

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

Réf. Offre : OFF-2022-0263 V1 Réf. Commande : Réf. Demande : 22-1-021-B Nom de projet : FP22DGR002 Date d'édition : 10/03/2023	DENIS THIEBLEMONT DGR/OEG d.thieblemont@brgm.fr
--	---

VERIFICATION CONFORMITE
Anne BERREHOUC, Responsable de
plateau



Anne BERREHOUC
Coordonnatrice des Analyses suppléante
Direction Eau, Environnement, Procédés et Analyses

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 – portail-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-B-V1

Date d'édition : 10/03/2023

RESULTATS D'ANALYSES ISOTOPIQUES : URANIUM - PLOMB

Nombre d'échantillons : 1

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

Datation U-Pb sur zircons effectuée dans le cadre du projet FP22DGR002 – EDITION CARTES, par couplage laser ICP-MS

Résumé: Dans le cadre du projet FP22DGR002 – EDITION CARTES, un échantillon d'orthogneiss provenant du massif du Velay a été sélectionné pour datation U-Pb sur zircons par couplage laser-ICP-MS.

Un âge Néoprotérozoïque à **548 ± 3 Ma** est obtenu sur les zircons de cet échantillon (30 analyses concordantes) et est interprété comme âge de cristallisation de l'orthogneiss.

Pour mémoire, des âges à 301 ± 3 Ma (5 analyses : 2 sur monazites, 3 sur xénotimes) et 260 ± 2 Ma (25 analyses : 18 sur monazites, 7 sur xénotimes) avaient été préalablement obtenus sur monazites et xénotimes et semblent donc correspondre à des épisodes métamorphiques.

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

Date d'édition : 10/03/2023

1 – INTRODUCTION: Datation U-Pb sur zircon : couplage laser- ICPMS

La préparation des échantillons (broyage, tri des zircons, montage en section polie, imagerie MEB) a été réalisée par les équipes des laboratoires du BRGM.

Dans le cadre de cette étude, les datations ont été réalisées sur les installations du laboratoire BRGM à Orléans sous la responsabilité de Philippe Lach. Le laboratoire est équipé d'un spectromètre **ICP-MS 8900**, et couplé à un système **laser Cetac Excite 193nm** à courte durée d'impulsion. L'échantillon est situé dans une cellule à deux volumes balayée à l'hélium.

Les conditions d'ablations et d'analyses sont résumées dans le Tableau 1.

Laser ablation system	
Type	CETAC Excite
Wavelength	193 nm
Laser frequency	8 Hz
Fluence	4 J.cm ⁻²
Ablation spot size	25 µm
ICP-MS	
Model	Agilent 8900
Type	Quadripole
ICP RF Power	1550 W
Cooling gaz (Ar)	15 L.min ⁻¹
Carrier gaz (He)	0.25 L.min ⁻¹
Auxiliary gaz (Ar)	1 L.min ⁻¹ 4ml. min ⁻¹ (N ₂)
Acquisition parameters	
Measured isotopes	²⁰² Hg, ²⁰⁴ (Pb+Hg), ²⁰⁶ Pb, ²⁰⁷ Pb, ²⁰⁸ Pb, ²³² Th, ²³⁵ U, ²³⁸ U
Dwell time per mass	30 ms
Background	20 s
Acquisition time	30 s (240 pulses)

Tableau 1 : Résumé des conditions d'analyses des zircons.

La présence de plomb commun est monitorée par l'évolution de l'intensité du signal de la masse 204(Pb+Hg). Aucune correction de plomb commun n'est effectuée. Les analyses sont standardisées par rapport au zircon 91500 (Wiedenbeck et al., 1995) et un contrôle qualité est réalisé via le standard Plésovice (338 ± 1 Ma, Slama et al. 2008) (Figure 1). La réduction des données est faite sous le logiciel commercial Glitter.

Tous les calculs d'âges sont effectués (2σ) à l'aide du programme de Ludwig ISOPLOT/EX, version 4.15 (Ludwig, 2012) à 95% de confiance en prenant des erreurs à 2σ et les analyses sont également portées à ± 2σ dans les figures. Par contre, ces erreurs sont données à 1σ dans les tableaux.

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

Date d'édition : 10/03/2023

La concordance est calculée selon l'équation

$$\text{Conc} = (\text{Age } ^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}) \times 100 / (\text{Age } ^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U})$$

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

$$\rho_{R_{75}-R_{68}} = ((\sigma_{68}/R_{68})^2 + (\sigma_{75}/R_{75})^2 - (\sigma_{67}/R_{67})^2) / (2 * (\sigma_{68}/R_{68}) * (\sigma_{75}/R_{75}))$$

$R_{75} = ^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$; $R_{68} = ^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$; $R_{67} = ^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$; σ = variation du rapport isotopique concerné.

Dans les tableaux, les concentrations en U et Pb sont estimées à partir des concentrations et des intensités obtenues sur le standard 91500. Ces valeurs doivent être utilisées qualitativement. Les résultats analytiques sont reportés dans l'Annexe 1, et les positionnements des ablations laser sur les images MEB sont reportés dans l'Annexe 2.

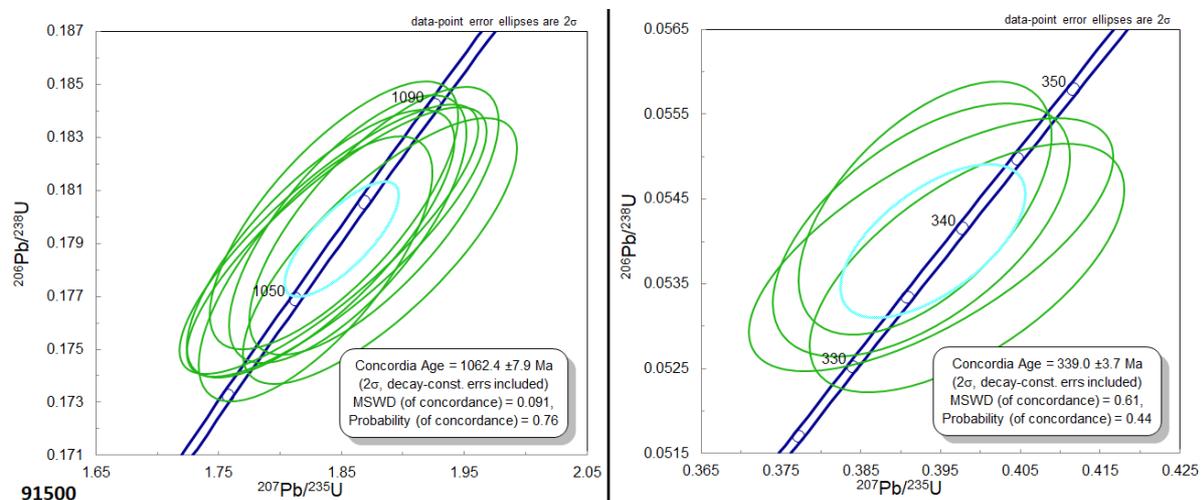


Figure 1 : Diagramme Wetherill : a) Reproductibilité des données obtenues pour le standard de normalisation 91500 pendant toute la période d'analyse, b) Reproductibilité et justesse obtenue sur le zircon standard Plésovice normalisé au zircon 91500 pendant toute la période d'analyse.

2 - RESULTAT D'ANALYSE

L'échantillon Velay1, est un échantillon d'orthogneiss du massif du Velay transmis par M. Beurrier et M. Faure. Les zircons sont petits, incolores à légèrement jaunes, translucides. Ils sont majoritairement allongés avec des cœurs visibles et sont subautomorphes.

Quarante-cinq analyses ont été réalisées sur 45 zircons de cet échantillon. Les résultats sont reportés dans le Tableau 2, Annexe 1. Le repérage de chaque ablation est donné en Annexe 2.

Parmi les 45 données, une analyse n'est pas conservée pour le calcul d'âge car elle présente un rapport $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ inférieur à 1000 traduisant la présence non négligeable de plomb commun et quatre autres analyses sont éliminées car elles présentent un degré de discordance supérieur à 4%.

Les 40 analyses restantes sont représentées dans la Figure 2. Parmi ces 40 analyses, 30 points concordants permettent d'obtenir un âge Néoproterozoïque à **548 ± 3 Ma**, interprété comme âge de cristallisation de cet orthogneiss du Velay.

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

Date d'édition : 10/03/2023

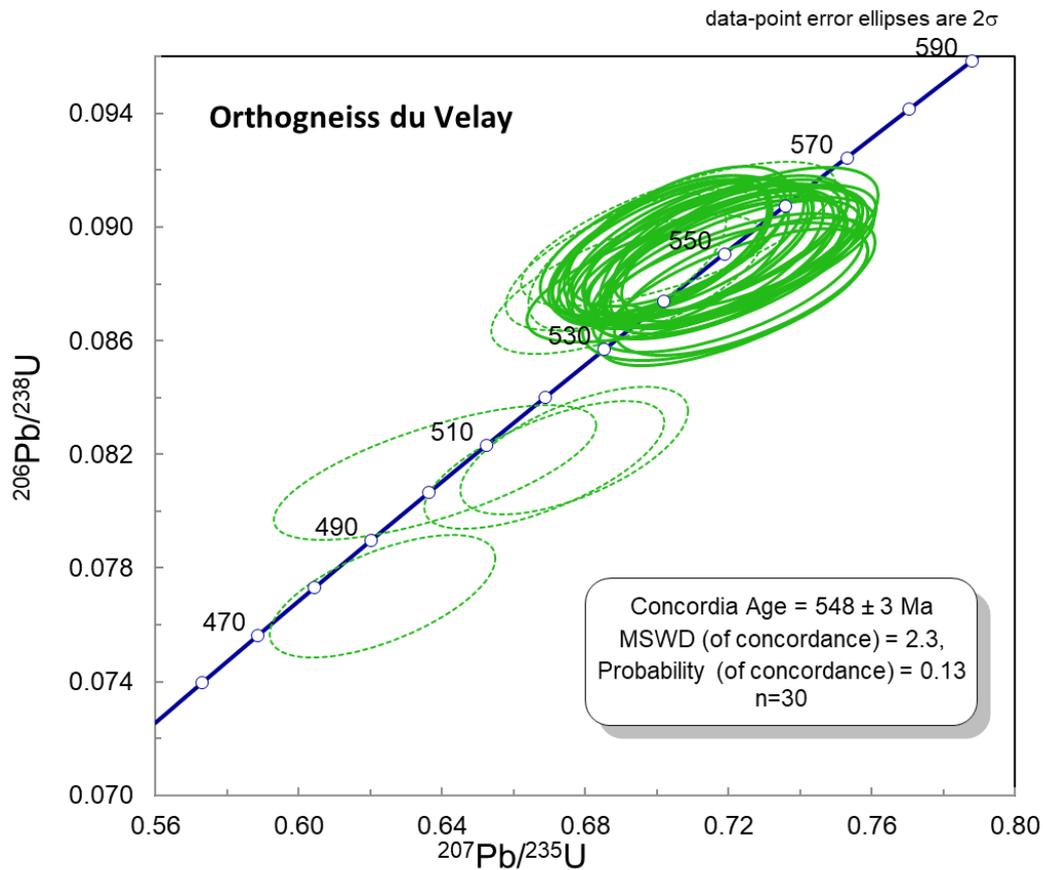


Figure 2 : Ensemble des 40 analyses conservées pour les zircons de l'échantillon du Massif du Velay porté sur le diagramme Concordia de Wetherill. Trente analyses permettent l'obtention d'un âge à 548 ± 3 Ma interprété comme âge de cristallisation.

3 – CONCLUSION

Un âge Néoprotérozoïque à 548 ± 3 Ma est obtenu sur les zircons de l'échantillon Velay 1 correspondant à un orthogneiss du Velay. Il est interprété comme âge de cristallisation de l'orthogneiss.

Pour mémoire, des âges à 301 ± 3 Ma (5 analyses : 2 sur monazites, 3 sur xénotimes) et 260 ± 2 Ma (25 analyses : 18 sur monazites, 7 sur xénotimes) avaient été préalablement obtenus sur monazites et xénotimes et semblent donc correspondre à des épisodes métamorphiques.

4 - REFERENCES

Ludwig K.R., 2012. ISOPLOT A geochronological toolkit for Microsoft Excel. Berkeley Geochronology Center, Spec. Pub. N°5.

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.

Slama J., Kosler J., Condon D.J., Crowley J.L., Gerdes A., Hanchar J.M., Horstwood M.S.A., Morris A.G., Nasdala L., Norberg N., Schaltegger U., Schoene B., Tubrett M.N., Withehouse M.J., 2008. Plesovice

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

Date d'édition : 10/03/2023

zircon – A new natural reference material for U-Pb and Hf isotopic microanalysis. *Chemical Geology*, 249, 1-35.

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

Wiedenbeck M., Allé P., Corfu F., Griffin W.L., Meier M., Oberli F., von Quadt A., Roddick J.C., Spiegel W., 1995. Three natural zircon standards for U-Th-Pb, Lu-Hf, trace element and REE analysis. *Geostandards Newsletter*, 19, 1-23.

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

Date d'édition : 10/03/2023

ANNEXE 1: Résultats analytiques

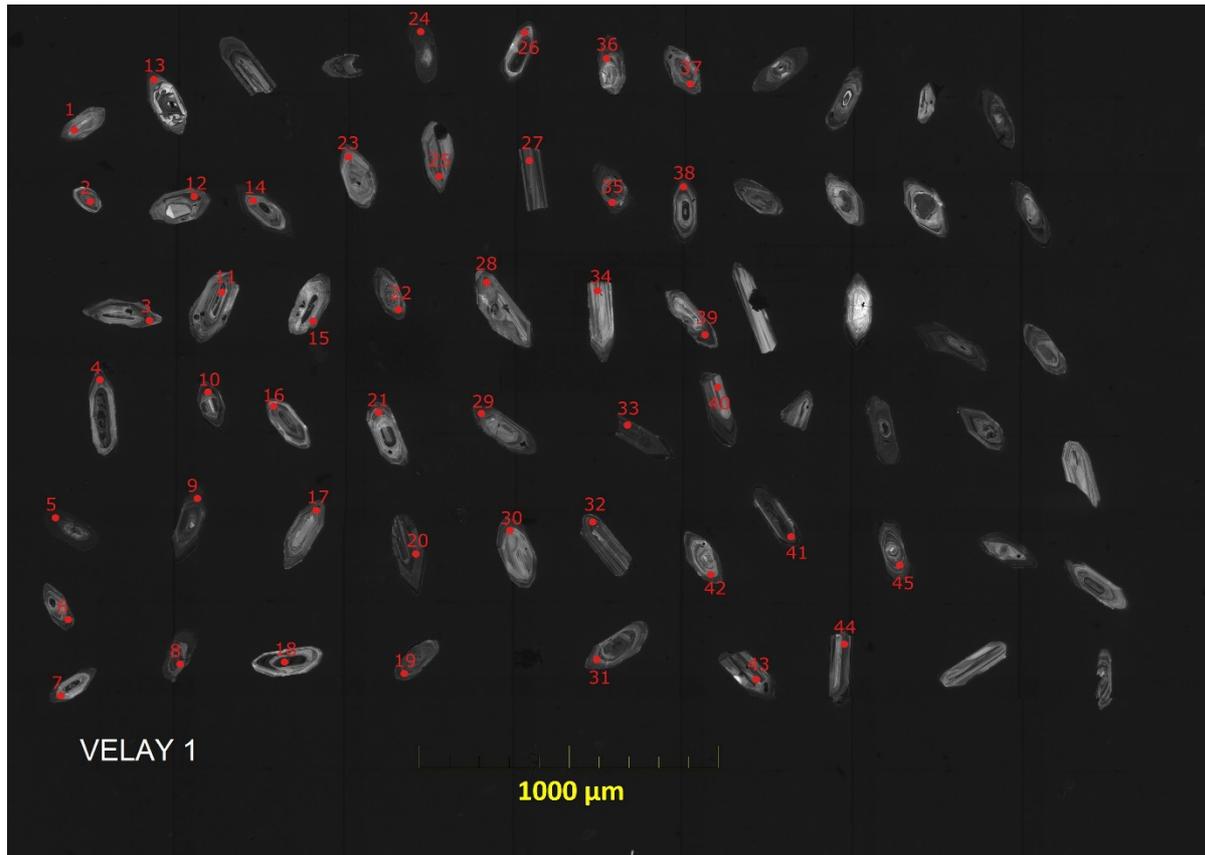
Vélay	ISOTOPIIC RATIOS				AGES				U/Th	U (ppm)	Pb (ppm)	Th (ppm)								
	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb} \pm 1\sigma$	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U} \pm 1\sigma$	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U} \pm 1\sigma$	Rho	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U} \pm 1\sigma$	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U} \pm 1\sigma$	conc	$^{206}\text{Pb}/^{207}\text{Pb}$												
Vélay-1	0.05686	0.00089	0.01321	0.68352	0.08898	0.00101	0.59	485	34	529	8	551	6	104	41	1579	4	213	17	48
Vélay-2	0.05777	0.00090	0.01372	0.70976	0.01182	0.00920	0.00101	521	34	545	8	551	6	101	1	102771	9	339	27	40
Vélay-3	0.05801	0.00079	0.01372	0.70289	0.01183	0.00920	0.00101	530	30	541	7	552	6	102	3	54809	16	561	44	36
Vélay-4	0.05804	0.00086	0.01171	0.01308	0.08936	0.00100	0.59	531	32	546	8	551	6	101	1	88682	8	293	23	37
Vélay-5	0.05795	0.00070	0.01044	0.01074	0.08892	0.00101	0.61	528	27	545	6	549	6	101	1	573510	45	1896	148	42
Vélay-6	0.05863	0.00098	0.02487	0.01510	0.08958	0.00103	0.60	553	36	554	9	553	6	100	1	117268	13	385	30	30
Vélay-7	0.05785	0.00084	0.02091	0.01269	0.08910	0.00100	0.60	524	32	539	8	550	6	102	13	9589	11	399	31	35
Vélay-8	0.05799	0.00076	0.09179	0.01126	0.08876	0.00099	0.60	529	29	534	7	548	6	103	1	190966	15	632	49	42
Vélay-9	0.05842	0.00075	0.71839	0.01156	0.08910	0.00099	0.61	546	28	550	7	550	6	100	19	13109	23	810	63	35
Vélay-10	0.06537	0.00091	0.98546	0.01751	0.11120	0.00125	0.62	786	29	696	9	680	7	98	18	15314	2	739	72	478
Vélay-11	0.05839	0.00087	0.71787	0.01347	0.08890	0.00100	0.61	544	32	549	8	549	6	100	1	87944	2	290	23	152
Vélay-12	0.05796	0.00079	0.70179	0.01197	0.08921	0.00100	0.60	528	30	540	7	551	6	102	1	139104	20	457	36	23
Vélay-13	0.06064	0.00090	0.72281	0.01340	0.08618	0.00097	0.60	627	32	552	8	533	6	96	17	7352	1	424	32	378
Vélay-14	0.05771	0.00092	0.70189	0.01404	0.08935	0.00101	0.61	519	35	540	8	552	6	102	1	84260	8	276	22	33
Vélay-15	0.05813	0.00102	0.71993	0.01596	0.08897	0.00102	0.62	534	39	551	9	549	6	100	1	88706	8	292	23	38
Vélay-16	0.05901	0.00098	0.62343	0.01289	0.07702	0.00088	0.60	567	36	492	8	478	5	97	27	4957	15	504	34	34
Vélay-17	0.05738	0.00081	0.70148	0.01257	0.08917	0.00100	0.62	506	31	540	8	551	6	102	6	23599	12	480	38	39
Vélay-18	0.08001	0.00118	0.47443	0.00832	0.03966	0.00045	0.60	1293	27	394	6	251	3	64	389	591	5	1697	59	320
Vélay-19	0.05780	0.00081	0.70622	0.01268	0.08968	0.00100	0.63	522	31	543	8	554	6	102	1	155968	16	508	40	33
Vélay-20	0.06021	0.00091	0.67888	0.01296	0.08213	0.00092	0.61	611	32	525	8	509	6	97	40	6803	20	971	71	48
Vélay-21	0.05882	0.00087	0.71914	0.01355	0.08870	0.00100	0.62	561	32	550	8	548	6	100	36	2900	10	346	27	34
Vélay-22	0.11029	0.00148	0.27340	0.07793	0.27340	0.00306	0.71	1804	24	1664	15	1558	15	94	1	399457	5	426	103	86
Vélay-23	0.05777	0.00104	0.71178	0.01626	0.08902	0.00102	0.63	521	39	546	10	550	6	101	1	55506	7	182	14	27
Vélay-24	0.05885	0.00081	0.71823	0.01277	0.08884	0.00099	0.63	561	30	550	8	549	6	100	52	5113	25	880	69	35
Vélay-25	0.05834	0.00092	0.70599	0.01431	0.08927	0.00101	0.63	542	35	542	9	551	6	102	47	1823	3	282	22	105
Vélay-26	0.05938	0.00099	0.71980	0.01545	0.08804	0.00100	0.64	581	36	551	9	544	6	99	1	126745	12	420	33	35
Vélay-27	0.05854	0.00092	0.72162	0.01469	0.08897	0.00100	0.64	550	34	552	9	549	6	100	25	3394	5	279	22	52
Vélay-28	0.05906	0.00093	0.72455	0.01483	0.08792	0.00099	0.65	569	34	553	9	543	6	98	1	89113	8	295	23	37
Vélay-29	0.05855	0.00087	0.70857	0.01374	0.08904	0.00100	0.65	550	32	544	8	550	6	101	1	167258	12	547	43	46
Vélay-30	0.05768	0.00096	0.69427	0.01493	0.08886	0.00101	0.64	517	36	535	9	549	6	103	1	60791	7	199	16	28
Vélay-31	0.05821	0.00094	0.71635	0.01514	0.08936	0.00101	0.66	537	36	549	9	552	6	101	4	20270	12	290	23	24
Vélay-32	0.05837	0.00091	0.71735	0.01466	0.08855	0.00100	0.65	544	34	549	9	547	6	100	47	3173	14	485	38	34
Vélay-33	0.06373	0.00095	0.75645	0.01498	0.08461	0.00095	0.67	733	31	572	9	524	6	92	74	4045	5	1022	77	210
Vélay-34	0.05863	0.00103	0.72051	0.01664	0.08901	0.00102	0.67	554	38	551	10	550	6	100	1	62610	3	204	16	79
Vélay-35	0.05977	0.00092	0.66863	0.01371	0.08162	0.00092	0.67	595	34	520	8	506	5	97	1	154576	21	549	40	26
Vélay-36	0.05803	0.00099	0.69178	0.01553	0.08797	0.00100	0.67	531	37	534	9	544	6	102	10	8167	8	274	21	36
Vélay-37	0.05869	0.00097	0.71871	0.01581	0.08895	0.00101	0.68	556	36	550	9	549	6	100	16	6463	12	327	26	27
Vélay-38	0.05891	0.00097	0.71476	0.01571	0.08921	0.00100	0.68	564	36	548	9	551	6	101	1	136602	12	444	35	36
Vélay-39	0.05908	0.00093	0.71970	0.01523	0.08852	0.00100	0.69	570	34	551	9	547	6	99	1	170533	14	558	44	39
Vélay-40	0.05826	0.00100	0.71634	0.01635	0.08890	0.00101	0.69	539	38	549	10	549	6	100	1	79813	8	260	21	34
Vélay-41	0.05864	0.00092	0.72147	0.01536	0.08754	0.00098	0.70	554	34	552	9	541	6	98	1	399781	18	1321	103	74
Vélay-42	0.05762	0.00123	0.71216	0.01985	0.08850	0.00104	0.70	515	46	546	12	547	6	100	1	51349	4	168	13	42
Vélay-43	0.05737	0.00128	0.63805	0.01844	0.08137	0.00097	0.70	505	49	501	11	504	6	101	1	118731	1	422	31	390
Vélay-44	0.05885	0.00113	0.70592	0.01792	0.08977	0.00104	0.70	562	41	542	11	554	6	102	1	47867	6	154	12	25
Vélay-45	0.05910	0.00099	0.71903	0.01631	0.08773	0.00099	0.71	571	36	550	10	542	6	99	1	143683	15	473	37	31

Tableau 2 : Résultats analytiques obtenus sur les zircons de Vélay. Les analyses en italique, montrant une contamination en Pb/mB commun soit une discordance de plus de 4%, ne sont pas utilisées pour les calculs.

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

Date d'édition : 10/03/2023

ANNEXE 2 : Zircons sélectionnés pour le montage en section polie et repérage des cratères d'ablation LA-ICP-MS sur imagerie MEB (Les cratères ont tous été réalisés à 25 μm de diamètre)



Fin du rapport d'essai