ma	104 °C
282 Ma	74 °C

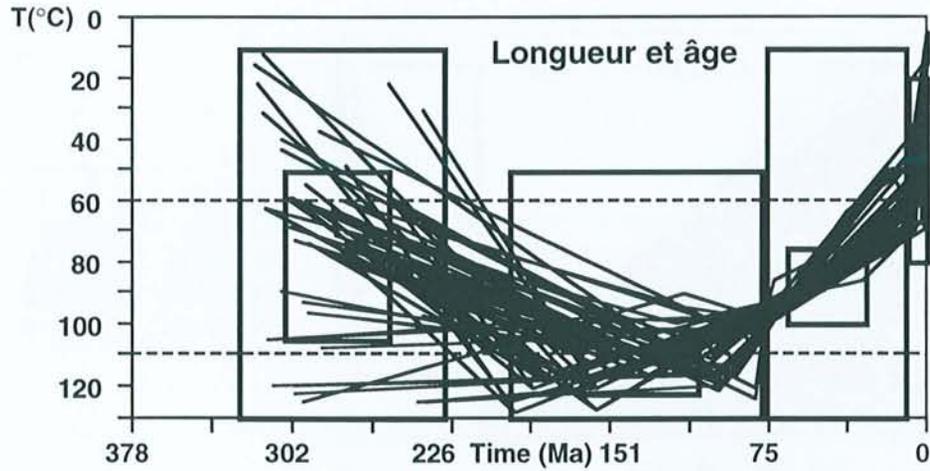
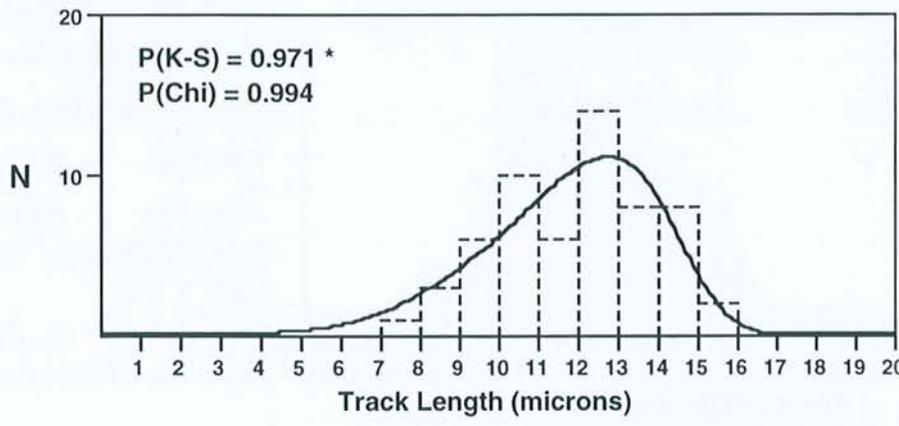
Minimum time : 5.6 Ma  
Obs. Age : 68.30 Ma \*  
Pred. Age : 68.24 Ma

Obs. Mean length : 11.960  
Pred. Mean length: 11.694

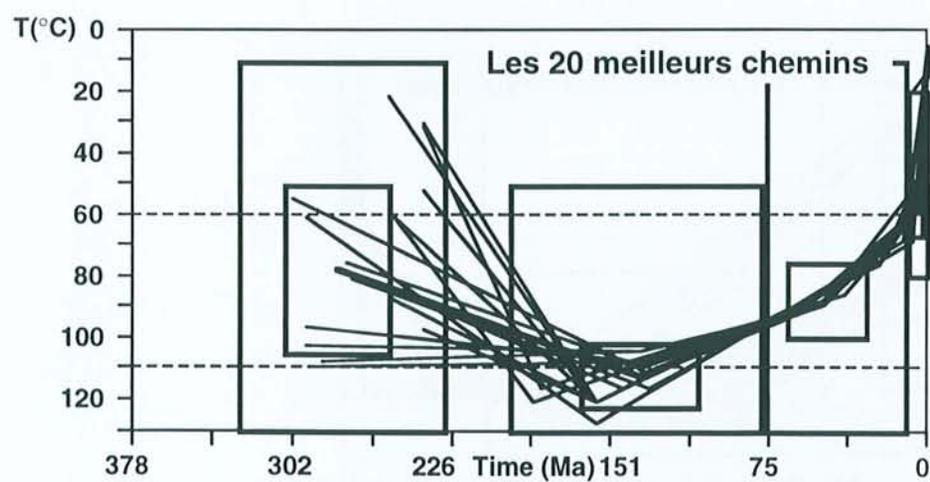
Obs. S.D. : 1.950  
Pred. S.D. : 2.220

Oldest track (Ma) : 130 124  
p/po : 0.2417

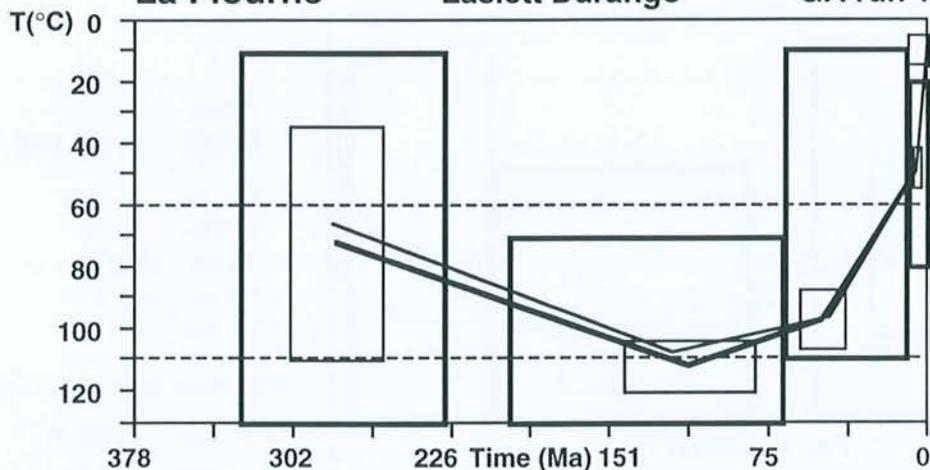
Corr. Age - G: 86 C: 111  
Ro : 0.710 (0.838 0.603)



0.0	10 ± 3 °C
6 ± 3 Ma	58 ± 9 °C
49 ± 19 Ma	88 ± 12 °C
138 ± 28 Ma	112 ± 11 °C
283 ± 25 Ma	77 ± 28 °C



La Fourne Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.931938

0.00 Ma 10 °C  
5.39 Ma 49 °C  
47 Ma 97 °C  
121 Ma 108 °C  
284 Ma 67 °C

Minimum time : 5.7 Ma

Obs. Age : 50.50 Ma \*

Pred. Age : 50.48 Ma

Obs. Mean length : 12.301

Pred. Mean length: 12.438

Obs. S.D. : 2.113

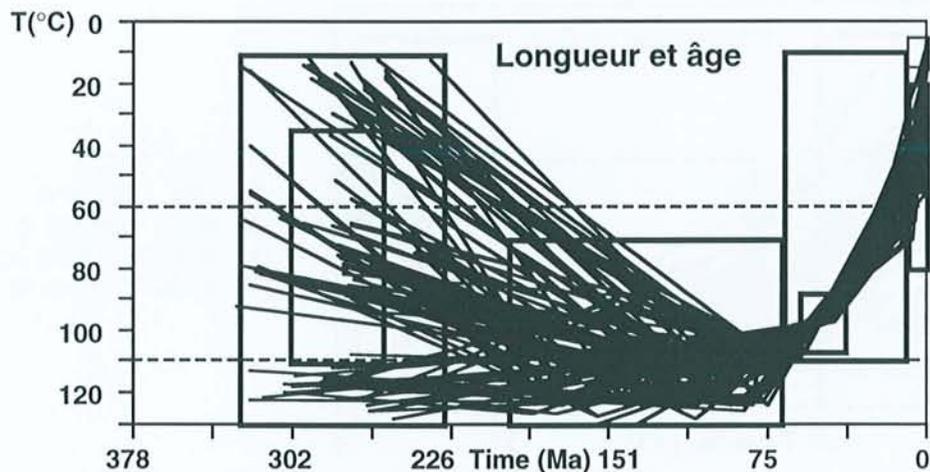
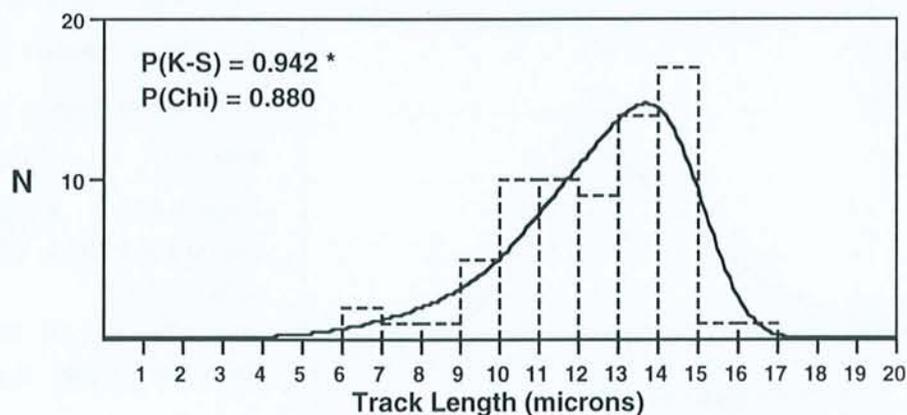
Pred. S.D. : 2.248

Oldest track (Ma) : 97 91

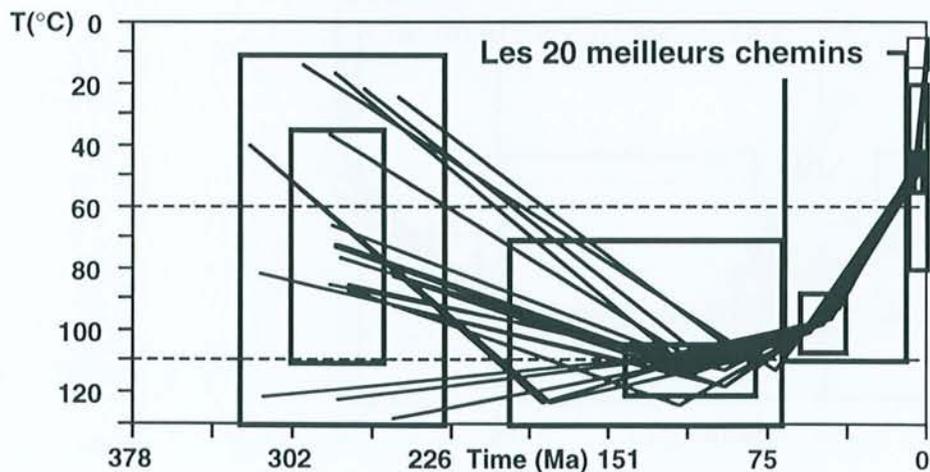
p/po : 0.1776

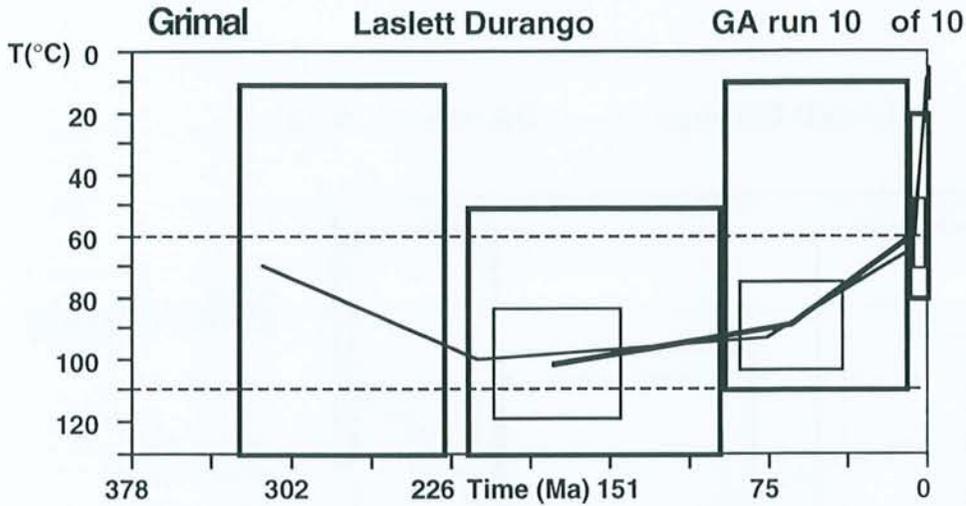
Corr. Age - G: 62 C: 81

Ro : 0.736 (0.855 0.637)



0.0 9± 3 °C  
6± 2 Ma 49± 7 °C  
50± 11 Ma 98± 10 °C  
114± 31 Ma 113± 8 °C  
282± 22 Ma 73± 38 °C





Rank : 1  
Misfit : 0.887258

0.00 Ma 12 °C  
8.39 Ma 65 °C  
78 Ma 93 °C  
215 Ma 100 °C  
317 Ma 70 °C

Minimum time : 6.3 Ma

Obs. Age : 84.60 Ma \*

Pred. Age : 84.61 Ma

Obs. Mean length : 11.633

Pred. Mean length: 11.594

Obs. S.D. : 1.950

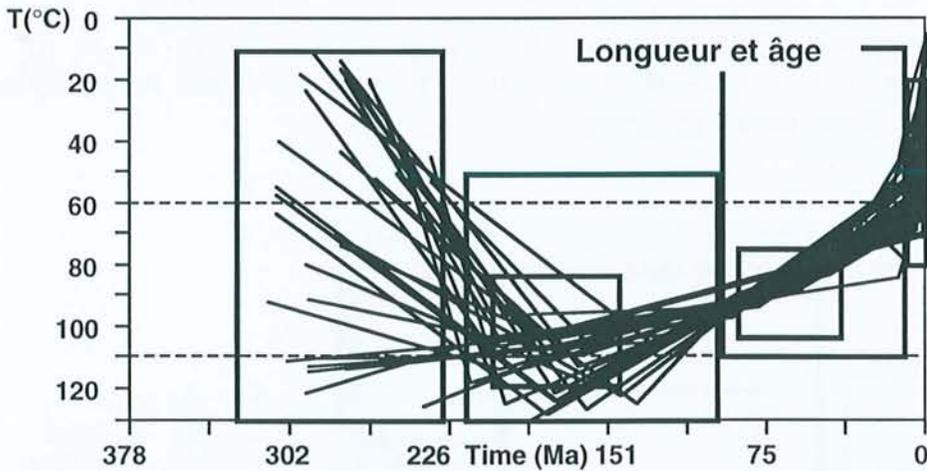
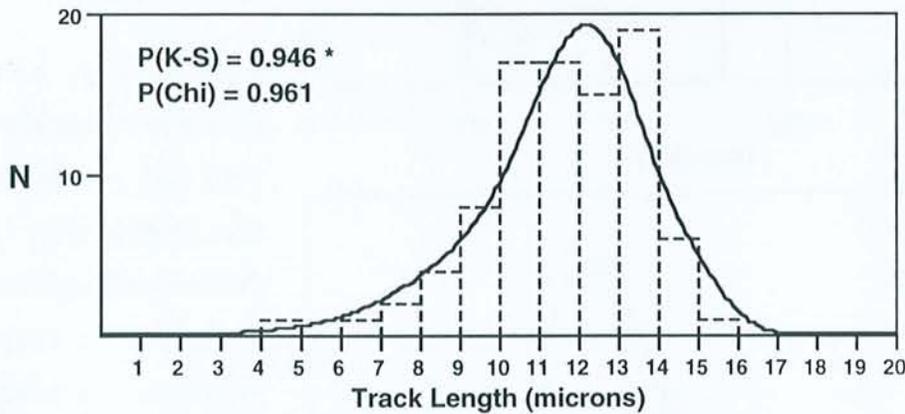
Pred. S.D. : 2.203

Oldest track (Ma) : 178 171

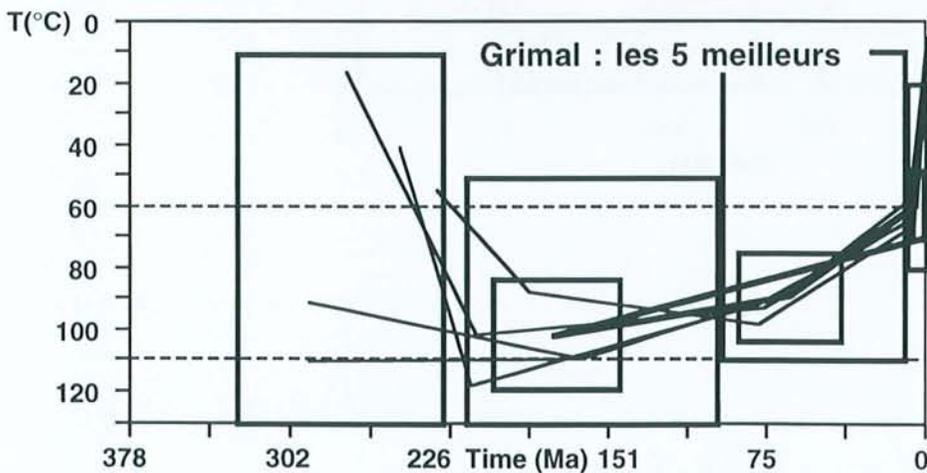
p/po : 0.2666

Corr. Age - G: 109 C: 142

Ro : 0.705 (0.835 0.595)



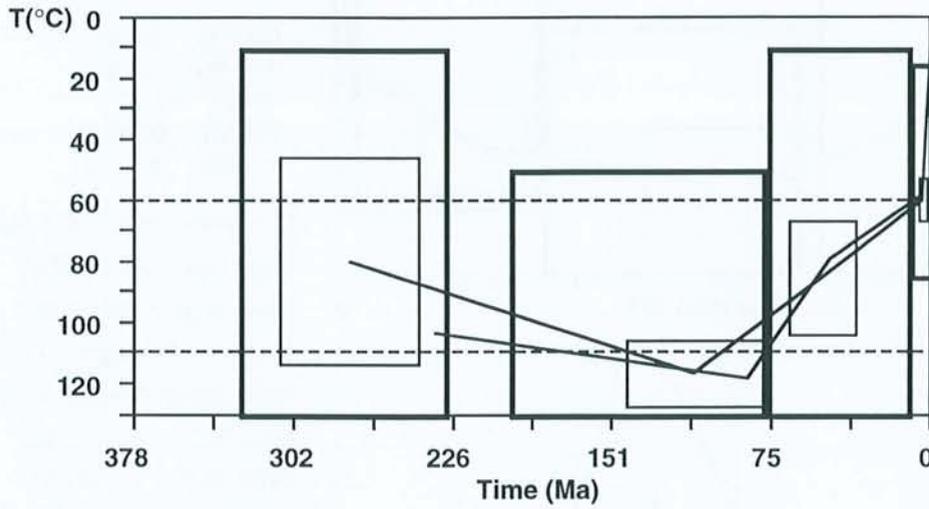
0.0 70± 37 °C  
178± 31 Ma 101± 18 °C  
66± 25 Ma 89± 15 °C  
5± 3 Ma 59± 12 °C  
0± 0 Ma 10± 3 °C



Le Ranc

Laslett Durango

GA run 10 of 10



Rank : 1  
 Misfit : 0.919313

0.00 Ma 12 °C  
 3.87 Ma 59 °C  
 48 Ma 79 °C  
 88 Ma 119 °C  
 236 Ma 104 °C

Minimum time : 4.7 Ma

Obs. Age : 59.30 Ma \*

Pred. Age : 59.38 Ma

Obs. Mean length : 12.296

Pred. Mean length: 12.422

Obs. S.D. : 1.523

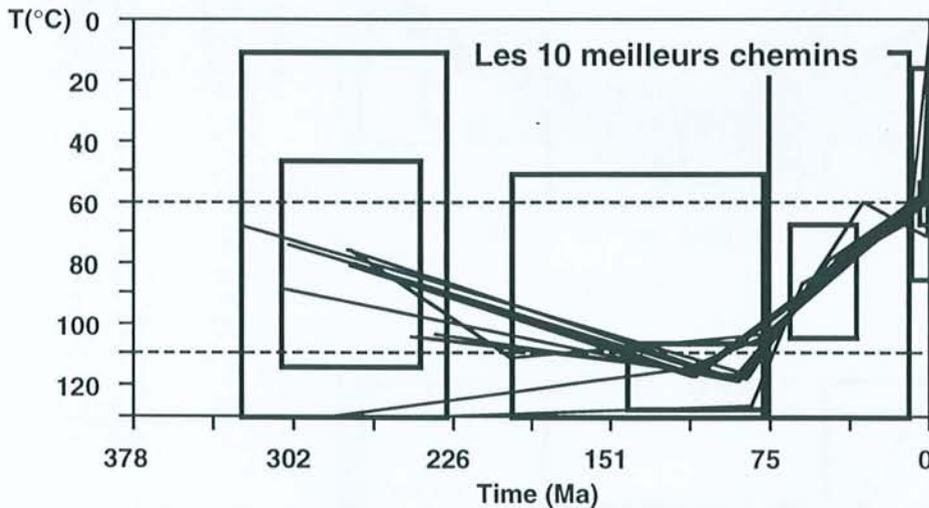
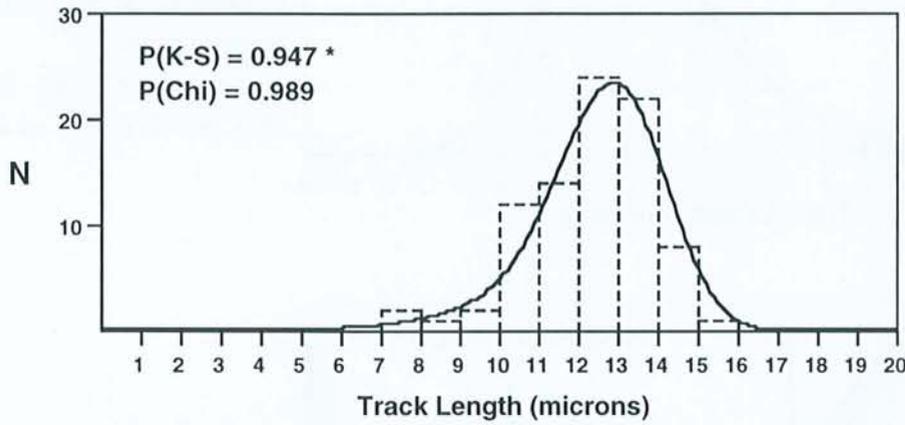
Pred. S.D. : 1.692

Oldest track (Ma) : 85 80

p/po : 0.2512

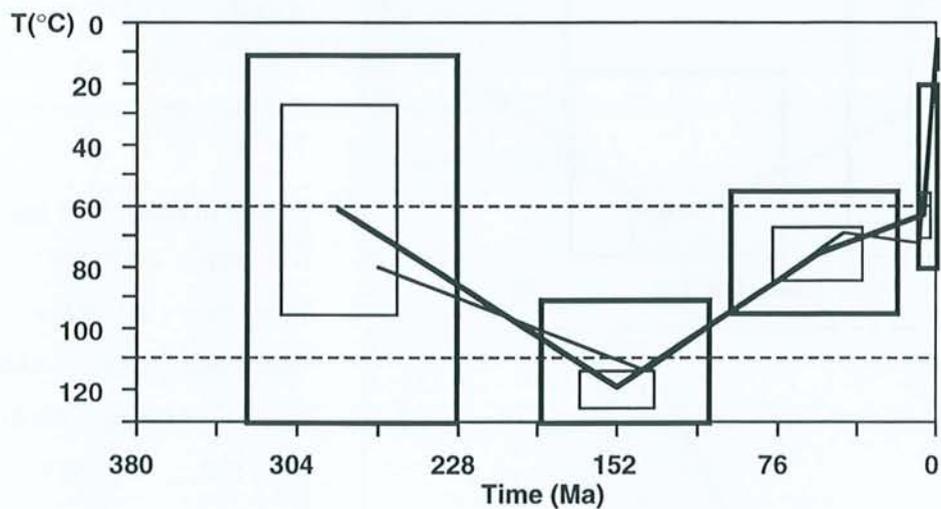
Corr. Age - G: 72 C: 90

Ro : 0.858 (0.954 0.795)



0.0 10 ± 3 °C  
 4 ± 2 Ma 60 ± 7 °C  
 52 ± 16 Ma 85 ± 19 °C  
 113 ± 33 Ma 117 ± 11 °C  
 277 ± 33 Ma 80 ± 34 °C

Perriers Laslett Durango GA run 10 of 10



Rank : 1  
Misfit : 0.451175

0.00 Ma 6 °C  
8.39 Ma 72 °C  
45 Ma 69 °C  
139 Ma 114 °C  
267 Ma 80 °C

Minimum time : 5.3 Ma

Obs. Age : 87.70 Ma \*

Pred. Age : 87.60 Ma

Obs. Mean length : 12.450

Pred. Mean length: 12.026

Obs. S.D. : 1.493

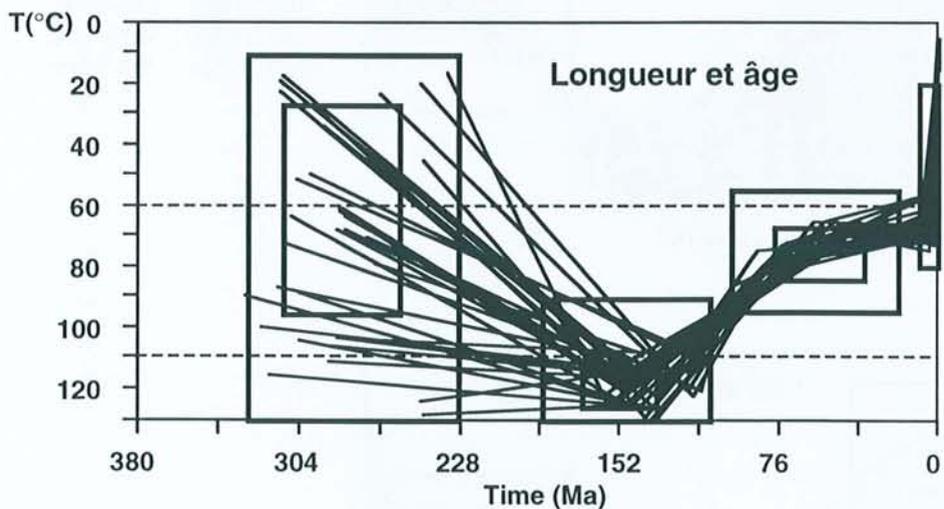
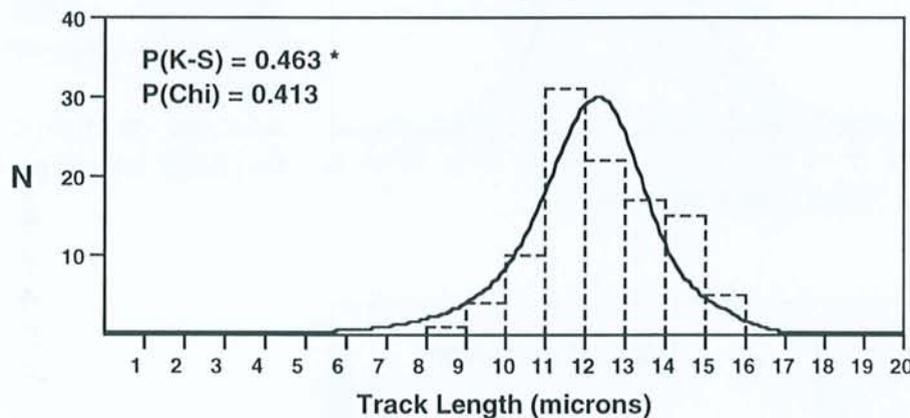
Pred. S.D. : 1.744

Oldest track (Ma) : 128 123

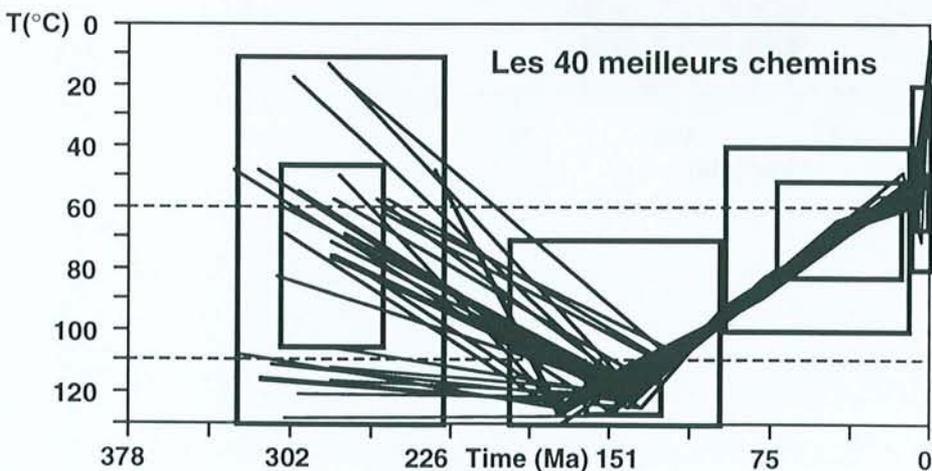
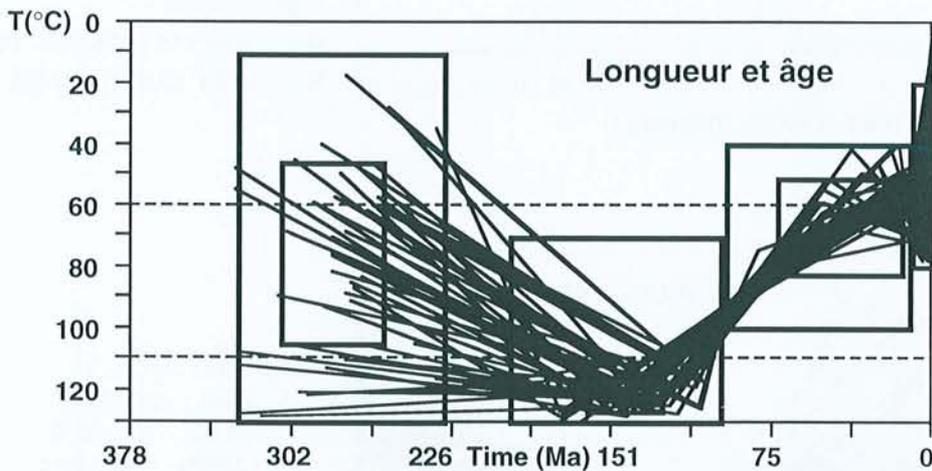
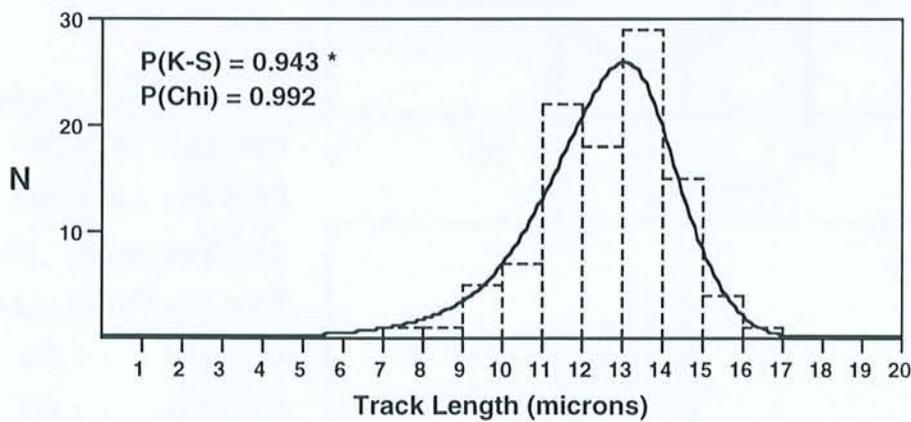
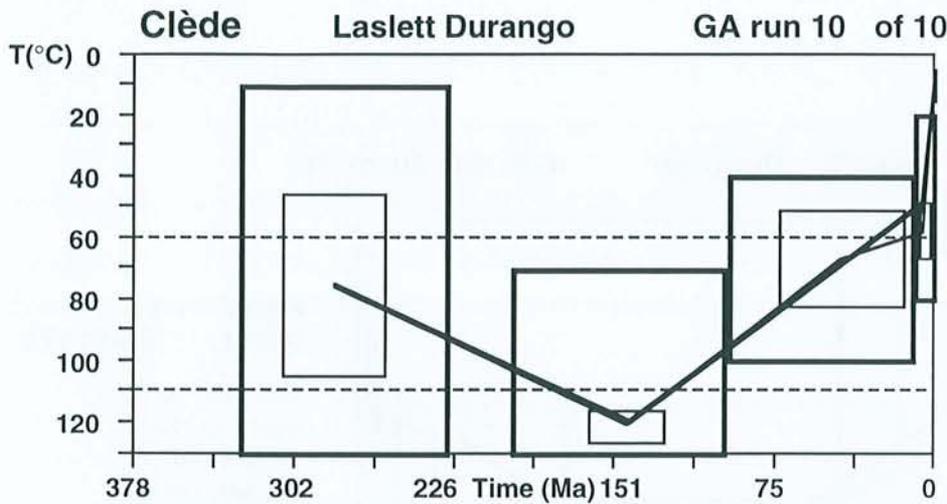
p/po : 0.3281

Corr. Age - G: 106 C: 130

Ro : 0.764 (0.877 0.669)



0.0 10 ± 3 °C  
6 ± 3 Ma 63 ± 8 °C  
58 ± 22 Ma 76 ± 9 °C  
153 ± 18 Ma 120 ± 6 °C  
286 ± 28 Ma 62 ± 34 °C



Monsieur BARBARAND Jocelyn

DOCTORAT de l'UNIVERSITE HENRI POINCARÉ, NANCY-I  
en GEOCHIMIE

VU, APPROUVÉ ET PERMIS D'IMPRIMER

Nancy, le 16 juin 1999 n°223

Le Président de l'Université



---

## RÉSUMÉ

Les facteurs contrôlant la cinétique d'effacement des traces de fission dans les cristaux d'apatite ont été étudiés à partir de cristaux d'apatite issus d'environnements géologiques variés ayant connu un recuit des traces de fission naturel ou expérimental. La chimie des cristaux a été déterminée par cathodoluminescence, microsondes électroniques et ioniques.

La cathodoluminescence apparaît comme une méthode particulièrement adaptée pour étudier les zonations des cristaux d'apatite et pour tester l'homogénéité d'une population de grains. Ainsi, les échantillons possédant plusieurs populations de cristaux sont mis en évidence. De plus, la spectrométrie de CL fournit des données semi-quantitatives sur les teneurs des terres rares  $Gd^{3+}$ ,  $Ce^{3+}$ ,  $Tb^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  et  $Sm^{3+}$ .

La relation entre la cinétique de cicatrisation et la chimie des cristaux n'est pas univoque. Les expériences de recuit montrent que plusieurs facteurs jouent sur la stabilité des traces ; en particulier, le rapport Cl/F, la teneur en terres rares légères et le degré de substitution des cristaux. Cependant, pour les exemples de recuit naturel, les contrôles varient selon les échantillons et peuvent apparaître contradictoires.

Des expériences couplées permettent d'établir une relation entre la cicatrisation des traces de fission et la maturation de la matière organique exprimée par les valeurs du  $T_{max}$ .

L'analyse des traces de fission dans les cristaux d'apatite a été appliquée à la bordure sud-est du Massif Central. Les âges sont compris entre 25 et 209 Ma et des longueurs des traces confinées entre 10,5 et 13,7  $\mu m$  avec des histogrammes de distribution dissymétriques vers les traces courtes. L'histoire thermique basse température de la bordure se résume : 1) à un basculement du Sud vers le Nord qui s'est initié à la fin du Jurassique et qui a entraîné le soulèvement de la région ; 2) à une période calme au Crétacé supérieur et enfin 3) à une importante phase d'érosion à partir du début du Tertiaire qui a affecté la bordure par un retrait d'escarpement.

## ABSTRACT

Chemistry of apatite crystals which represents a key factor in fission-track annealing kinetics has been investigated by cathodoluminescence, electron and ion microprobes for various samples.

Cathodoluminescence (CL) appears as a deciding tool to reveal crystals zonations and to test grains population homogeneity. Samples with different fission-track ages populations reveal various grains color populations. CL spectrometry gives moreover semiquantitative data about  $Gd^{3+}$ ,  $Ce^{3+}$ ,  $Dy^{3+}$  and  $Sm^{3+}$  with a very low detection limit.

Relationship between fission-track annealing kinetics and apatite crystals chemistry is not univocal. Annealing experiments display that several factors play a major role on track stability : Cl/F ratio, light rare earth elements contents or crystals substitution degree which is expressed by CaO and  $P_2O_5$  contents. Natural annealed samples show however that these controls vary and could be in contradiction between samples.

A link between fission-track annealing and organic matter maturation expressed by  $T_{max}$  values has been established after 3 to 30 days duration experiments and appears as a straight line evolving with time.

Apatite fission-track thermochronology has been used on the south-eastern border of the french Massif Central. The results are 25-209 Ma FT ages and 10.5-13.7 horizontal confined tracks lengths ; the lengths show a negative skew with some short tracks. Thermal history reconstruction proposes : 1) an uplift from South to North which was initiated at the end of Jurassic or beginning of Cretaceous followed by an intense erosion in middle Cretaceous ; 2) a short delay in upper Cretaceous and 3) an important erosion from Tertiary time which has affected mainly the border along a direction parallel to the Cévennes fault.

---