


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

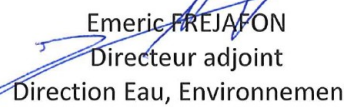
Réf. Offre : OFF-2022-0263 V1 Réf. Commande : Réf. Demande : 22-1-021-B Nom de projet : FP22DGR002 Date d'édition : 10/03/2023	DENIS THIEBLEMONT DGR/OEG d.thieblemont@brgm.fr
--	---

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.

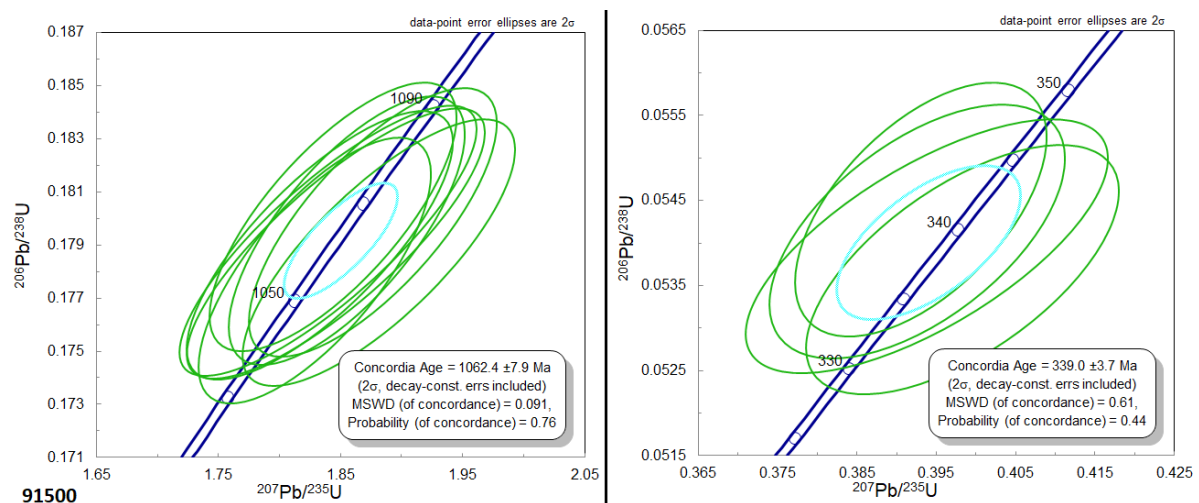


Figure 1 : Diagramme Wetherill : a) Reproductibilité des données obtenues pour le standard de normalisation 91500 pendant toute la période d'analyse, b) Reproductibilité et justesse obtenue sur le zircon standard Plésovice normalisé au zircon 91500 pendant toute la période d'analyse.

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

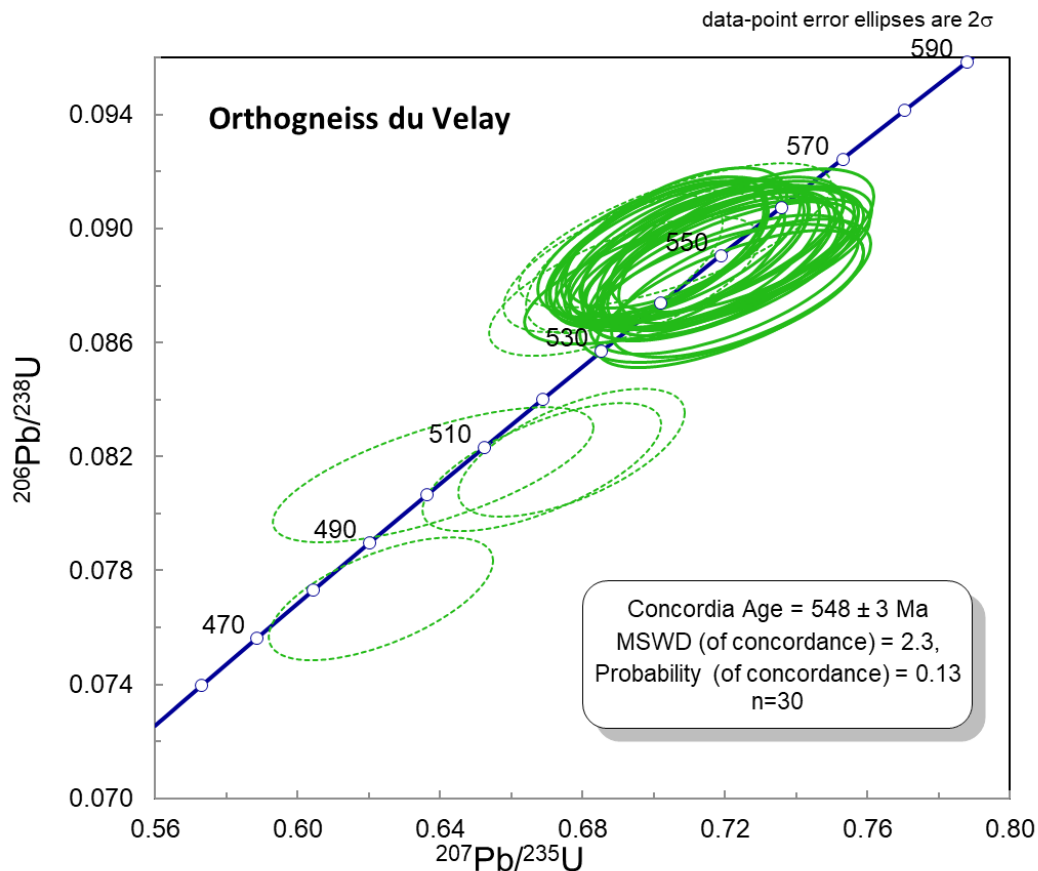


Figure 2 : Ensemble des 40 analyses conservées pour les zircons de l'échantillon du Massif du Velay porté sur le diagramme Concordia de Wetherill. Trente analyses permettent l'obtention d'un âge à **548 \pm 3 Ma** interprété comme âge de cristallisation.

3 – CONCLUSION

Un âge Néoprotérozoïque à **548 \pm 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 \pm 3 Ma (5 analyses : 2 sur monazites, 3 sur xénotimes) et 260 \pm 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

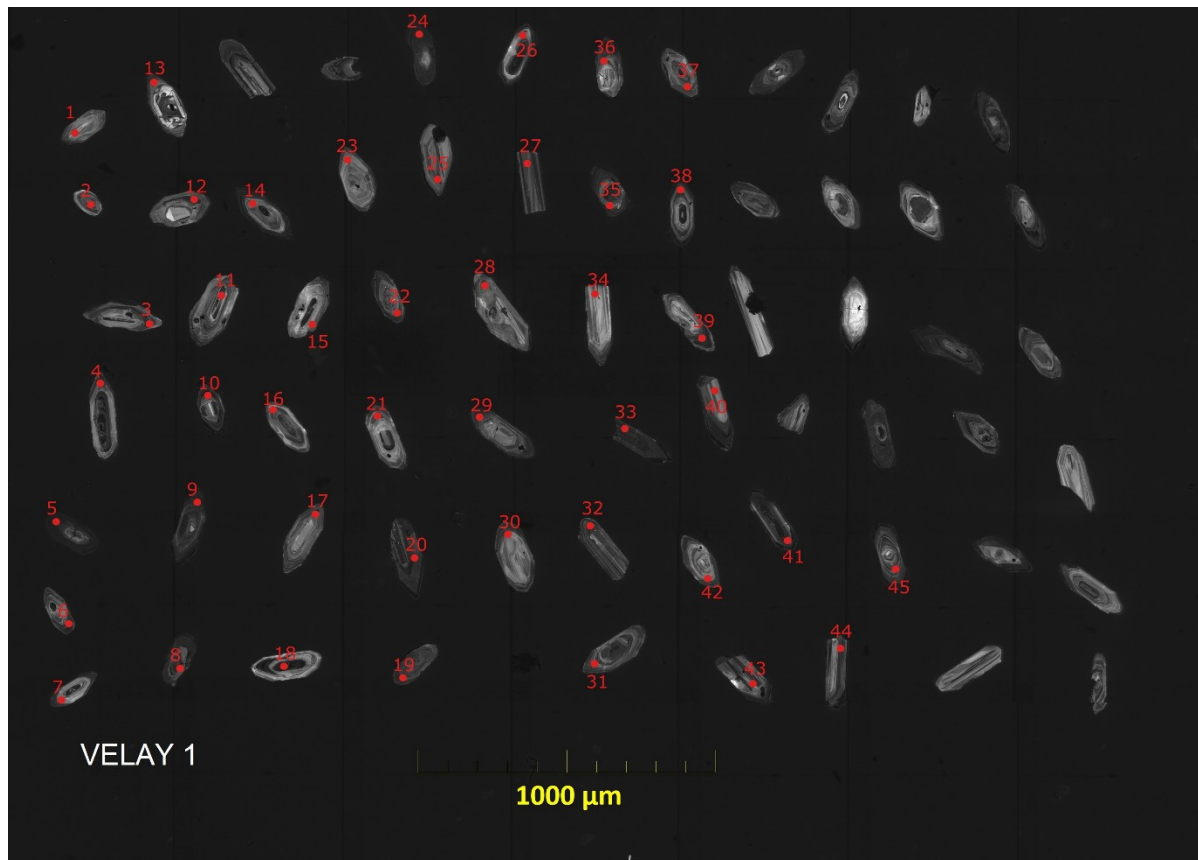
Vélay	ISOTOPIIC RATIOS		Ages		conc.	²⁰⁶ Pb	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	²⁰⁸ Pb/ ²⁰⁶ Pb	U/Th	U (ppm)	Pb (ppm)	Th (ppm)
	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb ±1σ	²⁰⁸ Pb/ ²⁰⁶ Pb ±1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb ±1σ	²⁰⁸ Pb/ ²⁰⁶ Pb ±1σ								
Vélay-1	0.05686	0.00089	0.68352	0.01321	104	41	1579	4	213	17	48	
Vélay-2	0.05777	0.00090	0.70976	0.01372	101	1	102771	9	339	27	40	
Vélay-3	0.05801	0.00079	0.70289	0.01183	102	3	54809	16	561	44	36	
Vélay-4	0.05804	0.00086	0.71171	0.01308	101	1	88682	8	293	23	37	
Vélay-5	0.05795	0.00070	0.71044	0.01074	101	1	573510	45	1896	148	42	
Vélay-6	0.05863	0.00098	0.72487	0.01510	100	1	117268	13	385	30	30	
Vélay-7	0.05785	0.00084	0.70091	0.01269	102	13	9589	11	399	31	35	
Vélay-8	0.05799	0.00076	0.69179	0.01126	103	1	190966	15	632	49	42	
Vélay-9	0.05842	0.00075	0.71839	0.01156	100	19	13109	23	810	63	35	
Vélay-10	0.06537	0.00091	0.98546	0.01751	98	18	15314	2	739	72	478	
Vélay-11	0.05839	0.00087	0.71787	0.01347	100	1	87944	2	290	23	152	
Vélay-12	0.05796	0.00079	0.70179	0.01197	102	1	139104	20	457	36	23	
Vélay-13	0.06064	0.00090	0.72281	0.01340	96	17	7352	1	424	32	378	
Vélay-14	0.05771	0.00092	0.70189	0.01404	102	1	84260	8	276	22	33	
Vélay-15	0.05813	0.00102	0.71993	0.01596	100	1	88706	8	292	23	38	
Vélay-16	0.05901	0.00098	0.62343	0.01289	97	27	4957	15	504	34	34	
Vélay-17	0.05738	0.00081	0.70148	0.01257	102	6	23599	12	480	38	39	
Vélay-18	0.0601	0.00118	0.47443	0.00832	64	389	591	5	1697	59	320	
Vélay-19	0.05780	0.00081	0.70622	0.01268	102	1	155968	16	508	40	33	
Vélay-20	0.06021	0.00091	0.67888	0.01296	97	40	6803	20	971	71	48	
Vélay-21	0.05882	0.00087	0.71914	0.01355	100	36	2900	10	346	27	34	
Vélay-22	0.11029	0.00148	4.14954	0.07793	94	1	399457	5	426	103	86	
Vélay-23	0.05777	0.00104	0.71178	0.01626	101	1	55506	7	182	14	27	
Vélay-24	0.05885	0.00081	0.71823	0.01277	100	52	5113	25	880	69	35	
Vélay-25	0.05834	0.00092	0.70599	0.01431	102	47	1823	3	282	22	105	
Vélay-26	0.05938	0.00099	0.71980	0.01545	99	1	126745	12	420	33	35	
Vélay-27	0.05854	0.00092	0.72162	0.01469	100	25	3394	5	279	22	52	
Vélay-28	0.05906	0.00093	0.72455	0.01483	98	1	89113	8	295	23	37	
Vélay-29	0.05855	0.00087	0.70857	0.01374	101	1	167258	12	547	43	46	
Vélay-30	0.05768	0.00096	0.69427	0.01493	103	1	60791	7	199	16	28	
Vélay-31	0.05821	0.00094	0.71635	0.01514	101	4	20270	12	290	23	24	
Vélay-32	0.05837	0.00091	0.71735	0.01466	100	47	3173	14	485	38	34	
Vélay-33	0.06373	0.00095	0.75645	0.01498	92	74	4045	5	1022	77	210	
Vélay-34	0.05863	0.00103	0.72051	0.01664	100	1	62610	3	204	16	79	
Vélay-35	0.05977	0.00092	0.66863	0.01371	97	1	154576	21	549	40	26	
Vélay-36	0.05803	0.00099	0.69178	0.01553	102	10	8167	8	274	21	36	
Vélay-37	0.05869	0.00097	0.71871	0.01581	100	16	6463	12	327	26	27	
Vélay-38	0.05891	0.00097	0.71476	0.01571	101	1	136602	12	444	35	36	
Vélay-39	0.05908	0.00093	0.71970	0.01523	99	1	170533	14	558	44	39	
Vélay-40	0.05826	0.00100	0.71634	0.01635	100	1	79813	8	260	21	34	
Vélay-41	0.05864	0.00092	0.72147	0.01536	98	1	399781	18	1321	103	74	
Vélay-42	0.05762	0.00123	0.71216	0.01985	100	1	51349	4	168	13	42	
Vélay-43	0.05737	0.00128	0.63805	0.01844	101	1	118731	1	422	31	390	
Vélay-44	0.05885	0.00113	0.70592	0.01792	101	1	47867	6	154	12	25	
Vélay-45	0.05910	0.00099	0.71903	0.01631	99	1	143683	15	473	37	31	

Tableau 2 : Résultats analytiques obtenus sur les zircons de Vélay. Les analyses en ligne, 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