

Typologie du zircon des bentonites du Frasnien (carrière du Lion, Belgique) : utilité avant la datation U-Pb

François GUILLOT (1)
Stéphanie LASALLE (1)
Jean-François DECONINCK (2)
Pierre PELLENARD (2)
Olivier AVERBUCH (1)
Jean-Louis PAQUETTE (3)
Alain HERBOSCH (4)
Xavier DEVLEESCHOUWER (5)

Zircon typology of Frasnian bentonites prior to U-Pb dating

Géologie de la France, n° 1-2, 2006, pp. 59-63, 1 fig.

Mots-clés : Zircon, Bentonite, Frasnien, U-Pb, Belgique

Key words: Zircon, Bentonite, Frasnian, U/Pb, Belgium

Extended abstract

Zircon morphology and size from bentonites near the Frasnian-Famennian boundary have been investigated. Belonging to the upper rhenana Conodont Zone, one bentonite from Steinbruch Schmidt type section (Germany) has been recently dated by U-Pb on zircon at 377.2 ± 1.7 Ma (Kaufmann et al., 2004). Seven bentonites from the Lion quarry near Frasnes (Belgium, fig. 1A) belong to the hassi (?), jamieae and lower rhenana Zones (fig. 1B). In Frasnes the argillaceous, cm-thick levels have a distinctive mixed-layer illite-smectite clay content, taken as derived from volcanic smectite (Deconinck et al., 2003; Gouwy et al., 2003). Zircon morphologies have been studied after Pupin (1976, 1980) together with the crystal size distributions.

No zircon crystals were found over $125 \mu\text{m}$ in mesh size while most of the separated crystals are under $63 \mu\text{m}$. The adjoining Frasnian calcschists yielded no zircon (greater than $32 \mu\text{m}$, smallest mesh size). This favours an aeolian-controlled bentonite deposition during discrete events. Zircon morphologies (fig. 1C-D) characterize a volcanic origin for the Frasnes bentonites (4 with high T index, 1 from hyper-alkaline rocks), while Steinbruch Schmidt zircons are typical of plutonic sources (calc-alkaline granite and migmatite).

Our provisional U-Pb on zircon age data are all identical, within error (2σ), with the Steinbruch Schmidt age, especially the 376.4 ± 0.6 Ma of bentonite 3 belonging to the jamieae Zone (fig. 1B). The results may help bracketting the absolute age of the Frasnian-Famennian boundary. The

cheap, naturalist techniques used for characterizing zircon morphology should become a standard operation prior to U-Pb dating of bentonites.

Introduction

L'échelle numérique des temps géologiques repose pour une bonne part sur des datations absolues de bentonites. Ces minces niveaux argileux intercalés dans les séries sédimentaires ont souvent été engendrés par des éruptions volcaniques lointaines. Pour s'assurer de cette origine, le volcan source restant le plus souvent inconnu, diverses méthodes sont employées telles la géochimie, la minéralogie des argiles ou l'étude des minéraux lourds. Parmi ces derniers c'est le zircon qui est le plus employé pour les datations. Nous montrons qu'une description morphologique de la population des cristaux de zircon, jusqu'ici peu pratiquée pour des bentonites, est pourtant susceptible de mieux assurer la qualité et la pertinence des âges trouvés. En particulier l'origine volcanique, le type de volcanisme comme le caractère éolien du dépôt ne peuvent qu'en être mieux appréciés.

La description typologique des populations de zircons a été élaborée de façon empirique (Caruba & Turco, 1971 ; Pupin, 1976 ; Pupin, 1980) en étudiant statistiquement la forme externe des cristaux de zircon extraits de granitoïdes. Classant ainsi les plutonites selon la morphologie de leur zircon, Pupin (1976) a également envisagé les cristaux d'origine volcanique qui nous intéressent ici, signalant notamment (p. 225-285) les typologies les plus fréquentes des zircons de roches volcaniques. À la différence du zircon

(1) USTL, bât. SN5, 59655 Villeneuve d'Ascq Cedex, France, francois.guillot@univ-lille1.fr, lasallestephanie@wanadoo.fr

(2) UMR CNRS Biogéosciences, 6 boulevard Gabriel, 21000 Dijon, France

(3) UMR6524, « Magmas et Volcans » Université B. Pascal, 5 rue Kessler, 63038 Clermont-Ferrand cedex, France

(4) Université libre Bruxelles, 50 avenue F.D. Roosevelt, CP 160/02, B-1050 Bruxelles, Belgique

(5) Service géologique Belgique, rue Jenner 13, B-1000 Bruxelles, Belgique

des granitoïdes calco-alcalins, les faces pyramidales de la famille (211) y seraient très peu développées, un fait d'expérience qui a été diversement interprété par la suite (Vavra, 1990 ; Benisek & Finger, 1993 ; Vavra, 1993).

Rapportée au coût de la datation, cette approche naturaliste est presque gratuite et fournit des informations utiles pour l'interprétation des âges obtenus. Les exemples que nous présentons dans cet article sont confrontés à des résultats géochronologiques, préliminaires (travaux en cours avec J.L. Paquette, Clermont-Ferrand) ou récemment publiés (Kaufmann *et al.*, 2004), concernant l'âge absolu de la limite Frasnien-Famennien.

Échantillons

Un échantillon de la bentonite du banc 36 de la carrière de Steinbruch Schmidt (Allemagne) nous a été fourni par X. Devleeschouwer (Service géologique de Belgique, Bruxelles). Ce banc 36, riche en zircon, situé entre les deux horizons Kellwasser et dans le haut de la zone de Conodontes à *Palmatolepis rhenana*, est celui pour lequel a été récemment proposé un âge de $377,2 \pm 1,7$ Ma (Kaufmann *et al.*, 2004). Nous avons pu y réaliser une analyse statistique de la morphologie du zircon.

Nous tentons actuellement de nouvelles datations sur les bentonites de la carrière du Lion en Belgique près de Frasnes-lez-Couvin, village éponyme de l'étage Frasnien (fig. 1A). La succession de pélites calcareuses gris verdâtre, puissante d'une cinquantaine de mètres, est entrecoupée de passées plus calcaires. Sept niveaux argileux centimétriques beiges y ont été reconnus (Boulvain, 1993 ; Gouwy *et al.*, 2003), numérotés de 1 à 7 (fig. 1B). Les études de biostratigraphie et de sédimentologie des auteurs cités permettent de situer les horizons considérés dans le Frasnien supérieur, plus précisément dans les zones de Conodontes successives suivantes : 1 près du sommet de la zone à *Pa. hassi* ; 2 et 3 dans la zone à *Pa. jamieae* (Formation des Grands Breux, Membre de Boussu-en-Fagnes : Marion & Barchy, 1999) ; 4 à 7 dans la partie inférieure de la zone à *Pa. rhenana* (Formation de Neuville), soit une à trois zones en-dessous de la limite Frasnien-Famennien.

Dans les deux coupes considérées la nature des argiles a été reconnue (Devleeschouwer *et al.*, 2002 ; Deconinck *et al.*, 2003 ; Gouwy *et al.*, 2003). Les bentonites présumées se distinguent de leur encaissant par des teneurs élevées en interstratifiés illite-smectite, qui seraient issus de la dégradation de smectite volcanique. Nous renvoyons aux travaux en cours de S. Gouwy (Univ. Leuven) pour une étude détaillée des minéraux lourds autres que le zircon. Il convient de souligner que ce même auteur a employé, entre autres critères, la morphologie du zircon des bentonites comme outil de corrélation entre les diverses coupes du Frasnien terminal de la région.

Procédure

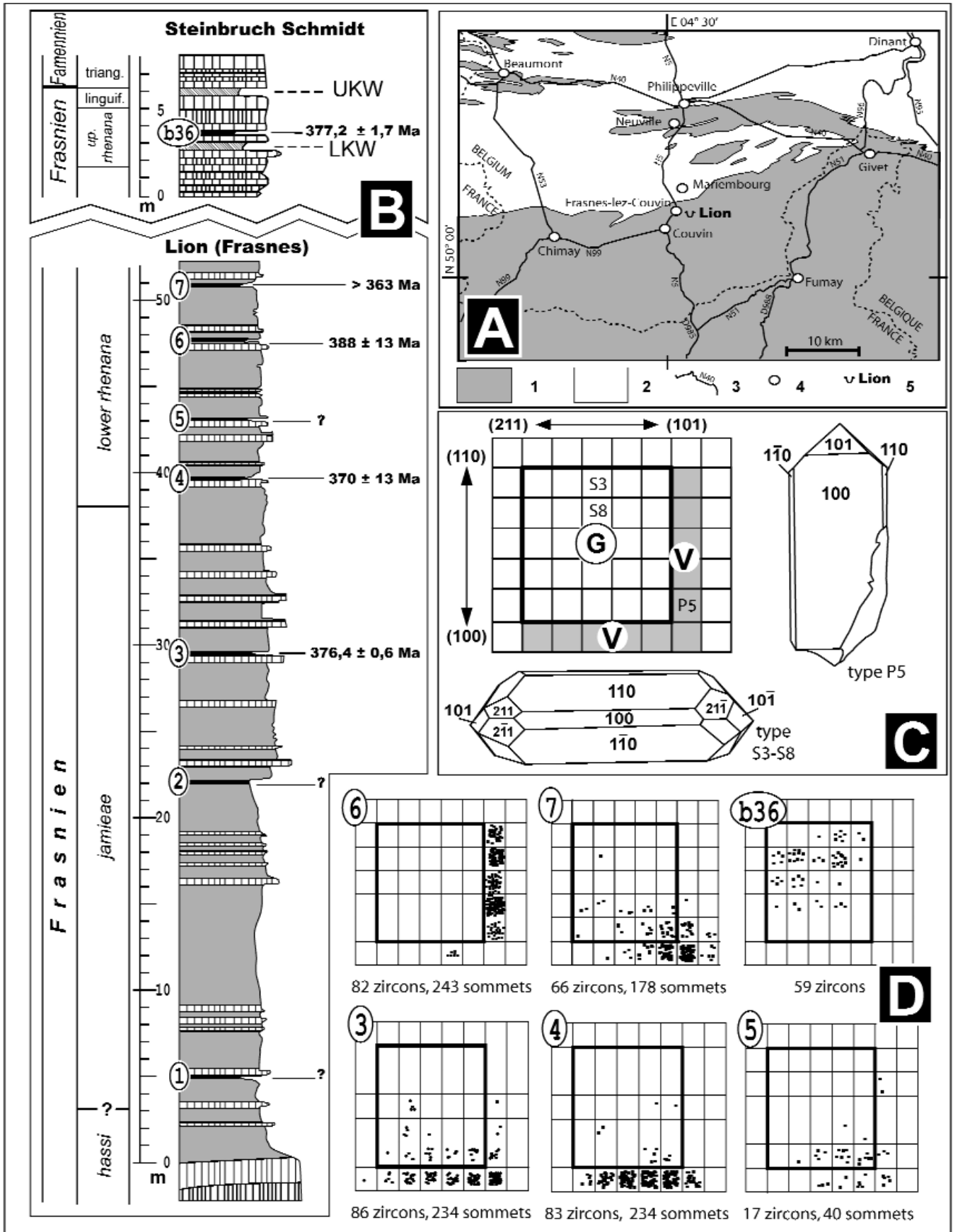
Chaque bentonite de la carrière du Lion a été prélevée à l'aide d'une spatule, en rejetant les fragments de pélites

calcareuses encaissantes, de façon à dégager quelques kilogrammes de matériau argileux. L'encaissant proche a fait l'objet de prélèvements séparés aux fins de contrôle, quelques centimètres au-dessous et au-dessus de la bentonite. Les échantillons ont été séchés et pesés avant, au besoin, d'être broyés avec modération. Ils ont été ensuite soumis à une décarbonatation complète par barbotage dans HCl. Le reliquat insoluble rincé, séché et pesé a été tamisé en colonne (\emptyset en μm de 32, 40, 63, 80, 100, 125, 250) sous courant d'eau. Chaque fraction granulométrique a été pesée puis passée aux liqueurs denses (bromoforme, iodure de méthylène au besoin) et au séparateur magnétique de Frantz, avec pesée et contrôle visuel (sous binoculaire) systématiques de toutes les sous-fractions successives. Les opérations pour chaque fraction granulométrique ont été interrompues à l'obtention de poudres contenant une majorité de cristaux de zircon. À ce stade, l'observation de frottis sous microscope optique et l'imagerie au microscope électronique permettent l'analyse statistique des morphologies du zircon.

Une partie des fractions les plus riches en zircon a enfin été purifiée à nouveau (Frantz et/ou iodure) afin d'isoler les cristaux les moins magnétiques pour la datation. Nous n'abordons pas ici la question des procédés de datation utilisés. De même des travaux plus documentés sont en cours quant à l'éventuelle portée des résultats sur le problème de l'âge de la limite Frasnien-Famennien. Seuls les résultats numériques provisoires de tentatives de datation de cinq bentonites sont évoqués (fig. 1B).

Fig. 1.- Zircon des bentonites frasniennes. - A. Croquis de situation ; 1 - terrains frasnien et plus anciens ; 2 - terrains famennien et plus récents ; 3 - routes principales ; 4 - agglomérations ; 5 - site de la carrière du Lion. - B. Colonne stratigraphique composite avec situation des bentonites étudiées (1 à 7 et b36) au regard des zones à Conodontes. Les épaisseurs à Frasnes sont mesurées à partir du toit du récif du Lion (Boulvain, 1993). La coupe de Steinbruch Schmidt est simplifiée d'après Kaufmann *et al.* (2004) qui ont proposé l'âge indiqué pour b36 ; LKW, UKW : niveaux-repères « Kellwasser » (resp. inf. et sup.) riches en matière organique. Les âges des bentonites de Frasnes sont les résultats provisoires de nos premières tentatives de datation U-Pb des zircons du Lion (travaux en cours). - C. Situation dans le diagramme typologique (Pupin, 1980) des zircons de granites (G) et de roches volcaniques (V). Un zircon représentatif de chaque catégorie est figuré (dessins d'après images au MEB). - D. Typologie des bentonites. Chaque cristal de zircon est représenté par autant de points que de sommets indexables observés.

Fig. 1.- Frasnian bentonite zircons. - A. Location: 1- Formations of Frasnian age and older; 2- Formations of Famennian age and younger; 3- main roads; 4- towns; 5- Lion quarry. - B. Synthetic log with stratigraphic location of Frasnian bentonites (in black; 1 to 7 from Lion quarry, b36 from Steinbruch Schmidt) and Conodont Zones. The greyish metapelites of Frasnes (grey) comprise carbonated levels (vertical cross-hatching); thicknesses start at 0 m from the top of the Lion Reef (Boulvain, 1993). The Steinbruch Schmidt section is drawn after Kaufmann *et al.* (2004) who determined the 377.2 ± 1.7 Ma age; LKW, UKW, resp. lower and upper carbonaceous, " Kellwasser " marker beds of the Frasnian-Famennian boundary. Other numerical ages are unpublished, provisional results from our first attempts of zircon U-Pb dating of the Lion bentonites. - C. Location of granite zircons (G) and volcanic rock zircons (V) in the typological diagram of Pupin (1980) with one characteristic zircon of each kind (hand drawings after SEM images). - D. Bentonite zircon typologies. Each zircon crystal may be represented by several points, depending on its number of observable edges.



Granulométrie du zircon

Banales en apparence, certaines des étapes précédentes sont rarement détaillées dans les travaux de géochronologie des bentonites. Le fait de séparer de nombreuses fractions granulométriques et de les peser nous est apparu, à l'usage, essentiel pour assurer l'origine éolienne des dépôts. Dans les échantillons de la carrière du Lion (1) l'encaissant proche semble pour le moment ne contenir aucun zircon (2) aucun zircon n'a été observé dans les refus de tamis de maille supérieure à 125 µm. La granulométrie du zircon a pu être évaluée pour la bentonite 6 avec quelque précision. Elle semble distribuée selon une loi unimodale, exponentielle et de moyenne inférieure à 63 µm.

Morphologie du zircon

Les bentonites 1 et 2 de Frasnes sont encore en cours de traitement. Pour les autres la morphologie des populations de zircon (fig. 1C) présente trois typologies nettement distinctes (fig. 1D).

Les bentonites 3, 4 de Frasnes ont des points figuratifs concentrés dans la rangée inférieure du diagramme typologique, correspondant à des zircons à prismes de la famille (100) exclusivement.

Les bentonites 5 et 7 ont leurs points figuratifs moins bien groupés mais indiquant encore la dominance du prisme (100).

Pour la bentonite 6 de Frasnes, le regroupement des points sur le côté droit traduit l'exclusivité des pyramides (101).

La bentonite de Steinbruch Schmidt se distingue des précédentes par une large dispersion de ses points figuratifs dans la partie centrale du diagramme : comme cela est visible sur les deux cristaux dont les images ont été publiées (Kaufmann *et al.*, 2004, fig. 2, p. 497), les zircons de cette bentonite ont en moyenne un développement à peu près équivalent des deux familles de prismes et des deux familles de pyramides.

Âges U-Pb sur zircon

Les âges inscrits en regard du log (fig. 1B) sont en première analyse tous identiques aux marges d'erreur près (données en 2 σ). Pour la bentonite 5 aucun âge

n'est déterminable à cause de rapports isotopiques très discordants. Deux autres bentonites de Frasnes (4, 7) semblent défavorables à de plus amples investigations car leurs résultats suggèrent du zircon en partie hérité. Seule pour le moment la bentonite 3 (datée par J.L. Paquette, méthodologie de Paquette & Pin, 2001) a fourni un âge, 376,4 ± 0,6 Ma (2σ), d'une précision suffisante pour espérer contribuer à la détermination de l'âge absolu de la limite Frasnien-Famennien.

Discussion et conclusions

La granulométrie du zircon est une donnée essentielle pour juger de l'origine éolienne d'une bentonite. Cela constitue une contrainte lorsqu'il s'agit de choisir les cristaux à dater. La datation des plus petits cristaux (de 32 à 60 µm, par exemple) est techniquement plus délicate car ils sont plus vulnérables à l'altération. Cependant elle est sans doute plus susceptible de fournir l'âge de l'événement volcanique lointain.

La typologie de la population des zircons de Steinbruch Schmidt (type S3-S8 en fig. 1C, b36 en fig. 1D) suggère que ceux-ci proviendraient d'une roche plutonique plutôt que d'une roche volcanique. À l'opposé toutes les bentonites de Frasnes semblent issues d'explosions volcaniques lointaines. Les bentonites 3, 4, 5 et 7 où les zircons ont un prisme (100) dominant seraient plutôt issues de volcanites de haute température (T>800 °C selon Pupin, 1980). L'événement correspondant à la bentonite 6 serait plutôt de chimie hyperalcaline.

La pertinence d'une datation U-Pb sur zircon de bentonite repose sur l'absence de cristaux hérités d'événements magmatiques nettement plus anciens que le dépôt. L'étude typologique permet la distinction entre zircons volcaniques et non-volcaniques (fig. 1D) et devrait donc être systématiquement pratiquée avant de tenter une datation.

Remerciements

La bienveillance de Jean-François Deconinck a permis (à FG) ce travail dans le laboratoire PBDS et Brigitte Van Vliet-Lanoë a intégré SL à l'équipe GEMSED. Nous avons bénéficié de l'aide attentive de Denis Malengros et de Philippe Recours pendant le travail de laboratoire. Sofie Gouwy nous a aimablement transmis ses données inédites.

Références

- Benisek A., Finger F. (1993) - Factors controlling the development of prism faces in granite zircons : a microprobe study. *Contrib. Mineral. Petrol.* **114/4**, 441-451.
- Boulvain F. (1993) - Sédimentologie et diagenèse des monticules micritiques du Frasnien de l'Ardenne. Serv. géol. Belgique, J. Herman ed., Professional paper 1993/2 **260** (2 vol.), 436 p.
- Caruba R., Turco G. (1971) - Mise au point sur la notation des faces du zircon. Élaboration d'une méthode d'indexation rapide des faces des zircons accessoires des roches par utilisation d'abaques. *Bull. Soc. fr. Minéral Cristallogr.* **94/4**, 427-436.

- Deconinck J.F., Devleeschouwer X., Guillot F., Herbosch A., Pellenard P., Riboulleau A., Averbuch, O. (2003) - Bentonites du passage Frasnien/Famennien (Belgique, Allemagne) : données préliminaires. Ass. Sédim. fr. meeting, Bordeaux 14-16 oct. (abstract), 2 p.
- Devleeschouwer X., Herbosch A., Prétat A. (2002) - Microfacies, sequence stratigraphy and clay mineralogy of a condensed deep-water section around the Frasnian/Famennian boundary (Steinbruch Schmidt, Germany). *Palaeogeogr. Palaeoclim. Palaeoecol.* **181/1-3**, 171-193.
- Gouwy S., Vandelaer E., Bultynck P. (2003) - Characterization and correlation of K-bentonites of the Upper Frasnian in the southern part of the Dinant Synclinorium and the Philippeville Massif. Meeting P. Bultynck, Mus. r. Sci. Nat. Belg. 22nov Abstract volume, p. 13.
- Kaufmann B., Trapp E., Mezger K. (2004) - The numerical age of the late Frasnian (Late Devonian) Kellwasser horizons - a new U-Pb zircon date from Steinbruch Schmidt (Kellerwald, Germany). *J. Geol.* **112/4**, 495-501.
- Marion J.M., Barchy L. (1999) - Chimay-Couvin, carte géologique 1/25 000 et notice explicative. Carte géologique de Wallonie, Ministère de la Région Wallone - *DGRNE 57/7-8*, 92 p.
- Paquette J.L., Pin C. (2001) - A new miniaturized extraction chromatography method for precise U-Pb zircon geochronology. *Chem. Geol.* **176/1-4**, 311-319.
- Pupin J.P. (1976) - Signification des caractères morphologiques du zircon commun des roches en pétrologie. base de la méthode typologique, applications. Unpubl. mem., Thèse État Univ. Nice, 394 p.
- Pupin J.P. (1980) - Zircon and granite petrology. *Contrib. Mineral. Petrol.* **73/3**, 207-220.
- Vavra G. (1990) - On the kinematics of zircon growth and its petrogenetic significance : a cathodoluminescence study. *Contrib. Mineral. Petrol.* **106/1**, 90-99.
- Vavra G. (1993) - A guide to quantitative morphology of accessory zircon. *Chem. Geol.* **110/1**, 15-28.