

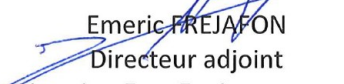
RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

| | |
|--|---|
| Réf. Offre : OFF-2022-0069 V1 Réf. Commande : Réf. Demande : 22-1-021-A Nom de projet : FP22DGR002 Date d'édition : 16/06/2022 | DENIS THIEBLEMONT DGR/OEG d.thieblemont@brgm.fr |
|--|---|

VERIFICATION CONFORMITE
Majid EL MOSSAOUI,


Majid EL MOSSAOUI
Responsable Coordination Analyses,
Qualité et Métrologie
Direction Eau, Environnement,
Procédés et Analyses (DEPA)

APPROBATION ET SIGNATURE
Emeric FREJAFON, Directeur
Adjoint


Emeric FREJAFON
Directeur adjoint
Direction Eau, Environnement,
Procédés et Analyses (DEPA)

Les résultats exprimés ne concernent que les échantillons soumis à essais. Les résultats s'appliquent à l'échantillon tel qu'il a été reçu. La reproduction de ce rapport d'essais n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Pour tout renseignement concernant les incertitudes des mesures, contacter le laboratoire. Les paramètres sous-traités sont identifiés par §.

Le Laboratoire du BRGM est accrédité COFRAC pour la réalisation des analyses selon le référentiel NF EN ISO 17025 sous le numéro d'accréditation 1-0251. Les analyses identifiées par * sont accréditées. La portée d'accréditation détaillée est disponible sur www.cofrac.fr.

Le laboratoire est agréé par le ministère chargé de l'environnement dans les conditions de l'arrêté du 27 octobre 2011 - Se reporter au site internet www.labeau.ecologie.gouv.fr pour les détails sur la portée d'agrément. Les résultats seront rendus sous couvert de l'agrément si les prélèvements ont été réalisés sous accréditation et identifiés par #.

BRGM - Direction Eau, Environnement, Procédés et Analyses - 3 avenue Claude-Guillemin, BP 36009, 45060 Orléans Cedex 2 - France - Tél. 02 38 64 30.17 - analyse@brgm.fr

Établissement public à caractère industriel et commercial - RCS 582 056 149 Orléans - SIRET 58205614900120
www.brgm.fr

RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

Date d'édition : 16/06/2022

RESULTATS D'ANALYSES ISOTOPIQUES : URANIUM - PLOMB

Nombre d'échantillons : 1

Auteur(s): P. LACH (DEPA/ISO)

Datation U-Pb effectuée dans le cadre du projet FP22DGR002, par couplage laser ICP-MS.

Résumé: Dans le cadre du projet FP22DGR002 // 1, 1 échantillon provenant du Velay (orthogneiss du Velay) a été sélectionné pour datation U-Pb sur monazite par couplage laser-ICPMS. Des xénotimes étant présents dans la souche de minéraux lourds, ils ont également été analysés.

Deux âges, obtenus indistinctement sur monazites et xénotimes, semblent se distinguer pour l'échantillon d'orthogneiss du Velay.

Un âge carbonifère à 301 ± 3 Ma est indiqué par 5 analyses (2 sur monazites, 3 sur xénotimes).

Un âge permien est obtenu à 260 ± 2 Ma avec 25 analyses (18 sur monazites, 7 sur xénotimes).

RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

Date d'édition : 16/06/2022

1 – INTRODUCTION: Datation U-Pb sur Monazite et Xénotime par couplage laser- ICP-MS

Dans le cadre de cette étude, les datations ont été réalisées sur l'installation du laboratoire BRGM équipé d'un spectromètre **ICP-MS X series II** configuré en lentille Xs, et couplé à un système **laser Cetac Excite 193nm** à courte durée d'impulsion.

Les analyses ont été réalisées par Philippe Lach (ingénieur BRGM). L'échantillon est situé dans une cellule à deux volumes balayée à l'hélium. Argon et azote sont ajoutés au gaz vecteur après la chambre d'ablation.

Les conditions d'ablation et d'analyse sont résumées dans le Tableau 1.

| | |
|--------------------------------|---|
| Laser ablation system | |
| Type | CETAC Excite |
| Wavelength | 193 nm |
| Laser frequency | 3 Hz |
| Fluence | 3 J.cm ⁻² |
| Ablation spot size | 10 μm |
| ICP-MS | |
| Model | X series II |
| Type | Quadripole |
| ICP RF Power | 1400 W |
| Cooling gaz (Ar) | 14 L.min ⁻¹ |
| Carrier gaz (He) | 0.25 L.min ⁻¹ |
| Auxiliary gaz (Ar) | 1 L.min ⁻¹ (N ₂) 2 ml.min ⁻¹ |
| Acquisition parameters | |
| Measured isotopes | ²⁰² Hg, ²⁰⁴ (Pb+Hg), ²⁰⁶ Pb, ²⁰⁷ Pb, ²⁰⁸ Pb, ²³² Th, ²³⁸ U |
| Dwell time per mass background | 30 ms |
| | 20 s |
| Acquisition time | 30 s (90 pulses) |

Tableau 1 : Résumé des conditions d'analyses des monazites/xénotimes au BRGM (Orléans).

La présence de plomb commun est monitorée par l'évolution de l'intensité du signal de la masse 204(Pb+Hg). Le signal ²³⁵U est calculé à partir du signal ²³⁸U en se basant sur le rapport ²³⁸U/²³⁵U = 137.88. Les rapports U–Pb et Th–Pb sont corrigés du fractionnement par standard bracketing par des mesures répétées du standard de monazite, Trebilcock (272 ± 2 Ma, Tomascak et al., 1996). La justesse et la reproductibilité sont contrôlées par la mesure répétée des standards Madmon (Schulz et al., 2007 515 Ma) et Namaqualand (Knoper et al., 2000, 1033 Ma). Les valeurs obtenues sur ces standards durant les périodes d'analyse sont reportées dans la Figure 1. La réduction des données est faite sous le logiciel commercial Glitter®.

Le facteur de corrélation Rho est calculé selon l'équation simplifiée de Schmitz et Schoene (2007) :

$$\rho_{R_{68}-R_{75}} = (\sigma_{68}/R_{68}) / (\sigma_{75}/R_{75}) \quad (1)$$

ou $R_{75} = {}^{207}\text{Pb}/{}^{235}\text{U}$; $R_{68} = {}^{206}\text{Pb}/{}^{238}\text{U}$; σ = variation du rapport isotopique concerné.

RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

Date d'édition : 16/06/2022

Le calcul d'âge moyen est donné à 2σ à l'aide du programme de Ludwig ISOPLOT/EX (Ludwig, 2012), et les analyses sont également portées à $\pm 2\sigma$ dans les figures. Dans le tableau, les erreurs sont données à 1 sigma.

Dans les tableaux, les concentrations en U, Th et Pb sont estimées à partir des concentrations et des intensités obtenues sur le standard Madmon. Ces valeurs doivent être utilisées qualitativement. Les résultats analytiques sont reportés dans l'Annexe 1. La localisation des tirs dans l'Annexe 2.

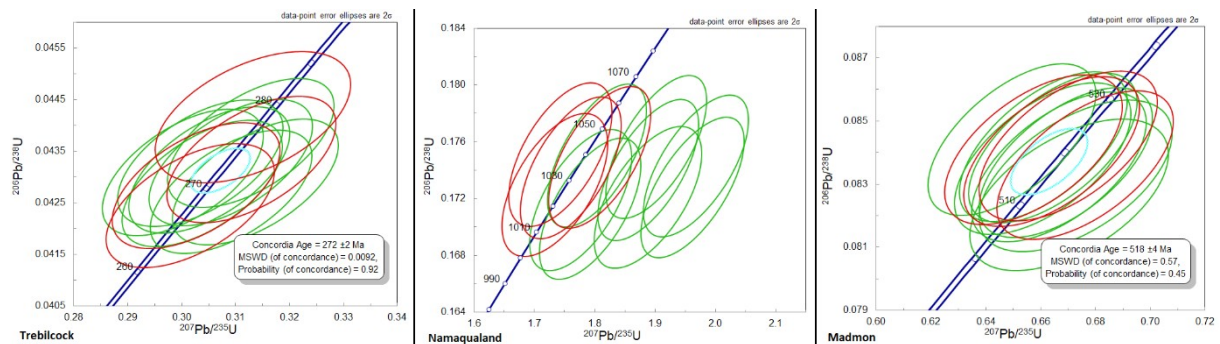


Figure 1 : Diagramme Wetherill : a) Reproductibilité des données obtenues pour le standard de normalisation Trebilcock, b) et c) Reproductibilité et justesse obtenue sur les monazites standards Namaqualand et Madmon normalisées au standard Trebilcock pendant toute la période d'analyse.

2 - RESULTATS D'ANALYSE

Quarante cinq ablations ont été réalisées sur 27 monazites et 15 ablations sur 13 xénotimes (Tableaux 2 et 3).

Dans la figure 2 les analyses sur monazites sont représentées en vert et les analyses sur xénotimes en rouge. Deux populations se distinguent aussi bien sur monazite que xénotime. Une première entre 290 et 310 Ma et une seconde entre 250 et 270 Ma (figure 2a et b).

Les 5 analyses (3 sur xénotimes et 2 sur monazites) comprises entre 290 et 310 Ma donnent un âge concordant à 301 ± 3 Ma.

Pour les analyses plus jeunes situées sur la Concordia entre 250 et 270 Ma, 25 définissent un âge concordant à 260 ± 2 Ma.

RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

Date d'édition : 16/06/2022

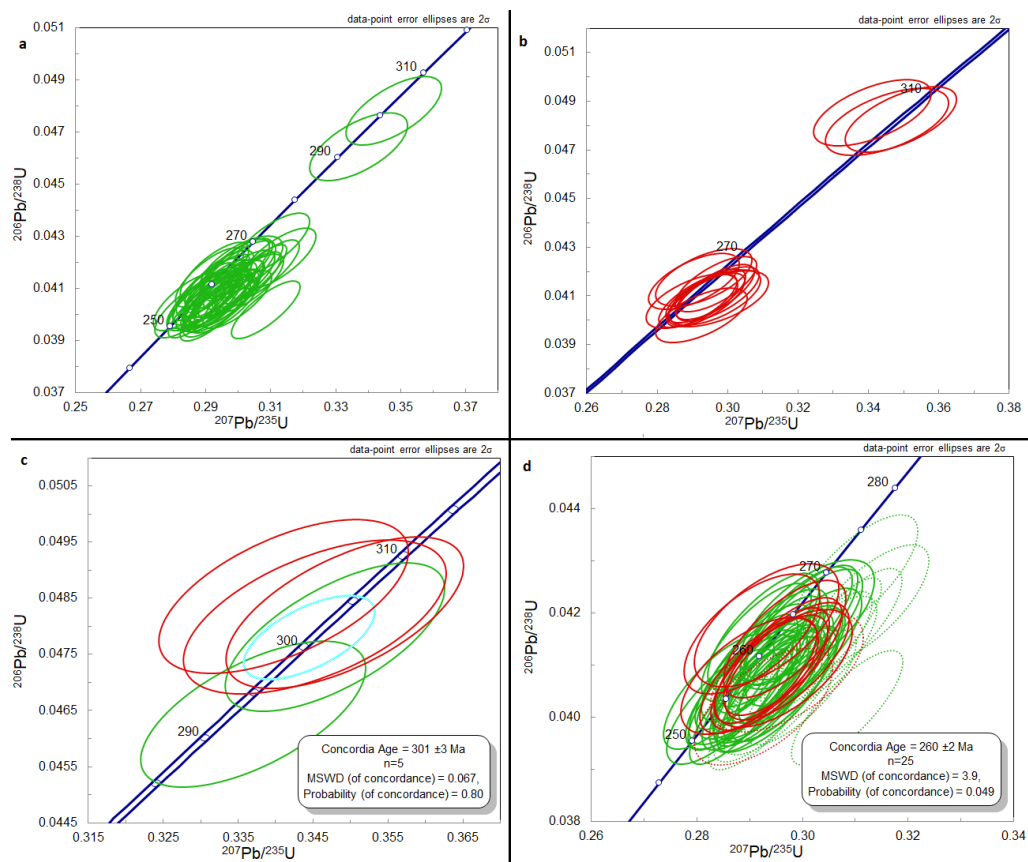


Figure 2 : Ensemble des analyses pour les monazites (a) et les xénotimes (b) porté sur le diagramme Concordia de Wetherill. c) 5 analyses montrant un âge carbonifère à 301 Ma, d) 25 analyses conservées montrant un âge permien à 260 Ma. (xénotimes en rouge, monazites en vert).

3 - CONCLUSION

Deux âges, obtenus indistinctement sur monazites et xénotimes, semblent se distinguer pour l'échantillon d'orthogneiss du Velay.

Un âge carbonifère à 301 ± 3 Ma est indiqué par 5 analyses (2 sur monazites, 3 sur xénotimes)

Un âge permien est obtenu à 260 ± 2 Ma avec 25 analyses (18 sur monazites, 7 sur xénotimes)

4 - BIBLIOGRAPHIE

Knoper, M., Armstrong, R.A., Andreoli, M.A.G. and Ashwal, L.D. 2000: The Steenkampskraal monazite vein: a subhorizontal stretching shear zone indicating extensional collapse of Namaqualand at 1033 Ma ? J. Afr. Earth Sci., Special abstracts Issue, GSSA 27: Geocongress, 31, 38-39.

Ludwig, K.R., 2012. Isoplot/Ex Version 3.75: A Geochronological Toolkit for Microsoft Excel. Special Publication 4, Berkeley Geochronology Center, 75pp.

RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

Date d'édition : 16/06/2022

Schmitz M.D., Schoene B., 2007. Derivation of isotope ratios, errors, and errors correlations for U-Pb geochronology using ^{205}Pb - ^{235}U -(^{233}U)-spiked isotope dilution thermal ionization mass spectrometric data. *Geochemistry Geophysics Geosystem*, 8, Q08006, doi:10.1029/2006GC001492.

Schulz B., Brätz H., Bombach K., Krenn E., 2007. In situ Th-Pb dating of monazite by 266 nm laser ablation and ICP-MS with a single collector, and its control by EMP analysis. *Zeitschrift für Angewandte Geologie*, 35, 377–392.

Tomascak, P.B., Krogstad, E.J., Walker, R.J., 1996. U–Pb monazite geochronology of granitic rocks from Maine: implications for Late Paleozoic tectonics in the northern Appalachians. *J. Geol.* 104, 185–195.

Wetherill G.W., 1956. Discordant uranium-lead ages 1: *Transactions of the American Geophysical Union*, 37, 320-326.

RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

Date d'édition : 16/06/2022

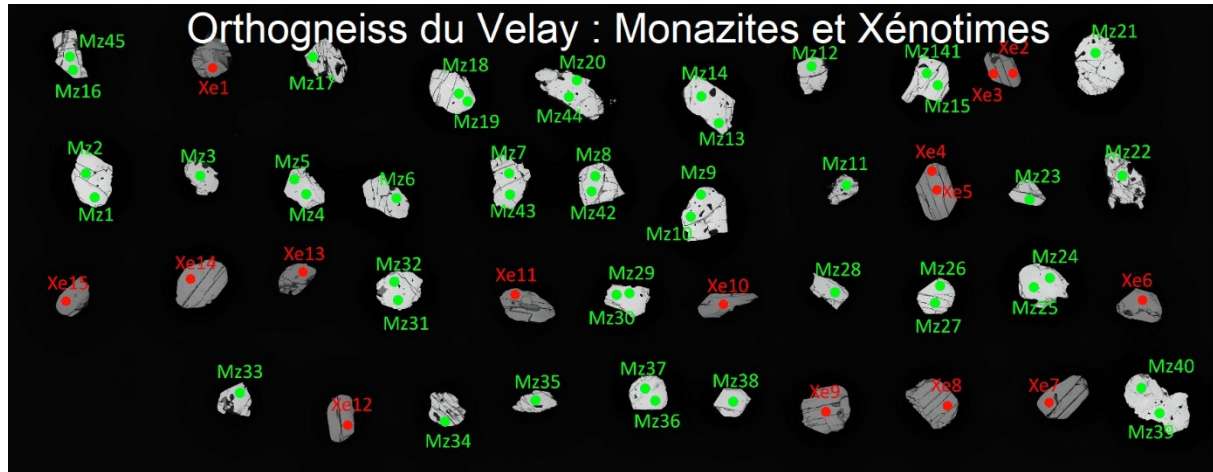
| Xevelay-1 Xevelay-2 Xevelay-3 Xevelay-4 Xevelay-5 Xevelay-6 Xevelay-7 Xevelay-8 Xevelay-9 Xevelay-10 Xevelay-11 Xevelay-12 Xevelay-13 Xevelay-14 Xevelay-15 | Isotopic ratios | | | | | | | | | | Ages | | | | | U-Th | | | | | 206Pb/208Pb | | | |
|---|-----------------|-----------------|-----------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|-----------------|----------------|----------------|-----------------|---------|----------|----------|-------|------|------|-------------|------|-------|-------------|------|----|--------|
| | 207Pb/206Pb ±1σ | 206Pb/238Th ±1σ | 207Pb/238Th ±1σ | 206Pb/235U ±1σ | 207Pb/235U ±1σ | 206Pb/207Pb ±1σ | 208Pb/238Th ±1σ | 207Pb/238Th ±1σ | 206Pb/235U ±1σ | 207Pb/235U ±1σ | 206Pb/208Pb ±1σ | U (ppm) | Pb (ppm) | Th (ppm) | 206Pb | U/Th | conc | 206Pb/208Pb | | | | | | |
| | 0.05187 | 0.00081 | 0.02004 | 0.00068 | 0.29663 | 0.00472 | 0.04149 | 0.00046 | 0.70 | 280 | 35 | 401 | 13 | 264 | 4 | 262 | 3 | 99 | 0.01 | 17306 | 9734 | 206 | 1 | 105724 |
| | 0.05222 | 0.00079 | 0.02055 | 0.00036 | 0.29627 | 0.00459 | 0.04116 | 0.00046 | 0.72 | 295 | 34 | 411 | 7 | 264 | 4 | 260 | 3 | 99 | 0.05 | 20870 | 11645 | 1086 | 1 | 126471 |
| | 0.05216 | 0.00079 | 0.02092 | 0.00042 | 0.29370 | 0.00453 | 0.04085 | 0.00045 | 0.71 | 293 | 34 | 419 | 8 | 262 | 4 | 258 | 3 | 99 | 0.03 | 20077 | 11118 | 660 | 4 | 30189 |
| | 0.05272 | 0.00105 | 0.02038 | 0.00058 | 0.29699 | 0.00595 | 0.04087 | 0.00047 | 0.57 | 317 | 45 | 406 | 11 | 264 | 5 | 258 | 3 | 98 | 0.05 | 11102 | 6151 | 590 | 11 | 6073 |
| | 0.05248 | 0.00084 | 0.02047 | 0.00039 | 0.29710 | 0.00481 | 0.04107 | 0.00046 | 0.69 | 306 | 36 | 410 | 8 | 264 | 4 | 260 | 3 | 98 | 0.06 | 19264 | 10725 | 1112 | 1 | 116488 |
| | 0.05281 | 0.00095 | 0.02072 | 0.00043 | 0.29261 | 0.00533 | 0.04020 | 0.00046 | 0.63 | 321 | 40 | 415 | 9 | 261 | 4 | 254 | 3 | 98 | 0.08 | 15458 | 8424 | 1210 | 28 | 3468 |
| | 0.05099 | 0.00101 | 0.02132 | 0.00057 | 0.34109 | 0.00679 | 0.04853 | 0.00056 | 0.58 | 241 | 45 | 426 | 11 | 298 | 5 | 306 | 3 | 103 | 0.06 | 7628 | 5018 | 493 | 3 | 18166 |
| | 0.05252 | 0.00093 | 0.01874 | 0.00060 | 0.29640 | 0.00532 | 0.04094 | 0.00046 | 0.63 | 308 | 40 | 375 | 12 | 264 | 4 | 259 | 3 | 98 | 0.03 | 15940 | 8847 | 435 | 1 | 96089 |
| | 0.05201 | 0.00108 | 0.02111 | 0.00055 | 0.34523 | 0.00715 | 0.04816 | 0.00056 | 0.56 | 286 | 47 | 422 | 11 | 301 | 5 | 303 | 3 | 101 | 0.08 | 6654 | 4345 | 538 | 8 | 5898 |
| | 0.05207 | 0.00077 | 0.02062 | 0.00033 | 0.29418 | 0.00447 | 0.04099 | 0.00045 | 0.72 | 288 | 34 | 413 | 7 | 262 | 4 | 259 | 3 | 99 | 0.06 | 25622 | 14238 | 1638 | 1 | 154636 |
| | 0.05093 | 0.00097 | 0.02081 | 0.00048 | 0.29317 | 0.00559 | 0.04176 | 0.00048 | 0.60 | 238 | 43 | 416 | 9 | 261 | 4 | 264 | 3 | 101 | 0.07 | 11918 | 6747 | 865 | 17 | 4310 |
| | 0.05156 | 0.00094 | 0.01978 | 0.00045 | 0.28991 | 0.00531 | 0.04079 | 0.00046 | 0.62 | 266 | 41 | 396 | 9 | 259 | 4 | 258 | 3 | 100 | 0.07 | 11358 | 6281 | 756 | 12 | 5685 |
| | 0.05253 | 0.00097 | 0.02063 | 0.00063 | 0.34924 | 0.00648 | 0.04824 | 0.00055 | 0.61 | 308 | 41 | 413 | 12 | 304 | 5 | 304 | 3 | 100 | 0.04 | 7532 | 4925 | 293 | 12 | 4468 |
| | 0.05187 | 0.00079 | 0.02042 | 0.00034 | 0.29160 | 0.00452 | 0.04079 | 0.00045 | 0.71 | 280 | 34 | 409 | 7 | 260 | 4 | 258 | 3 | 99 | 0.07 | 21461 | 11865 | 1479 | 1 | 128668 |
| | 0.05067 | 0.00091 | 0.02093 | 0.00056 | 0.29043 | 0.00525 | 0.04159 | 0.00047 | 0.63 | 226 | 41 | 419 | 11 | 259 | 4 | 263 | 3 | 101 | 0.04 | 12562 | 7083 | 487 | 1 | 76922 |

Tableau 3 : Analyses U-Pb par LA-ICP-MS sur les xenolithes de l'ortognais au Velay.

RAPPORT D'ESSAI RE22-1-021-A-V1

Date d'édition : 16/06/2022

ANNEXE 2 : localisation des spots d'ablation laser sur image MEB (La taille des spots est de 10µm de diamètre)



Fin du rapport d'essai