Muséum National d'Histoire Naturelle

de Paris

Et

Université de Perpignan Via Domitia

Datation des systèmes karstiques étagés et incision des vallées dans la moitié orientale des Pyrénées : Le cas de l'Ariège dans la région de Tarascon.

Master « Evolution, Patrimoine Naturel et Sociétés »

Spécialité « Quaternaire et Préhistoire »

BOURDET Audry

Directeurs et tuteurs : Magali Delmas[1] et Marc Calvet[2]

2013/2014

[1]Delmas Magali, MC, Dpt. de Géographie et Aménagement, Equipe MEDI-TERRA

[2]Marc Calvet, Pr., Dpt. de Géographie et Aménagement, Equipe MEDI-TERRA

Sommaire

Remerciements **5**

INTRODUCTION **7**

1 Formation des karsts et paléokarsts **11**

2 Les cadres de l'étude **23**

3 Méthode **36**

4 Résultats **57**

CONCLUSION **85**

Références bibliographiques **88**

Liste des figures **94**

Liste des tableaux **96**

Annexes **97**

Table des matières **117**

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les Responsables de la spécialité « Quaternaire et Préhistoire » du Master « Evolution, Patrimoine Naturel et Sociétés » du MNHN, Messieurs les Professeurs François Sémah et Denis Vialou de m'avoir permis de suivre ce cursus.

Je tiens également à remercier le BRGM d'avoir financé ce projet de Master, dans le cadre de son nouveau programme national, le Référentiel Géologique de France, ainsi que la DRAC Midi-Pyrénées d'avoir autorisé, exceptionnellement, l'échantillonnage et le travail dans la grotte de Niaux.

J'exprime toute ma gratitude à Magali Delmas et à Marc Calvet qui m'ont encadrée depuis ma première année de Master. Je leur suis très reconnaissante des connaissances qu'ils ont su me transmettre sur la géomorphologie des Pyrénées. Cette année a été pour moi l'occasion de vivre, pas à pas, l'élaboration d'un raisonnement scientifique avec des avancées, des remises en question et des recommencements.

Je tiens aussi sincèrement à remercier Jean-Jacques Bahain, Pierre Voinchet et Simon Puaud qui ont largement contribué à l'élaboration de ce mémoire à travers leurs conseils, leur disponibilité et leur soutien.

Mes remerciements vont également à Didier Bourlès et Régis Braucher pour m'avoir accueillie au LN2C/CEREGE, ainsi qu'à Frédéric Chauvet pour m'avoir encadrée au cours de la préparation des échantillons en laboratoire.

Je voudrais aussi remercier pleinement Patrick Sorriaux, pour avoir guidé mon travail et pour m'avoir fourni les nombreux documents bibliographiques à partir desquels j'ai très largement travaillé cette année. Je tiens tout autant à remercier Luc Wahl et Max Nicol qui se sont toujours montrés présents pour m'accompagner sur le terrain.

INTRODUCTION

Depuis l'achèvement, en 2011, de la carte géologique de la France au 1 : 50 000, le BRGM travaille à l'élaboration du nouveau programme national, le Référentiel Géologique de France (RGF), dont l'objectif est l'acquisition et la diffusion des données géologiques en trois dimensions - en quatre dimensions si l'on tient compte du facteur temps. Le conseil scientifique du RGF a sélectionné la chaine des Pyrénées et son bassin d'avant-pays comme premier chantier régional. Dans le cadre de ce programme, l'étude du domaine pyrénéen est l'occasion d'aborder de nouvelles méthodes parfois uniques pour cet ensemble géologique (Figure 1 et Figure 2).

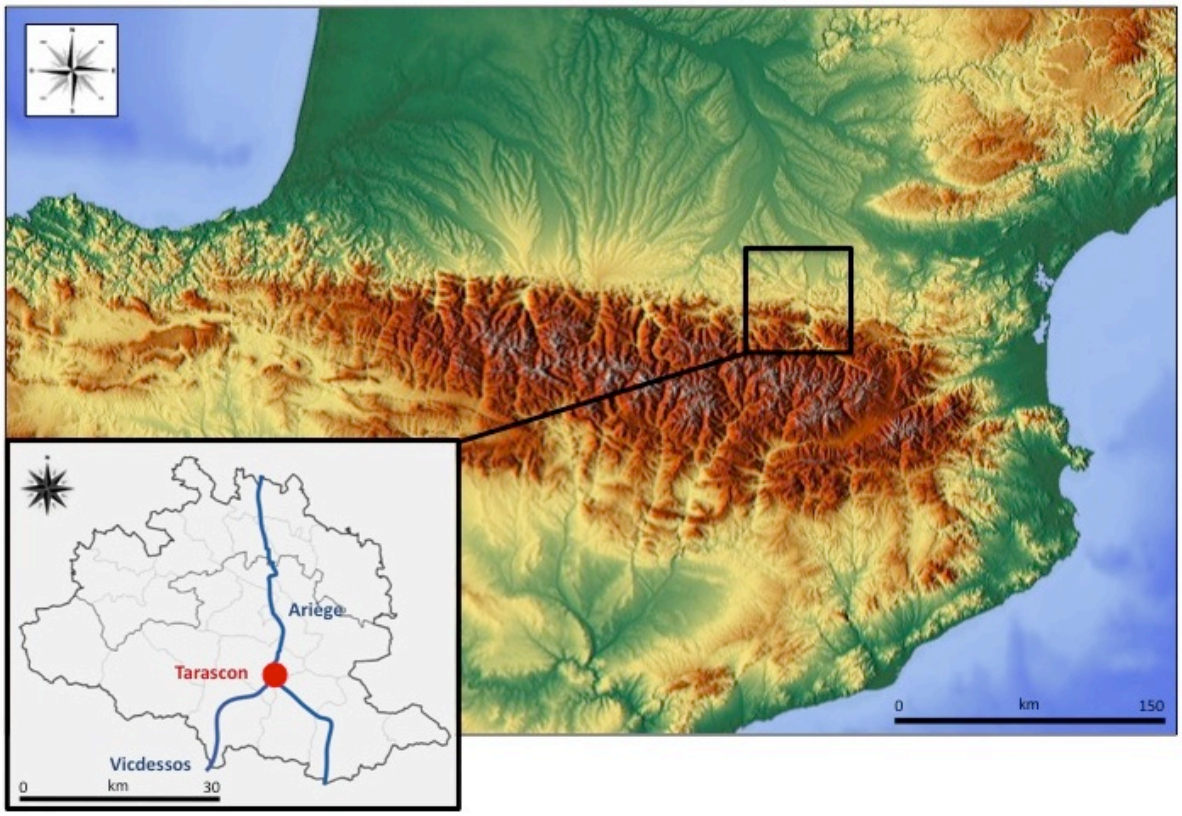

Figure 1 : Localisation du département de l'Ariège et du bassin de Tarascon dans la chaine des Pyrénées.

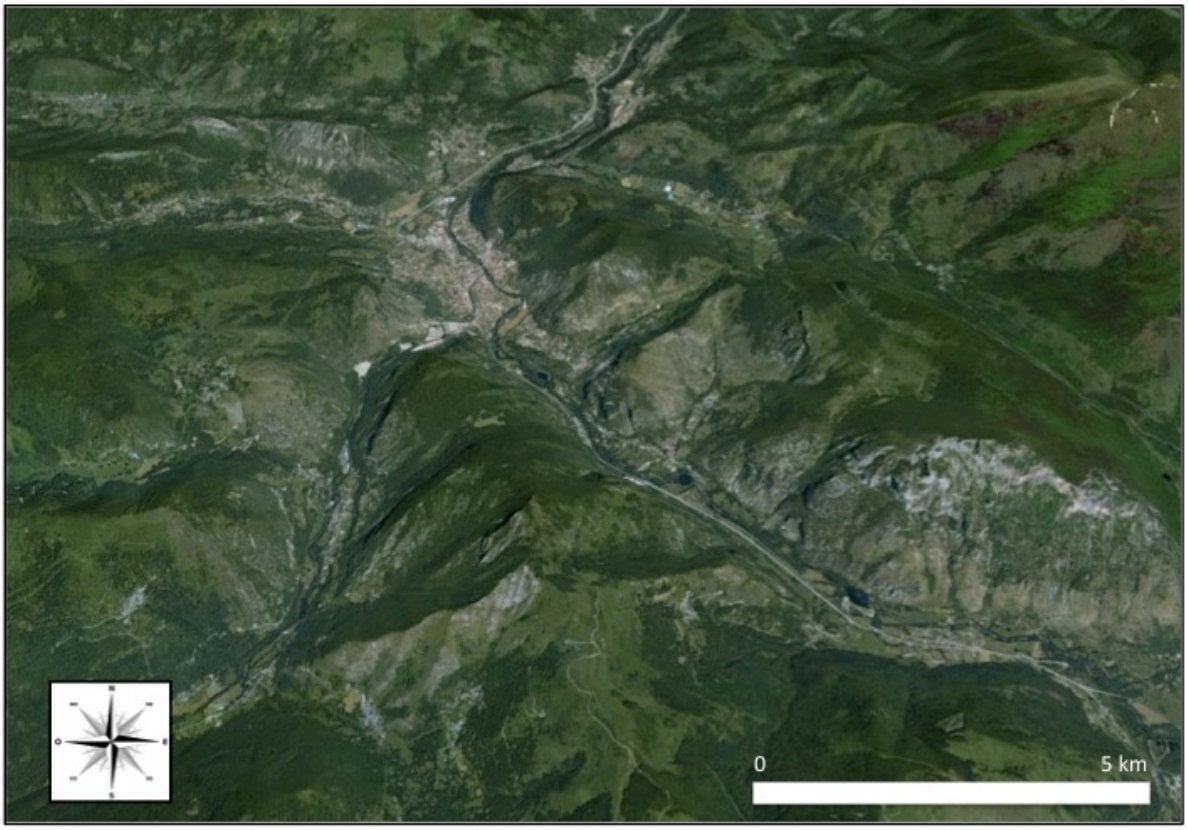

Figure 2 : Vue aérienne du bassin de Tarascon sur Ariège (Google Earth).

Ce mémoire s'inscrit dans un programme de recherche fondé sur l'exploration des karsts pyrénéens afin de reconstituer l'évolution du relief à plusieurs échelles de temps et ce à partir de l'étude de la vitesse d'incision des vallées depuis le Miocène, de la cyclicité des fluctuations climatiques quaternaires, tout en tenant compte de l'impact des phases froides glaciaires.

L'utilisation du karst comme marqueur paléoenvironnemental, et plus encore l'étude des remplissages karstiques, présentent un grand intérêt car le karst est un milieu conservateur dans lequel sont partiellement préservés les sédiments allogènes d'origine alluviale ou glaciaire. Les premiers sont témoins de la position du fond de vallée à un moment donné. Les seconds résultent d'épisodes de réactivation du paléokarst survenues au cours des phases d'englacement quaternaires. La forme des galeries et le modelé de détail observable sur les parois de ces dernières, au détriment de l'encaissant calcaire, renseignent quant à eux les modalités de mise en place du réseau karstique, en particulier les modalités de creusement, de comblement et de vidange des galeries.

L'objectif de ce travail est de faire un inventaire des galeries karstiques du bassin de Tarascon et des dépôts allogènes qu'elles renferment afin de mettre en place le cadre spatial et temporel de l'incision de la vallée de l'Ariège. Les données obtenues devraient permettre de déterminer les taux d'incision de la vallée sur un pas de temps de 1 à 5 Ma. La démarche de recherche mise en œuvre pour atteindre cet objectif repose sur quatre points fondamentaux que sont (i) le recensement des galeries connues et des topographies réalisées par le Spéléoclub de Tarascon, (ii) leur pointage sur un fond topographique, (iii) l'exploration de ces galeries, bien souvent des cavités de quelques mètres de long, afin de repérer et de caractériser les dépôts allogènes qu'elles renferment, et enfin (iv) l'échantillonnage de ces dépôts allogènes afin de les dater à partir de la mesure des nucléïdes cosmogéniques et l'application de la méthode d'enfouissement. Etant donné des délais pour l'obtention de données cosmogéniques, les résultats de ces datations ne sont pas présentés dans ce mémoire.

L'orogenèse pyrénéenne et la mise à nu des substrats calcaires s'accompagnent d'une intense fracturation. Lorsque celle-ci affecte les masses calcaires de la Zone Nord-Pyrénéenne la fracturation s'accompagne du phénomène de karstification que l'on observe au sein d'un véritable couloir qui s'étire d'est en ouest. Ainsi, compte tenu de la répartition des affleurements calcaires dans le bassin de l'Ariège, l'essentiel des cavités karstiques se situent aux abords du bassin tarasconnais (Figure 3).

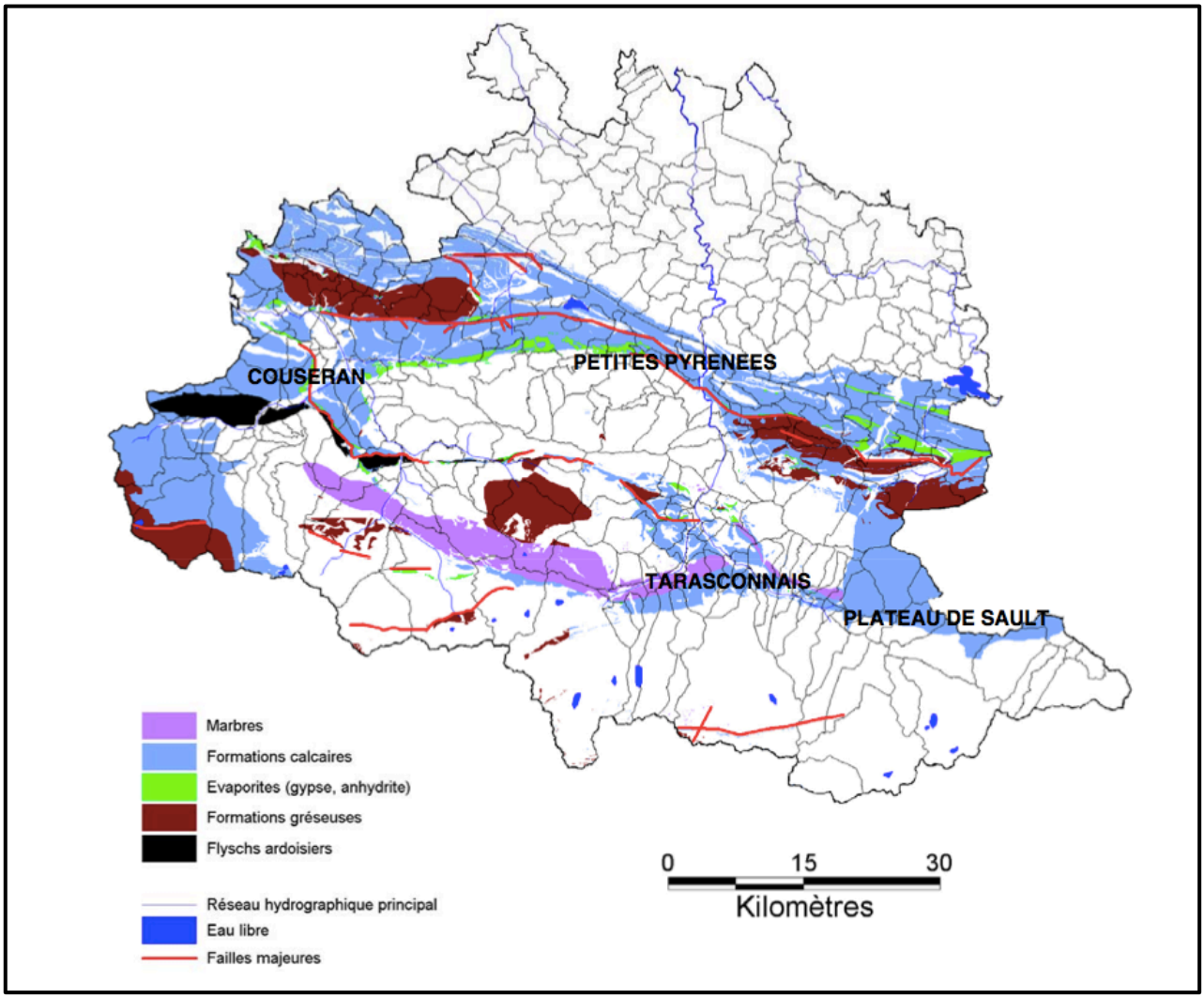

Figure 3 : Répartition des grands ensembles lithologiques de l'Ariège dans lesquels se sont formées les cavités naturelles (affleurements calcaires en bleu clair) (d'après Bouroullec *et al.* 2006).

1 Formation des karsts et paléokarsts

Le mot « karst » tient son origine du terme allemand Karst, désignant une région de plateaux calcaires de Slovénie dont le nom est Kras. Cette région est en effet traditionnellement reconnue comme présentant l'essentiel des formes que l'on peut rencontrer en milieu calcaire.

D'une façon générale, le karst est un type de relief affectant les paysages calcaires (ou tout autre terrain soluble), principalement du fait de la dissolution de leurs roches par les eaux météoriques chargées en gaz carbonique (eaux de surface). La notion de karst définit d'une part, les phénomènes de dissolution/ruissellement en surface et, d'autre part, les phénomènes de dissolution/circulation en profondeur. C'est donc l'association de formes superficielles (exokarstiques) à un système de drainage souterrain (endokarstique), appelé réseau karstique.

La formation et le développement des réseaux karstiques relèvent d'un processus dynamique difficilement perceptible à l'échelle humaine mais relativement rapide à l'échelle des temps géologiques, soit seulement quelques dizaines de milliers d'années au maximum. Ce processus est appelé karstification (Ford & Williams 2007, Palmer 2007, Bakalowicz 1979).

1.1 Introduction à la karstification

Si la définition du karst reste ambiguë en raison de la diversité des modelés karstiques (cavités, lapiaz, dolines, poljé, hums, vallées sèches, avens etc.) et de la complexité du phénomène, la notion de karstification quant à elle intègre les critères génétiques et permet la conceptualisation du phénomène étudié (Viala 2000). Alors que le terme désigne un processus général d'usure et de transformation des roches carbonatées par les eaux météoritiques, le terme de spéléogenèse renvoie plus directement à nos recherches dans la mesure où celui-ci définit l'ensemble des processus physiques et chimiques à l'origine du creusement de l'endokarst. Aussi, les conditions nécessaires au développement du karst, en tant que réseau souterrain, reposent sur des facteurs à la fois internes et externes (Flugël 2004).

1.1.1 Les facteurs internes

Les facteurs internes sont donnés par la nature lithologique (caractéristiques physico-chimiques, composition minéralogique, porosité primaire, etc.) et les propriétés structurales du massif (fractures et fissures diverses) ;

L'infiltration et la circulation de l'eau à l'intérieur d'un massif carbonaté se fait par un réseau de voies de pénétration directement contraintes, à petite échelle, par la porosité de la roche. La porosité définit les vides de petite taille ou microfissures à l'intérieur de la roche. S'ils sont isolés l'eau ne pénètre pas (imperméabilité) mais s'ils sont interconnectés l'eau s'infiltre et agrandit petit à petit les vides par dissolution de la roche (perméabilité « en petit »). A grande échelle, bien d'autres discontinuités favorisent la circulation de l'eau parmi lesquelles les discontinuités d'origine synsédimentaires (joints de stratification) ou les discontinuités d'origine tectonique (failles, fractures, diaclases et fissures diverses). A cette échelle d'observation on considère la grande majorité des formations carbonatées comme perméables car on observe globalement une densité de fissure élevée (perméabilité « en grand »). Deux autres processus mécaniques doivent être précisés, bien qu'ils n'interviennent qu'après la formation des conduits karstiques, ce sont les effondrements de voûtes (effondrement bloc à bloc ou généralisé et instantané) et les phénomènes de détente des parois (détachement des blocs).

1.1.2 Les facteurs externes

Les facteurs externes sont donnés essentiellement par le potentiel de karstification, c'est-à-dire la quantité d'eau et de CO_2 disponibles et nécessaires à la dissolution efficace de la roche et la morphologie du relief extérieur. Ces paramètres font directement référence au processus d'érosion chimique dont le principe de base est celui de la dissolution. A ce processus chimique il faut ajouter celui de l'érosion mécanique qui agit directement sur la roche de l'encaissant. L'eau circule en effet à travers le massif carbonaté et entraîne avec elle des particules minérales (argile, sable, galet, etc.). Aussi, Dès lors que l'énergie du courant atteint une vitesse suffisante, ces éléments érodent les parois des conduits karstiques et contribuent à l'élargissement de ces derniers.

Erosion chimique et principe de dissolution des roches carbonatées :

La karstification se fait par dissolution des roches carbonatées au contact de l'eau chargée en acide carbonique (H_2CO_3). Celui-ci résulte de la dissolution du gaz carbonique présent dans l'atmosphère dans les eaux de surface ($H_2O + CO_2 \rightarrow H_2CO_3$). On parle de karsts hydrothermaux lorsque le processus de dissolution fait intervenir des eaux et du dioxyde de carbone d'origine profonde, mais le principe de dissolution reste le même.

La réaction chimique à l'origine de la dissolution des roches carbonatées est la suivante : $CaCO_3 + H_2O + CO_2 \leftrightarrow Ca(HCO_3)_2$ où $CaCO_3$: Carbonate de calcium (calcite), H_2O : Eau CO_2 : Dioxyde de carbone et $Ca(HCO_3)_2$: Hydrogénocarbonate de calcium (bicarbonate de calcium) (Salomon 2006).

L'eau chargée en gaz carbonique dissout le carbonate de calcium pour former un sel dissous de bicarbonate de calcium. Ces derniers sont transportés par les eaux de drainage à travers les discontinuités du massif. Ce processus contribue à élargir progressivement les vides initiaux et en façonne les parois jusqu'à donner, à long terme, de véritables réseaux karstiques. Si le CO_2 est relâché dans l'atmosphère (CO_2 agressif), le carbonate de calcium est alors précipité et cristallise naturellement sous forme de calcite ou plus rarement d'aragonite. On peut ainsi lire la formule chimique indiquée ci-dessus dans les deux sens.

Quantité de CO_2 disponible

Le dioxyde de carbone est naturellement présent dans l'atmosphère et ses concentrations atteignent environ 0,03% par volume. Mais sa concentration est nettement supérieure dans les sols (entre 2% et 10%) du fait d'un enrichissement lié à la respiration des racines des plantes et à la décomposition de matières organiques. Ainsi, quand l'eau s'infiltre depuis la surface elle traverse un couvert végétal dense sur un manteau pédologique et s'enrichit fortement en gaz carbonique favorisant ainsi l'agressivité de l'eau (acidité) et donc le processus de karstification.

La solubilité du gaz carbonique dans l'eau, et donc indirectement la dissolution et la précipitation du carbonate de calcium, obéit à la loi de Henry selon laquelle « à température constante et à saturation, la quantité de gaz dissout dans un liquide est proportionnelle à la

pression exercée par ce gaz sur le liquide ». La loi de Henry régit donc le comportement des gaz mis en contact avec les liquides. Ainsi, en admettant que les gaz sont solubles dans les liquides, la quantité de gaz dissout sera fonction de :

- **la pression partielle du gaz** : c'est-à-dire la différence entre la pression du gaz carbonique dissout dans l'eau (CO_2 d'équilibre) et la pression du CO_2 présent naturellement dans l'atmosphère.
- **la température** : en théorie plus une eau est froide plus elle peut mettre en solution de gaz carbonique (eau de fusion glaciaire ou nivale).
- **la durée du contact gaz/liquide** : le gaz est dissout progressivement selon une courbe exponentielle jusqu'à « saturation ». Si la pression du CO_2 dissout dans l'eau est sensiblement équivalente à celle du CO_2 présent dans l'air, comme à l'intérieur des conduits de grandes dimensions par exemple, les eaux sursaturées libèrent du CO_2 et précipitent le carbonate de calcium. Ce phénomène est à l'origine de la formation des spéléothèmes.

Quantité d'eau disponible

La quantité d'eau disponible doit être envisagée à travers les notions d'alimentation (débit) et de renouvellement (temps de contact eau/roche). Ce paramètre peut être traduit en terme d'énergie hydrodynamique, dont l'évolution dans le temps et dans l'espace dépend essentiellement de la climatologie (température, précipitations, enneigement, couverture végétale, etc.), du relief (dénivellation entre le zone d'absorption et le niveau de base) et plus largement de la morphologie de surface (Rodet 2002). En effet, la topographie et les processus géodynamiques influencent très largement la géométrie des réseaux souterrains. Ainsi, le rôle du relief, comme facteur des conditions hydronynamiques, est déterminant pour la circulation hydrologique souterraine et permet d'introduire la notion de niveau de base.

1.2 Spéléogenèse, variations du niveau de base et réseaux étagés

1.2.1 Quelques notions de spéléogenèse

Si la plupart des réseaux karstiques résultent de l'infiltration et de la circulation des eaux météoriques le long des discontinuités du massif (spéléogenèse épigène), c'est le mode de circulation de l'eau qui détermine la répartition des différentes zones du karst et la géométrie des réseaux. De ce fait, on distingue deux zones principales : la zone non saturée et la zone saturée.

- La **zone non saturée** comprend la zone d'absorption ou épikarstique (Mangin 1975) et la zone vadose. Dans cette portion de l'endokarst, l'eau s'infiltre et circule librement à travers les conduits souterrains selon un modèle principalement vertical ;

- La **zone saturée** est caractérisée par une zone noyée, dont l'extrémité supérieure correspond à la surface de la nappe phréatique, évolue principalement sous la surface piézométrique. C'est une zone de transfert horizontal, dite zone d'écoulement forcé, par laquelle l'eau est acheminée vers l'exutoire par un drain principal. Enfin, la zone épinoyée qui lui est associée est définit comme une zone de battement, dont les conduits horizontaux sont parfois noyés, parfois dénoyés selon les variations du niveau de la nappe phréatique (Ford & Williams 2007). Le karst peut alors être définit comme un aquifère, un terrain perméable contenant une nappe d'eau souterraine.

Enfin, les formes que l'on rencontre dans l'endokarst (microformes et macroformes) s'apparentent à de véritables données paléogéographiques qui résultent des dynamiques d'écoulement de l'eau à travers les conduits souterrains (Tableau 1).

	Forme (liée à l'eau)	Nom	Dimensions / Position	Information paléogéographique
Macroformes		Galerie syngénétique	Section métrique à plurimétrique Position horizontale ou sub-horizontale	Creusement en régime noyé Ecoulements rapides
		Galerie paragénétique		Creusement sous écoulement libre, de vitesse variable (accumulation sédimentaire synchrone)
		Galerie		Creusement en régime noyé et écoulements rapides puis remodelage de la section par écoulements libres et ponctuels
		Galerie en trou de serrure		Creusement en régime noyé puis surcreusement de la section par écoulements libres et relativement permanents
		Galerie méandriforme		Creusement en régime vadose Ecoulements libres et rapides
		Galerie décalée		Creusement en régime noyé et écoulements rapides puis perturation tectonique sur faille ou diaclase
		Puits	Section métrique à plurimétrique Position verticale ou sub-verticale	Creusement gravitaire en régime noyé
		Grandes Salles (vue en plan)	jusqu'à plusieurs centaines de mètres, en hauteur comme en largeur	Creusement de niveaux facilement érodables le plus souvent sous un toit calcaire ou dans des zones de détente mécanique (proximité de versant) Indication géologique
Microformes		Vagues d'érosion	Longueur et largeur pluricentimétriques Présentes sur les parois de galeries	Pour les galeries creusées en régime noyé, indication du sens et de la vitesse d'écoulement
		Flutes	Longueur pluricentimétrique largeur centimétrique Présentes sur les parois de galeries	Dissolution prolongée des parois par un écoulement (perpendiculaire à l'allongement des flutes) de vitesse particulièrement régulière
		Coupoles de dissolution	Diamètre pluricentimétrique à métrique Présentes sur les plafonds	Dissolution par des écoulements ascendants, rapides et sous pression (syngénétisme ou paragénétisme), par effet de tourbillons engendrés sur une hétérogénéité de la roche
		Chenaux anastomosés ou en sillon	Section pluricentimétrique Présents sur les plafonds, planchers et parois	Dissolution par des écoulements sous pression rapides (souvent à l'interface roche-sédiments, par paragénétisme) pour les plafonds et parois Dissolution par écoulements libres et lents pour les planchers

Tableau 1 : Récapitulatif des différentes formes endokarstiques façonnées par les écoulements (d'après Perroux 2005).

1.2.2 Le niveau de base

La notion de niveau de base repose sur un concept hydrodynamique. C'est une surface à partir de laquelle l'énergie cinétique des cours d'eau se dissipe totalement. Si cette définition fait référence à la notion de niveau de base au sens large du terme, le niveau de base karstique quant à lui ne peut se définir qu'en fonction de la position du système karstique par rapport à une surface aquatique de référence, donnée dans notre étude par la surface piézométrique de fond de vallée (Maire 1990).

L'eau s'écoule sous de l'action de la pesanteur à laquelle elle est soumise. Lorsque l'action de la gravité est prépondérante, le mouvement de l'eau qui s'écoule du haut vers le bas, soit d'un point de pression élevé vers un point de pression plus bas, est dit gravitaire (Salomon 2006) – en parallèle des forces de capillarité et d'absorption. Ainsi, l'eau s'infiltre depuis la surface et circule dans le massif jusqu'à émerger en un point unique que l'on appelle le niveau de base karstique, théoriquement en relation avec le point topographique le plus bas du massif. En effet, si l'écoulement souterrain n'est pas contraint par une couche géologique imperméable, sur laquelle l'eau du système karstique circule (karst perché), le niveau de base karstique est contemporain du niveau de base de la vallée. Il peut alors être définit comme le niveau de la rivière dans laquelle le réseau karstique se déverse. Ainsi, les variations du niveau de base déterminent le potentiel hydraulique - permettant la circulation de l'eau en surface et dans le système karstique - par modification du gradient altitudinal (dénivelée).

Le niveau de base conditionne le fonctionnement, l'état énergétique et la structure du système karstique. Ainsi, sur une échelle de temps suffisamment longue, la notion d'équilibre dynamique des systèmes karstiques en découle directement dans la mesure où le niveau de base contrôle la géométrie du réseau de drainage par adaptation continue et progressivement, par ouverture, isolation ou fermeture du système karstique (Camus 2003). Enfin, dans un contexte de surrection tectonique, c'est l'abaissement relatif du niveau de base et le creusement corrélatif des vallées et des systèmes karstiques adjacents qui prévaut, d'où la notion d'étagement des réseaux.

1.2.3 La formation des réseaux étagés

Théoriquement, l'incision de la vallée suppose l'enfoncement du niveau de base local et donc la formation d'un nouveau conduit, plus ou moins directement sous le conduit précédent. L'ancien drain est alors abandonnés par les eaux et partiellement comblés par des concrétions et des dépôts sédimentaires pour constituer un « étage fossile », appelé paléokarst. Ce dernier est recoupé par des puits raccordés au conduit actif permettant à l'eau de s'écouler verticalement pour rejoindre le nouvel exutoire (Audra 2010) (Figure 4).

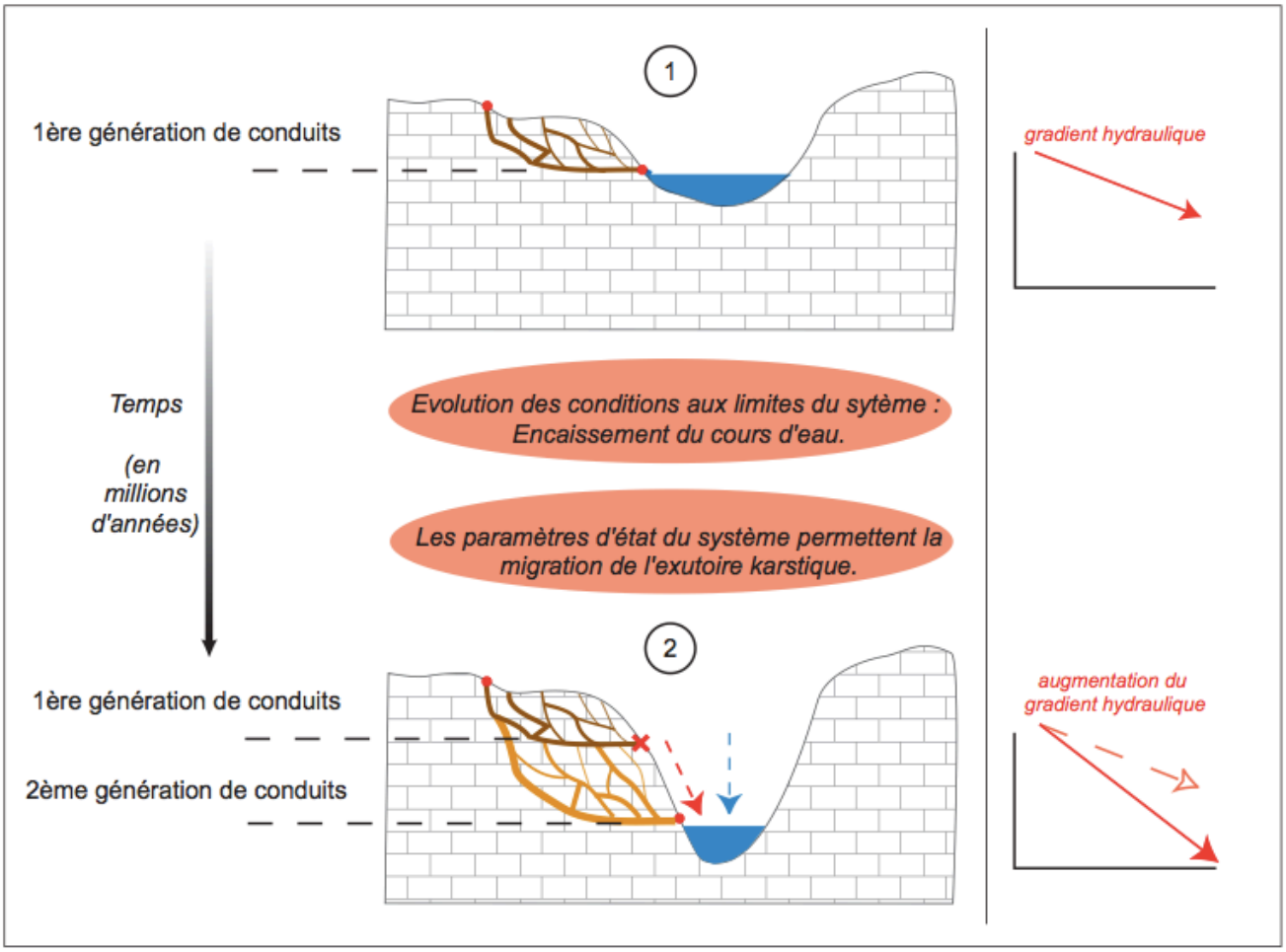

Figure 4 : Schéma d'évolution des systèmes karstiques par rapport aux variations du niveau de base (d'après Perroux 2005).

Néanmoins, dans le cas des chaines de montagnes actives, les variations du niveau de base local résultent principalement du soulèvement néotectonique, c'est-à-dire de la surrection des massifs sous l'impact de la tectonique récente (Wagner *et al.* 2010). En contexte montagnard, c'est donc à travers les phénomènes de surrection des massifs et d'incision des vallées que

l'on doit envisager la formation des réseaux étagés (Vanara 2000, Bakalowicz 1988). En effet, les étapes de l'enfoncement d'une vallée correspondent à des niveaux de conduits étagés creusés au niveau d'un ancien niveau de base. C'est la théorie de Swinnerton appelée « Water table theory » qui rend le mieux compte de la mise en place de ces réseaux étagés (Audra & Palmer 2011, Maire 1990). Ce dernier considère en effet que le développement des systèmes karstiques est directement sous le contrôle de l'horizon noyé et que l'incision des vallées entraîne l'abaissement corrélatif de ce niveau saturé. Ainsi, l'élévation du relief, soit l'enfoncement relatif du niveau de base local, augmente la dénivelée - et donc le potentiel hydraulique - et contribue dans une large mesure au phénomène d'incision des vallées ; ce sont donc ces facteurs qui sont à l'origine de la formation des réseaux étagés.

Mais tous les auteurs ne sont pas d'accord avec cette hypothèse. Ford avance en effet l'idée que les galeries noyées peuvent former des boucles très profondes et qui ne sont, dans ce sens, pas nécessairement de bons marqueurs du niveau de base local (Ford & Williams 2007). Les théories sur la formation des réseaux étagés divergent et restent encore aujourd'hui assez largement discutées (Gabrovšek *et al.* 2014, Palmer 1987).

Les variations du niveau de base local suppose également une élévation de ce niveau de base par comblement alluvial de la vallée, par affaissement du massif ou encore par obturation de l'exutoire qui impose la formation d'un conduit dont l'émergence, plus en hauteur, résulte de la pression de l'eau pour rejoindre la surface (Salomon 2006).

Pour conclure, en période de stabilité, le drainage se fait en fonction du potentiel altitudinal et les écoulements s'orientent vers le niveau de base à travers des conduits principalement sub-horizontaux (galeries). Tandis que la conséquence directe de la variation du niveau de base implique nécessairement un modèle d'organisation verticale du réseau de drainage (puits de raccordement entre les galeries) (Salomon 2006). Enfin, la morphologie finale du système karstique correspond à un état stationnaire résultant des interactions entre potentiel de karstification, circulation des eaux, facteurs géologiques (lithologie et structure) et processus chimiques (Mangin 1978).

1.3 Les remplissages karstiques

Par remplissages karstiques on entend l'ensemble des sédiments et roches présents dans l'endokarst ainsi que les formations directement liées à l'activité karstique. L'étude des remplissages permet alors de préciser les conditions de l'évolution du réseau karstique puisqu'ils témoignent directement de l'histoire hydrologique et géomorphologique du karst. Leur intérêt est d'autant plus important qu'ils sont protégés par le milieu conservateur que représente l'endokarst, à l'abri des phénomènes d'érosion qui altèrent les dépôts de surface. Enfin, l'exploration du réseau spéléologique permet de répertorier les différents dépôts et de les corréler à l'évolution superficielle et souterraine.

1.3.1 Les dépôts endogènes

Le terme endogène désigne les remplissages qui se sont formés directement à l'intérieur du karst. Les spéléothèmes sont les principaux remplissages endogènes que l'on retrouve dans l'endokarst. Ce sont des concrétions carbonatées formées par précipitation du carbonate de calcium lié au dégazage du CO_2 dissout dans l'eau. Une fois précipité, le carbonate de calcium cristallise naturellement pour former des concrétions de calcite, soit 90% des concrétionnements endokarstiques (Maire 1990) et plus rarement d'aragonite. Ces concrétions sont formées pendant les périodes d'assèchement au moment où le karst évolue au dessus du niveau de base et sont donc présentes dans les parties de l'endokarst où l'eau, emmagasinée dans l'épikarst, s'écoule goutte à goutte dans les conduits souterrains.

Les spéléothèmes sont d'excellents marqueurs paléoclimatiques et paléoenvironnementaux. En effet, l'étude physico-chimique (pétrographie, composition en éléments traces et mineurs, rapports isotopiques $^{13}C/^{18}O$) et la datation (Th/U, TL, ESR, etc.) des concrétions carbonatées permet de préciser les variations climatiques et environnementales quaternaires enregistrées au moment de leur formation, si et seulement s'ils contiennent un axe chronologique définissable et, plus particulièrement, une micro-stratigraphie de lamines déposées séquentiellement (White 2004).

Les formations qui répondent à la définition présentée ci-dessus sont les suivantes :

- **les stalactites** : concrétions qui se développent par gravité à la voûte des grottes (du haut vers le bas). La croissance de ces formations est contrôlée par les gouttes d'eau qui circulent à travers un conduit central et au bout duquel elles précipitent le carbonate de calcium.

- **les stalagmites** : concrétions stratifiées qui se développent sur le sol des grottes (du bas vers le haut). Elles sont formées par précipitation du $CaCO_3$ des gouttes d'eau qui s'écoulent de la stalactite, ou directement de la voûte et retombent au sol. Lorsqu'une stalagmite rejoint une stalactite elle forme ce que l'on appelle une colonne dont la croissance conduit à la formation d'un énorme pilier.

- **les planchers** : formations litées et continues qui résultent de l'écoulement de pellicules d'eau (et donc de la précipitation du $CaCO_3$). Leur épaisseur est variable et s'étend de quelques centimètres à plusieurs mètres. Ils se forment, le plus souvent, sur des remplissages allogènes ou directement sur certains reliefs des cavités souterraines.

1.3.2 Les dépôts exogènes

Les dépôts exogènes sont essentiellement représentés par des sédiments détritiques, c'est-à-dire des dépôts de particules d'origine minérale qui proviennent de l'altération et de la destruction de roches en surface (galets, graviers, sables, etc.). De même que les spéléothèmes, ce sont de très bons enregistreurs naturels des conditions climatiques et environnementales passées.

Leur étude doit être envisagée à travers les méthodes de la sédimentologie classique (granulométrie, morphoscopie, micromorphologie, diffractométrie, etc.) en intégrant les spécificités et les contraintes induites par le milieu endokarstique. Celle-ci permet alors d'aboutir à une meilleure compréhension des dynamiques de dépôt à travers les modalités de la sédimentation en milieu karstique (Perroux 2005).

- **les dépôts fluviatiles** : ces dépôts sont l'équivalent des alluvions de surface et sont transportés par la rivière depuis la surface jusque dans les conduits de la zone vadose et les conduits phréatiques. Ils sont essentiellement composés de galets, graviers, sables, limons, argiles dont les proportions respectives dans les dépôts rendent comptent de l'énergie du courant qui les a transportés. Ils témoignent alors du fonctionnement hydrologique du réseau.

- **les dépôts glaciaires et fluvio-glaciaires** : les dépôts glaciaires sont composés d'éléments morainiques appelés till. Ce terme désigne un assemblage de débris rocheux, non triés et hétérométriques déposés par le glacier. Si leur présence est attestée dans les conduits souterrains ayant été envahis par des moraines, au moment des périodes glaciaires, ils restent relativement peu observés parmi les remplissages endokarstiques. Néanmoins, les dépôts fluvio-gaciaires, qui témoignent du remaniement des dépôts morainiques, sont bien plus répandus puisque acheminés jusque dans l'endokarst par les eaux de fonte du glacier.

Nous devons préciser qu'il existe bien d'autres variétés de remplissages endokarstiques, aussi bien endogènes (chaos, accumulations de débris organiques, draperies, encroûtements, etc.) qu'exogènes (sédiments piégés et colluvions). Aussi, nous nous sommes simplement attachés à définir les dépôts présentant un intérêt pour l'étude et la reconstitution paléogéographique.

2 Les cadres de l'étude

2.1 Le cadre géologique régional

La chaine des Pyrénées s'étend géographiquement sur près de 450 km entre l'Atlantique et la Méditerranée sur un axe sensiblement rectiligne d'orientation est-ouest, parallèlement à la limite des plaques lithosphériques. Plus précisément, les structures pyrénéennes se retrouvent dans les alignements montagneux de la Chaine Cantabrique, à l'ouest, jusqu'au Golf du Lion, à l'est (Canérot 2008). C'est une frontière entre la France et l'Espagne dont la largeur varie entre 40 et 140 km. Dans son ensemble, le cadre géologique pyrénéen doit intégrer les deux cratons qui enserrent le faisceau montagneux : au nord, le bassin d'Aquitaine et au sud, le bassin de l'Ebre (Canérot 2008). Ces derniers sont constitués d'un socle paléozoïque, au-dessus duquel on retrouve des terrains du Mésozoïque et du Cénozoïque. Leur comblement est assuré par une importante épaisseur de dépôts molassiques tertiaires qui proviennent de l'érosion massive de la chaine des Pyrénées.

Malgré une apparente symétrie de la chaine, les reliefs des Pyrénées tels que l'on peut les observer aujourd'hui présentent une dissymétrie orographique frappante, aussi bien sur le profil longitudinal (reliefs culminants au centre et à l'est de la chaine et plus modestes à l'ouest) que transversal (versants nord étroit et abrupte et versant sud plus étendu). Aussi, ces dissymétries sont-elles étroitement liées à l'histoire géologique régionale (Canérot 2008).

2.1.1 Formation de la chaine des Pyrénées

<u>Deux principaux cycles orogéniques</u> :

La structure actuelle des Pyrénées résulte de la superposition, sur un même segment crustal, des effets tectoniques, stratigraphiques, magmatiques et métamorphiques de deux principaux cycles orogéniques (Meresse 2010) - on entend par cycle orogénique la succession des évènements qui font référence à la sédimentation, à l'orogenèse et à la pénéplanation. En effet, schématiquement, l'histoire structurale des Pyrénées est divisée en deux périodes

principales que sont l'orogenèse hercynienne ou varisque (460-260 Ma) et l'orogenèse alpine (70 Ma - Quaternaire), temporellement séparées par une période extensive au mésozoïque (phase de rifting), associée à l'ouverture de l'Atlantique Nord et du golfe de Gascogne (Meresse 2010). Si le cycle orogénique hercynien est maintenant terminé, le cycle pyrénéen, amorcé il y a environ 60 Ma, est encore actif de nos jours puisque le relief est encore bien marqué et entretenu par le soulèvement néotectonique. Aussi, précisons que le socle hercynien (substratum anté-mésozoïque) affleure encore largement dans les Pyrénées, puisque les terrains qui lui sont associées ont été rehaussées au moment de la collision puis débarrassées de leur couverture alpine par les érosions récentes (Laumonier 2008).

L'orogenèse pyrénéenne :

La chaine des Pyrénées résulte d'une tectonique compressive du fait de la collision oblique de deux marges continentales, qui sont la plaque européenne et la plaque ibérique. Ainsi, l'orogenèse pyrénéenne, amorcée au Crétacé supérieur, se poursuit plus largement au Paléogène et on suppose la naissance d'une barrière montagneuse vers 40 à 35 Ma (Calvet *et al.* 2008). De cette collision est né un relief et une racine crustale dont l'étude a permis de mettre en évidence la subduction de la plaque ibérique sous la plaque européenne (Meresse 2010). L'étude paléogéographique a permis de préciser le profil morphostructural de la chaine Paléogène qui se présente comme une chaine étroite, car limitée au prisme orogénique, aux altitudes modestes (Calvet 1996, 1999). Aussi, entre 30 et 20 Ma, la tectonique de collision (mouvement de convergence oblique) cède la place à une tectonique d'extension (mouvement de divergence oblique) liée à la migration du bloc corso-sarde et à l'ouverture du bassin algéro-provençal. Cette période qui débute à l'Oligocène est caractérisée par la mise en place de grands fossés d'effondrement à l'est de la chaine. Aussi, la formation de telles dépressions a pour conséquence la destruction, dès le Miocène moyen, du relief né au Paléogène. Il en résulte alors des topographies d'aplanissements du fait de la relaxation de la collision paléogène.

Surfaces d'aplanissement et néotectonique :

Ces aplanissements façonnés en fonction du niveau de base sont aujourd'hui en position culminante (plus de 2000 m d'altitude au niveau de la chaine axiale. Cela signifie que ces paléogéographies ont été portées en altitude au cours des derniers 10-12 Ma (Calvet *et al.*

2008, Calvet & Gunnell 2008, Gunnell *et al.* 2009). Ils sont définis comme des surfaces d'érosion et leur généralisation dans l'est des Pyrénées a permis de préciser deux générations : des surfaces culminantes qui ont effacées la totalité du relief initial (structures compressives) et ne portent que de modestes bosses résiduelles ; et des systèmes de pédiments emboîtés en contrebas au pied des massifs résiduels isolés (Calvet *et al.*, 2008). Il faut considérer que la position actuelle de ces paléoformes résulte d'une tectonique verticale récente (néotectonique), postérieure à l'arasement de la chaine paléogène, qui participe à l'édification des reliefs pyrénéens actuels et élève ces terrains en altitude du fait du rebond isostatique (amincissement de la racine lithosphérique et soulèvement des masses terrestres par équilibrage isostatique). La disposition géographique de ces aplanissements précise ainsi l'allure et, approximativement, la mesure du soulèvement vertical (Calvet *et al.*, 2008, Calvet & Gunnell 2008, *Gunnell et al.* 2009).

La chaine des Pyrénées résulte alors d'une histoire géologique complexe qui induit des singularités topographiques, morphostructurales et enfin morphoclimatiques. La structure actuelle de la chaine est classiquement subdivisée en différentes unités qui témoignent schématiquement de la mise en place des éléments structuraux au cours de son histoire sédimentaire puis orogénique, soit de l'ère secondaire à la première moitié de l'ère tertiaire.

2.1.2 Les grandes unités structurales des Pyrénées

La chaine des Pyrénées est subdivisée en plusieurs domaines structuraux, d'orientation N110°, qui résultent de l'affrontement de la plaque ibérique le long de la marge sud-européenne. Ces unités s'étendent d'ouest en est parallèlement à la limite des plaques lithosphériques. On distingue alors cinq zones principales, qui délimitent la chaine de montagnes, bordée de part et d'autre par les bassins d'avant-pays (le bassin d'Aquitaine au nord et le bassin de l'Ebre au sud) dont on a rappelé qu'il devaient être intégrés au cadre géologique pyrénéen.

On distingue la **Zone Axiale**, appelée aussi **Haute Chaine Primaire**, qui forme l'épine dorsale de la chaine. Cette dernière, installée sur le craton ibérique, occupe une position orographique centrale. Elle est flanquée de part et d'autre par un versant nord et un versant

sud. Au nord, sur le craton européen, se développent successivement trois unités structurales qui sont la **Zone Nord Pyrénéenne**, la **Zone Sous-Pyrénéenne** et l'**Avant-Pays Aquitain**. Au sud, sur le craton ibérique, le domaine géologique pyrénéen est découpé en deux grandes unités qui sont la **Zone Sud-Pyrénnéenne** et l'**Avant-Pays de l'Ebre** (Canérot 2008). Aussi, chaque zone possède-t-elle ses propres caractéristiques paléogéographiques, sédimentaires et tectonique, magmatiques et métamorphiques (Figure 5).

Néanmoins, dans la mesure où nos recherches se concentrent sur le versant nord-pyrénéen nous nous attacherons seulement à définir les trois grandes unités structurales (CHP, ZNP et ZSP) impliquées dans les cadres de l'étude.

- **La Haute Chaine Primaire** (HCP) ou **Zone Axiale** : Cette zone est composée d'un empilement d'unités chevauchantes sub-verticales, à géométrie en éventail, et principalement déversées vers le sud. Elle est définie comme un vaste affleurement médian de terrains précambriens et paléozoïques affectés par l'orogenèse hercynienne (-296 Ma) et alpine (-40 Ma) donnant lieu à des structures plissées et faillées. Ces terrains sont composés de roches sédimentaires et éruptives ou métamorphiques recoupées par des roches plutoniques, formées sous la surface, dans l'encaissant paléozoïque. Ces matériaux forment un socle ancien constitué d'un noyau de gneiss partiellement recouvert par des migmatites (roches métamorphiques) et de sédiments plus récents non métamorphiques. Cette Zone Axiale porte les plus hauts sommets de la chaine, parmi lesquels le Pic d'Estat (3140 m) sur le massif du Montcalm (Ariège). Aussi, l'articulation entre la HCP et la Zone Nord-Pyrénéenne est-elle assurée par une série de failles profondes et verticales, d'échelle crustale, disposées parallèlement à la chaine, que l'on appelle communément la **Faille Nord-Pyrénéenne**.

- **La Zone Nord Pyrénéenne** (ZNP) : Cette zone est constituée d'une couverture mésozoïque (calcaires et marnes) qui repose sur le socle paléozoïque. Sur ces terrains, fortement plissés et faillés, émergent des massifs paléozoïques qui sont définis comme des coins de socle déracinés ayant percés la couverture sédimentaire et constitués de matériaux qui sont ceux de la HCP. La ZNP peut être subdivisée en deux parties qui sont la ZNP proprement dite et la Zone Interne Métamorphique (ZIM) installée le long de la FNP et bien individualisée au centre et à l'est de la chaine. Cette dernière est caractérisée par l'important métamorphisme des formations mésozoïques du fait des

conditions de températures élevées et de basse pression, intervenues au Crétacé, dans d'étroits compartiments situés le long des grandes cassures crustales. Enfin, la ZNP est rattachée à la Zone Sous-Pyrénéenne par un le long du **Chevauchement Nord-Pyrénéen**. Aussi, notre travail s'est-il focalisé sur cette ZNP, car la couverture sédimentaire mésozoïque renferme d'épaisses séquences de carbonates karstifiables.

- **La Zone Sous-Pyrénéenne** (ZSP) : Cette dernière zone est caractérisée par l'affleurement de terrains, dont les âges sont compris entre le Crétacé supérieur et l'Eocène, sur un soubassement paléozoïque en partie visible dans le secteur du Mouthoumet. Ces terrains sont principalement constitués de sédiments marins, structurés en plis anticlinaux et synclinaux d'axe parallèle à la chaine. Aussi, le contact entre cette unité et le bassin aquitain est réalisé par charriage du matériel sous-pyrénéen sur les dépôts méridionaux du bassin.

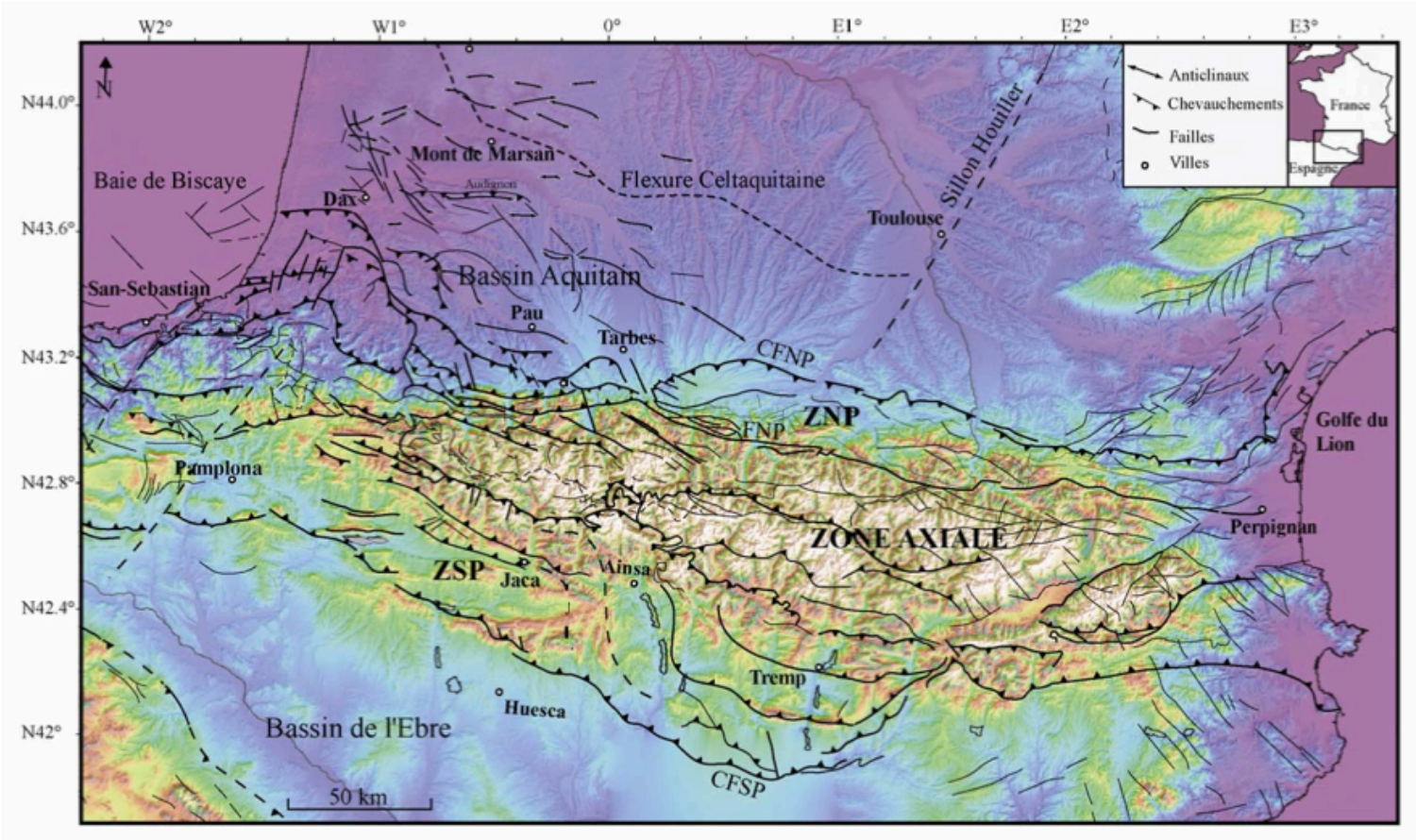

Figure 5 : Schéma structural des Pyrénées superposé au Modèle Numériques de Terrain (d'après Meresse 2010).

2.2 Le bassin de Tarascon-sur-Ariège (Ariège)

2.2.1 Eléments de géomorphologie structurale

Le département de l'Ariège, dans lequel est intégré le bassin de Tarascon, est situé sur le versant nord de la chaine des Pyrénées. Il recoupe les trois unités structurales mentionnées ci-dessus en plus du bassin aquitain. Il est traversé du sud au nord par la rivière éponyme (Ariège), qui prend sa source dans la Haute Chaine Primaire, plus précisément dans le cirque de Font-Nègre (lac Noir) à 2400 m d'altitude, pour se jeter dans la Garonne, à quelques kilomètres au sud de Toulouse (Portet-sur-Garonne). L'Ariège recoupe alors une série d'ensembles géomorphologiques (Figure 6) caractérisés par la succession :

- de **massifs montagneux** correspondant à des affleurements de socle hercynien, tels que le massif de l'Aston dans la HCP ou les massifs primaires Nord-Pyrénéens (les Trois-Seigneurs, l'Arize et le Saint-Barthélémy) et ;

- et de **bassins plus déprimés** correspondant à des synclinaux conservant des éléments de la couverture sédimentaire mésozoïque, où les marnes du Crétacé ont été largement excavées par l'érosion (le bassin de Tarascon, prolongé vers l'ouest par le bassin d'Aulus et le bassin de Nalzen au nord de l'Arize).

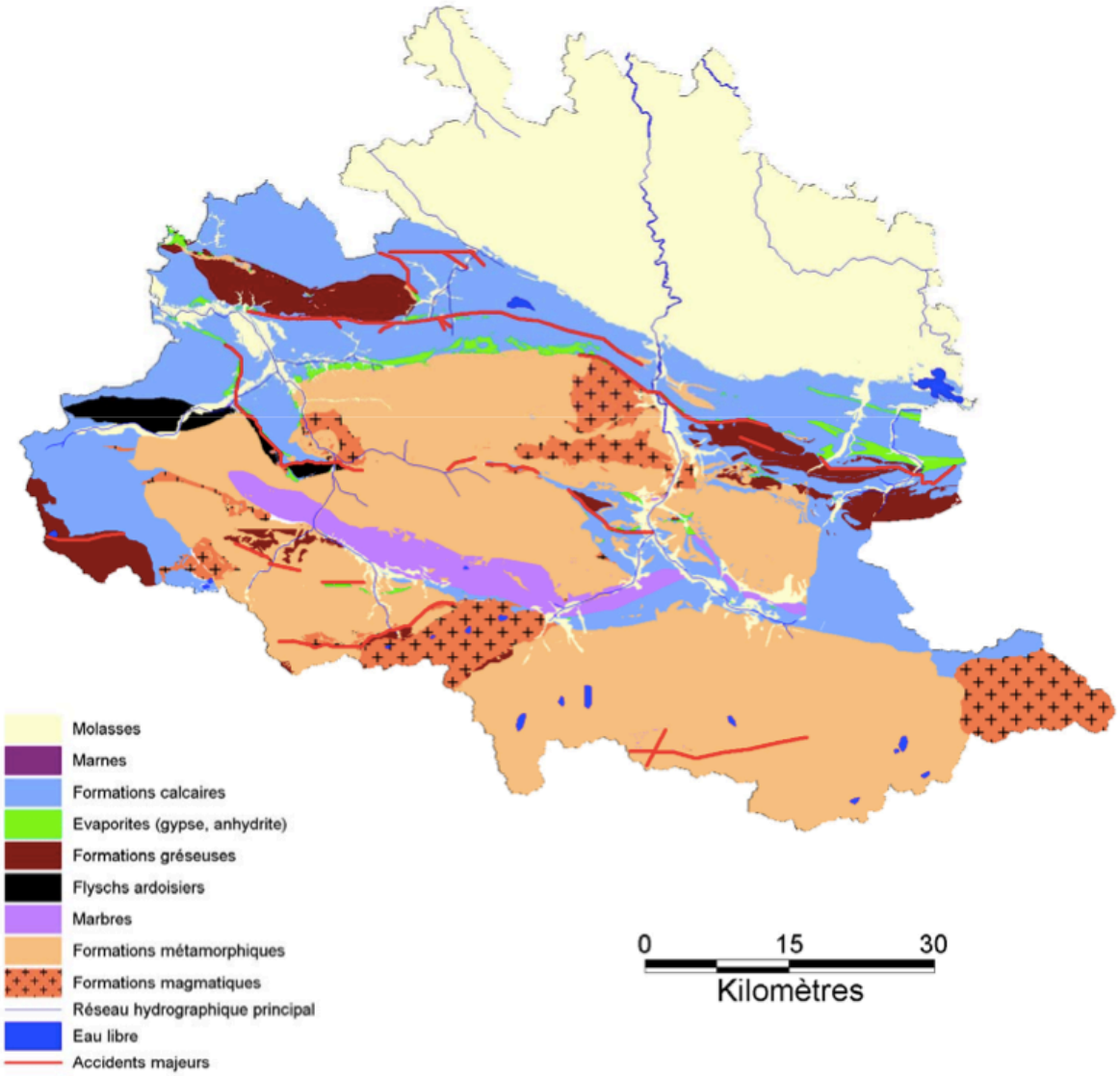

Figure 6 : Carte géologique synthétique du département de l'Ariège (d'après Bouroullec *et al.* 2006).

Le bassin de Tarascon, au sud de Foix, appartient à la ZNP. Sa forme est celle d'un losange allongé du sud-est au nord-ouest et effilé au deux bouts. Il est traversé du sud vers le nord par l'Ariège qui occupe l'ancien lit du glacier ariégeois. Il est situé à la confluence de l'Ariège et du Vicdessos, principal affluent montagnard de la rivière qui fait office d'artère majeure (en plus du Najar et de l'Aston en amont) puisqu'il collecte les eaux de fonte des hauts sommets et augmente ainsi considérablement le débit de l'Ariège. A hauteur de Tarascon et vers l'aval, l'Ariège est également alimentée par la Courbière et, dans une moindre mesure, par les ruisseaux de Saurat, de l'Arnave. Celui-ci apparaît alors comme la zone de confluences majeures du bassin ariégeois.

2.2.2 Le contexte géologique du bassin de Tarascon

Le bassin de Tarascon est un synclinal complexe caractérisé par un socle paléozoïque sur lequel repose une couverture sédimentaire mésozoïque fortement plissée car soumise aux actions de son cadre hercynien. D'un point de vue morphostructural, les terrains mésozoïques (dolomies, calcaires et marnes) sont comprimés entre trois massifs paléozoïques nord-pyrénéens qui sont les massifs du Saint-Barthélémy (2349 m), des Trois Seigneurs (2199 m) et de l'Arize (1700 m), principalement composés de roches métamorphiques, de séries schiteuses paléozoïques et de granites intrusifs. Enfin, le bassin est séparé de la Zone Axiale par la Faille Nord-Pyrénéenne.

Dans son ensemble, le bassin de Tarascon s'inscrit dans un cadre géologique délimité par les affleurements du socle paléozoïque que constituent les massifs satellites nord-pyrénéens. Ces derniers dominent largement le bassin dans la mesure où leur sommet atteint en moyenne 2000 m alors que globalement l'altitude du lit de l'Ariège n'est que de 470 m. Leur nature cristalline, proche de celle des granites, fait qu'ils sont peu entamés par l'érosion contrairement à la couverture sédimentaire (dolomies, calcaires et marnes) du bassin, formée de terrains du Jurassique et du Crétacé. Au contact de ces massifs très résistants, les terrains mésozoïques, en plis forcés, se froissent et s'écrasent - c'est ainsi que la couverture sédimentaire a pu être largement soumise à l'érosion. Les synclinaux marneux du Crétacé ou les affleurements monoclinaux de Trias ou de Lias marneux ont été exploités par l'érosion et excavés en sillons ou cuvettes déprimées, en contre bas des massifs cristallins paléozoïques et des barres de calcaire massif du Jurassique et du Crétacé inférieur, que l'Ariège et ses affluents franchissent en gorges ou "cluses", pour gagner le piémont (Faucher 1937).

L'Ariège s'est d'abord adapté à une bande de roches plus friables et forme une profonde dépression longitudinale, dont l'orientation est approximativement celle de la Faille Nord-Pyrénéenne, entre les massifs paléozoïques de l'Aston et du Saint Barthélémy, depuis Ax-Les-Thermes jusqu'au synclinal de Tarascon. Enfin, à partir de Tarascon, le Val d'Ariège longitudinal laisse la place à une vallée en cluse orientée du sud vers le nord, ce qui permet alors à la rivière de rejoindre le piémont en profitant des accidents tectoniques de la Zone Sous-Pyrénéenne (décrochements, torsions, inflexions). Précisons que la rivière du Vicdessos est soumise aux mêmes contraintes morphostructurales et que la confluence de l'Ariège et du

Vicdessos doit être expliquée par l'attraction du bassin de Tarascon qui a dévié l'orientation de la vallée inférieure du Vicdessos vers le nord (Goron, 1937).

Aussi, la configuration morphostructurale du bassin (Figure 7) permet de préciser deux unités topographiques distinctes. En effet, dans sa partie méridionale le relief est caractérisé, du fait de la résistance des calcaires urgo-aptiens (calcaires compacts), par des vallées étroites dominées par les synclinaux perchés du Quié de Lujat (1484 m) sur la rive droite et du Cap de la Lesse sur la rive gauche. Dans sa partie septentrionale, en revanche, le relief est beaucoup plus aéré et morcelé en une série d'anticlinaux aux altitudes modestes mais formant des barres rocheuses très raides qui émergent au-dessus de sillons marneux très évasés, tels que les massifs du Sédour (1070 m) et du Calamès (1002 m) sur la rive gauche de l'Ariège. Plus en aval, le relief est discontinu et entaillé par les affluents de l'Ariège (la Courbière et les ruisseaux de Saurat et de l'Arnave)

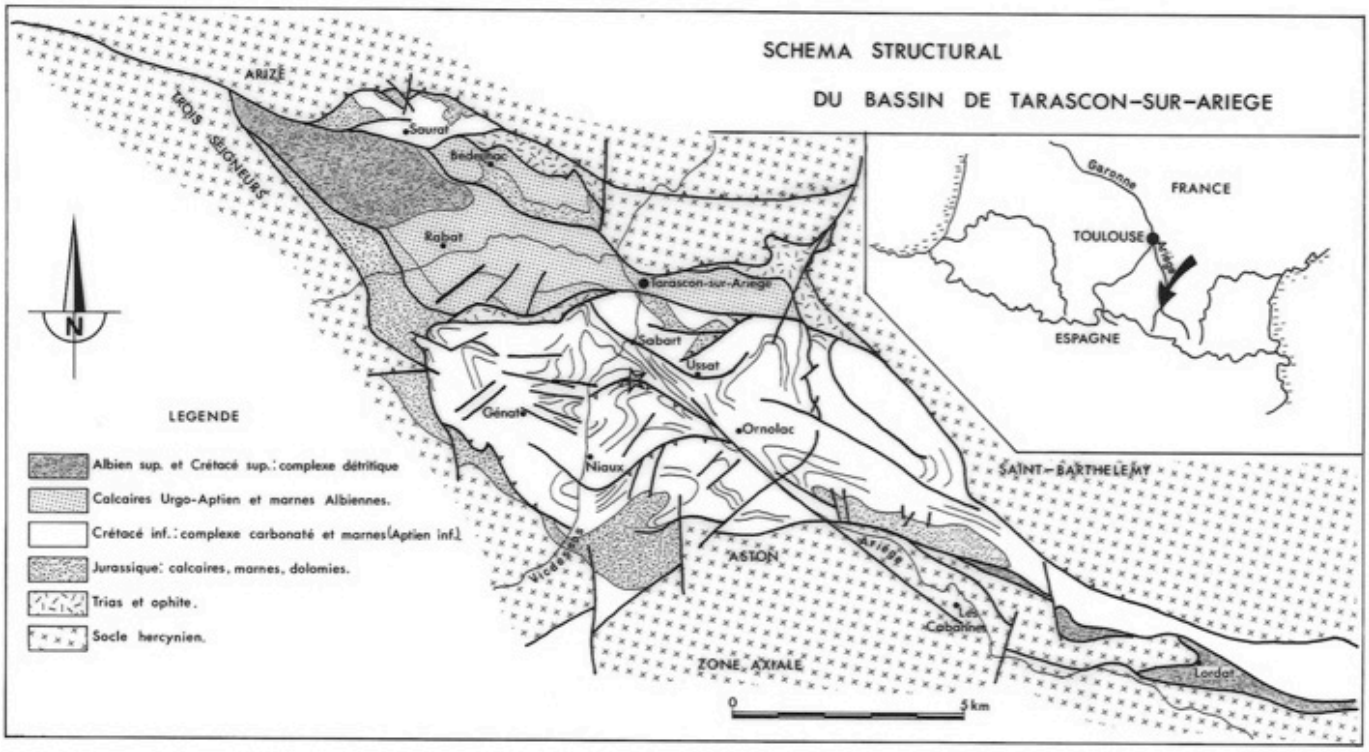

Figure 7 : Schéma structural du bassin de Tarascon-sur-Ariège (d'après Sorriaux 1982).

Ainsi, l'alternance des roches et la diversité des caractéristiques lithologiques qui leurs sont associées, de même que la géométrie des discontinuités structurales entre le volume rocheux, permettent la mise en place de dispositifs morphostructuraux, et ce, du fait de l'inégale résistance de ces roches à l'érosion ; c'est l'érosion différentielle (Peulvast et Vanney, 2001).

Néanmoins, si les influences structurales ont pleinement participé à la genèse des reliefs du bassin, et plus largement des Pyrénées, elles sont loin, en revanche, de commander seules le détails des formes topographiques.

2.3 Histoire quaternaire du bassin versant

2.3.1 Le Quaternaire dans les Pyrénées

Dans les Pyrénées, le Quaternaire est caractérisé par la formation de paysages particuliers et caractéristiques, façonnés par l'action conjuguée de la tectonique récente, qui entretient la surrection des massifs, et du climat, qui conditionne dans une large mesure les phases d'érosion et de sédimentation.

Les fluctuations climatiques induites par l'alternance des périodes glaciaires et interglaciaires favorisent largement le développement du glacier ariégeois aux périodes froides et participent au phénomène d'incision de la vallée. Les témoins de l'évolution dynamique quaternaire du bassin sont donnés par les formes et formations glaciaires (vallée en auge, cordons morainiques, blocs erratiques, etc.), ainsi que, à partir du bassin de Foix-Montgaillard, par les terrasses alluviales formées par l'alternance de périodes d'accumulation et d'incision de la rivière.

Le paysage dans lequel est intégré le bassin Tarascon-sur-Ariège témoigne en effet de l'impact des glaciations quaternaires. La glace est collectée sur les massifs de Bassiès, du Montcalm, de l'Aston mais aussi du Carlit dont les sommets sont suffisamment élevés pour présenter des zones d'accumulation situées au-dessus de la paléoligne d'équilibre glaciaire (entre 1600 et 1700 m d'alitude). Les flux de glace venus des vallées de la Lauze, de l'Oriège, du Najar, de l'Aston et du Vicdessos en amont du bassin de Tarascon confluaient dans l'axe de l'Ariège et formaient une langue glaciaire épaisse de 800 à 900 m et de 60 à 80 km de long qui s'est avancée jusque dans le bassin de Foix, voire plus en aval (Faucher 1937, Goron 1937, Delmas 2009, Delmas *et al.* 2011, 2012). C'est ainsi que le glacier composite de l'Ariège, construit à la faveur des nombreuses confluences des vallées de son haut bassin

(Oriège, Lauze, Aston, Vicdessos, Courbière) , était au Pléistocène un des plus grands glaciers du versant nord des Pyrénées.

2.3.2 L'empreinte du glacier ariégeois dans le bassin de Tarascon

Si dans les Pyrénées les glaciations quaternaires ont longtemps été envisagées à travers un modèle d'interprétation dit monoglacialiste, en Ariège, la pluralité des glaciations pléistocènes est attestée depuis plus de trente ans par l'analyse stratigraphique et sédimentologique des remplissages karstiques du réseau Niaux-Lombrives-Sabart, appuyée sur les datations radiométriques U/Th obtenues sur les planchers stalagmitiques, qui fournissent un cadre chronologique solide pour les derniers 350 ka (Sorriaux 1982, 1981). Par la suite, la cartographie détaillée au 1/25 000 des dépôts de marge glaciaire et la datation par ^{10}Be de trente-sept surfaces d'exposition (blocs erratiques et verrous rocheux sur polis) ont permis de reconstituer l'emprise spatiale de six stades d'englacements würmiens et pré-würmiens dans le bassin de l'Ariège et d'en préciser la chronologie (Delmas 2009, Delmas *et al.* 2011, 2012). On se limitera ici à présenter les stades d'englacement et de déglaciation qui s'inscrivent dans les cadres de notre étude (Figure 8).

<u>Les stades pré-würmiens</u>

Dans le bassin de Tarascon, la limite de l'emprise spatiale des paléoenglacements pré-wurmiens n'a pu être définie que partiellement car les jalons morainiques sont rares. C'est dans le bassin de Foix-Montgaillard qu'ils sont les plus nombreux et les plus fiables car associés à de véritables formes construites (complexe fluvioglaciaire de la Barguillère). Latéralement au bassin de Tarascon et en amont, dans les hautes vallées, les jalons morainiques se résument à de maigres placages de till en place ou remaniés ou encore simplement limités à des blocs épars, sans matrice morainique et en général très altérés. L'attribution de ces dépôts aux cycles pré-würmiens repose sur leur position perchés au-dessus des jalons du MEG Würm (Maximum Global Extension) et un âge ^{10}Be obtenu dans le bassin de Foix (Delmas *et al.* 2012).

Le cycle Würmien

Au MEG Würm, à hauteur de la confluence entre l'Ariège et l'Aston et vers l'aval, le glacier ariégeois s'élève jusqu'à environ 1300 m, soit une épaisseur équivalente à 800 m de glace. Les massifs calcaires les plus hauts, dont celui du Quié de Lujat et le pic de Baychon émergent à peine. De plus, la glace difflue de part et d'autre vers les vallées de l'Arnave et du Vicdessos. Néanmoins, dans la vallée du Vicdessos, l'épaisseur de glace atteint seulement une altitude de 1000 m dans le vallon de Génat et ne dépasse pas 500 m d'épaisseur à hauteur de l'ombilic de Niaux. La plus faible altitude du glacier du Vicdessos peut être expliquée par la position d'abri de ce bassin, moins bien alimenté par les flux de nord-ouest que l'Ariège. Enfin, au nord du bassin, l'épaisseur de glace atteint plus de 400 m, ce qui suppose que le front du glacier devait se trouver bien plus en aval, et atteindre le bassin de Foix-Montgaillard. Ce maximum d'extension est attribué au stade isotopique 4, sur la base d'un âge ^{10}Be et des données U-Th de la grotte de Niaux (Delmas 2009, Delmas *et al.* 2011, 2012).

Les phases de déglaciations

Enfin, quatre stades würmiens de déglaciation ont été clairement individualisés et témoignent du retrait du glacier. Ce sont les stades de Garrabet, de Bompas-Arignac, de Bernière et de Petches. Le stade de Garrabet correspond au premier stade de déglaciation après le MEG et se caractérise par le retrait des lobes de glace vers l'amont sur une distance d'environ 7 km. Il a été attribué au LGM, pendant le stade isotopique 2, mais n'a pas fourni d'âge ^{10}Be. Aussi, en marge du bassin, la vallée de l'Arnave est toujours largement englacée ce qui suppose que l'épaisseur de glace dans la vallée de l'Ariège, en amont du bassin, est toujours importante. Le stade de Bompas-Arignac, quant à lui, témoigne de la diminution généralisée du volume de glace. Ce stade de déglaciation est à l'origine de nombreuses disjonctions et plusieurs langues glaciaires ne confluent plus avec l'Ariège (Vicdessos, Courbière, etc.) à l'exception de l'Aston. Les langues de glaces sont dorénavant cantonnées au fond des vallées en auge et le glacier de l'Ariège qui pouvait atteindre une altitude de 1300 m au MEG ne s'élève pas au-dessus de 850 m. Au stade de Bernière, qui a fourni un âge ^{10}Be à 19 ka conforme aux données U-Th de Niaux, la présence de la langue de glace dans le bassin de Tarascon suppose que le glacier de l'Ariège est toujours alimenté en amont par l'un de ces derniers affluents, l'Aston. Néanmoins, à 1 km en amont du front de Bompas-Arignac, le volume de glace de la langue glaciaire, continue à s'amoindrir et ne dépasse pas plus de quelques dizaines de mètres d'épaisseur. Enfin, le Stade de Petches, daté du Dryas ancien, est principalement caractérisé

par le retrait du glacier ariégeois désormais limité à sa haute vallée, en amont d'Ax-les-Thermes (Delmas 2009, Delmas *et al.* 2011, 2012).

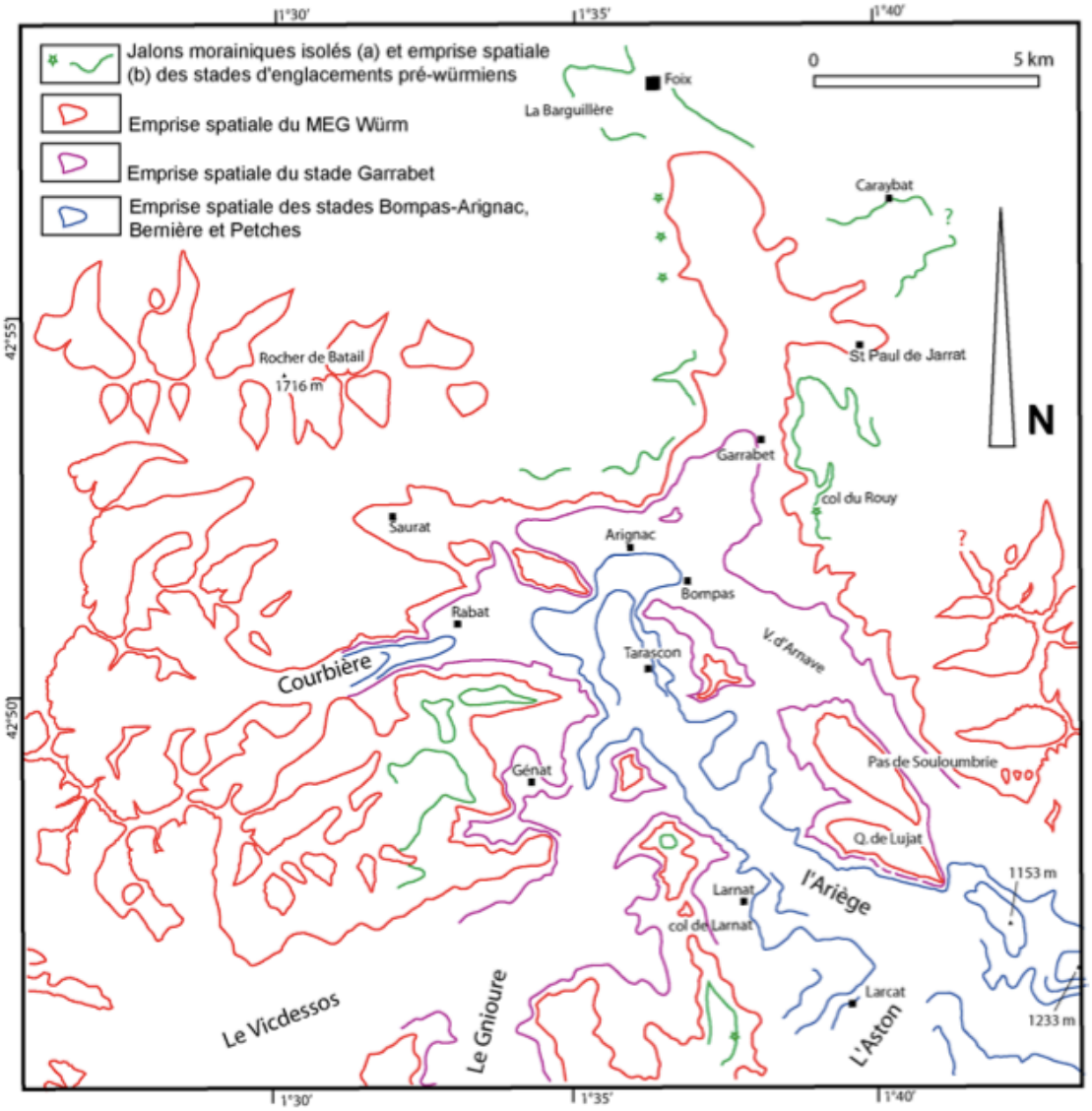

Figure 8 : Emprise spatiale des paléoenglacements würmiens et pré-würmiens (d'après Delmas 2009).

Aussi, les différents stades d'englacement et de déglaciation mentionnés ci-dessus, ont participés dans une large mesure au façonnement du relief dans la région de Tarascon. Enfin, aux périodes glaciaires les plus importantes, lorsque la glace pouvait atteindre une épaisseur de plusieurs centaines de mètres (MEG), le glacier ariégeois a pu contribuer à réalimenter les réseaux karstiques installés au-dessus du niveau de base.

3 Méthode

3.1 Inventaire des cavités

Le projet de recherche suppose de disposer d'un inventaire des cavités karstiques du bassin de Tarascon. En effet, l'inventaire est, par définition, un recensement exhaustif permettant la localisation et la caractérisation des entités considérées afin d'en facilité la gestion et l'exploitation.

L'inventaire présenté dans ce travail est celui réalisé à l'occasion des travaux d'exploration du Spéléo-club du Haut-Sabarthez. Ce club, dirigé par Luc Wahl, a recensé et topographié une centaine de cavités. Les topographies ont été publiées ponctuellement dans les fascicules du Bulletin du Spéléo-club (Caougno) et l'ensemble des grottes du massif du Sédour a fait l'objet d'un inventaire et d'un article de synthèse spécifique dans ce même bulletin (Rouzaud *et al.* 1982). Patrick Sorriaux a rassemblé et scanné la totalité des topographies des cavités et a mis à ma disposition cette base de données, qu'il m'est revenu d'exploiter. Mon travail de terrain a donc consisté (i) à rechercher des galeries signalées dans l'inventaire, en ciblant les cavités à développement horizontal (les grottes) susceptibles de constituer des paléodrains en zone noyée-épinoyée, (ii) à observer la forme des conduits et les modelés de détails imprimés sur l'encaissant calcaire pour y rechercher des marques d'un fonctionnement phréatique (iii) et enfin à repérer et à caractériser des dépôts allogènes d'origine fluviatile et/ou d'origine glaciaire que renferment les galeries. Néanmoins, le temps imparti pour le Master II ne nous a pas permis de nous rendre sur chacun des sites, et on s'est alors focalisé sur les secteurs les plus riches et les plus accessibles, comme l'ensemble Sédour-Calamès.

Les topographies de grottes nous ainsi permis d'avoir une représentation des conduits et d'obtenir des informations sur les distances, les orientations, les superficies, les pentes et les différences de niveaux, l'objectif final étant de mettre en évidence les différents niveaux de karstogenèse dans chaque massif. Au-delà du développement des galeries, les topographies ont permis de préciser certains détails tels que la présence de blocs d'effondrement, ressauts, remplissages, etc.

L'entrée des cavités constitue le point de référence depuis lequel ont été relevées les coordonnées. L'ensemble de la cavité sera alors positionné relativement à ce point. Les coordonnées associées aux topographies sont exprimées en Lambert Zone III, système de projection associé au système géodésique NTF (Nouvelle Triangulation de la France). Ces coordonnées ont ensuite été converties en latitude et longitude (système géodésique RGF) afin de pouvoir pointer chaque entrée sur une carte topographique au 1/25 000 ainsi que sur Google Earth (Figure 9).

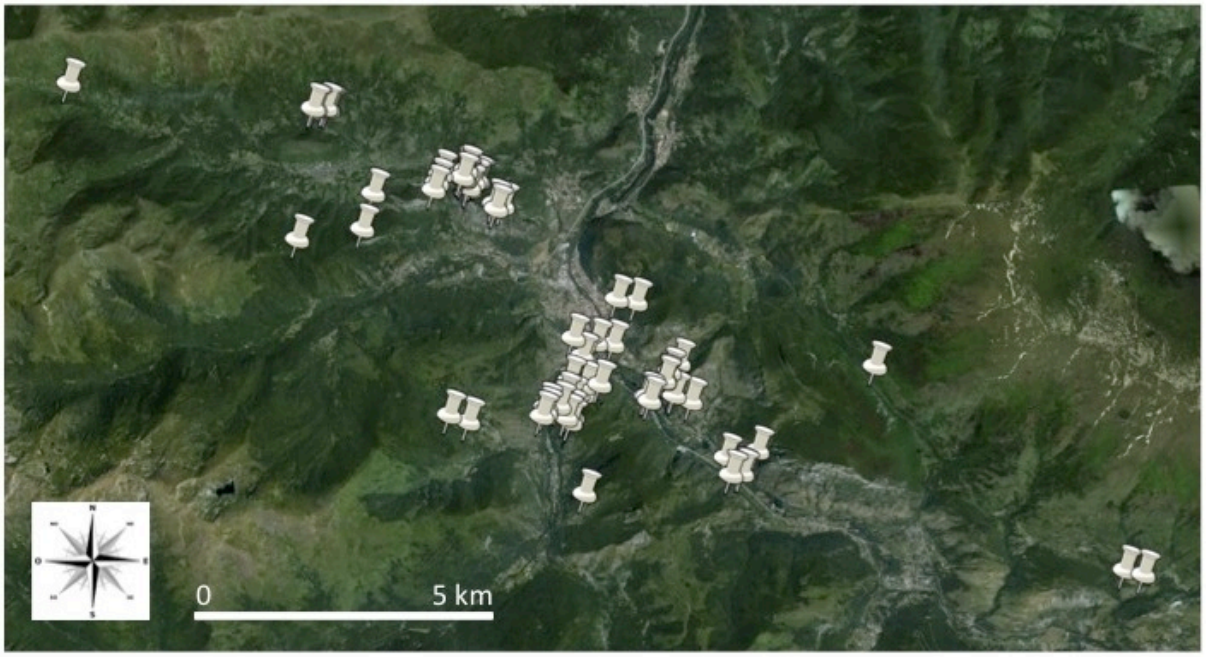

Figure 9 : Localisation des cavités recensées (d'après Bourdet pour ce mémoire à partir des coordonnées SCHS avec les corrections de Patrick Sorriaux et Luc Wahl).

3.2 Les missions de terrain : observations et échantillonnage

Comme nous l'avons souligné dans la partie précédente, le sujet de recherche impose un important travail de prospection et d'observations sur le terrain que l'on a organisé cette année en trois missions.

3.2.1 La mission d'échantillonnage dans la grotte de Niaux

La première mission a été réalisée sur deux jours (21 et 22 septembre 2013) dans la grotte de Niaux. Elle a été rendue possible par une autorisation très exceptionnelle de la DRAC Midi-Pyrénées. Cette mission d'échantillonnage a été organisée et menée par Patrick Sorriaux, Marc Calvet (Univ-Perpignan), Magali Delmas (Univ-Perpignan), Yanni Gunnell (Univ-Lyon 2), Nicolas Durand (Mines Paris Tech). Yanik Le Guillou, responsable des grottes ornées, nous a également accompagné en tant que représentant de la DRAC/SRA/Midi-Pyrénées. Les autorisations d'échantillonnage auprès de la DRAC avaient été demandées dans le courant de l'année 2013. Cette mission avait pour objectif de préciser et compléter la chronologie élaborée par Sorriaux et Bakalowicz (Bakalowicz *et al.* 2014). Six sites ont été échantillonnés sur les 7 prévus initialement et 3 sites complémentaires, correspondant à d'anciens points de prélèvement de la thèse de P. Sorriaux (1982), ont été autorisés à être reéchantillonnés au moment de la mission. Au total, 25 échantillons ont été prélevés (Figure 10) correspondant à 14 échantillons de type planchers stalagmitiques ou concrétions (dont 3 prélevés par carottage pour les datations U-Th) et 11 échantillons de type dépôts sédimentaires allogènes pour les datations par cosmonucléides $^{26}Al/^{10}Be$. Ainsi l'utilisation d'une nouvelle méthode de datation ($^{26}Al/^{10}Be$) permettra de préciser la chronologie du remplissage.

L'intérêt de la grotte de Niaux est de présenter une séquence stratigraphique de remplissage particulièrement riche, montrant l'alternance de périodes de fonctionnement actif en régime noyé ou épinoyé, avec ingression de sédiments allogènes abondants, et de périodes vadoses ou sèches marquées par des constructions de planchers stalagmitiques. Un très bon exemple en est fourni par la "coupe de référence" située dans la grande galerie près de l'entrée de Niaux et qui montre trois séquences détritiques allogènes, séparées par autant de constructions stalagmitiques (Figure 11). Cette alternance résulte de la succession de phases d'englacement, responsables de la remontée du niveau phréatique, et de périodes interglaciaires où la cavité

redevient fossile (Figure 12). On peut ainsi accéder au calendrier paléoclimatique régional, déjà bien fixé (Sorriaux 1982, Bakalowicz *et al.* 1984) mais qu'il est possible de préciser en raison de l'amélioration des techniques de datation U-Th, mais encore en datant directement les sédiments quartzeux des périodes glaciaires par la méthode des cosmonucléides. Par ailleurs on peut aussi espérer dater les plus vieux sédiments allogènes, très altérés et probablement très anciens, et fixer ainsi l'âge du premier creusement de ce réseau de très grandes galeries interconnectant les vallées de l'Ariège et du Vicdessos.

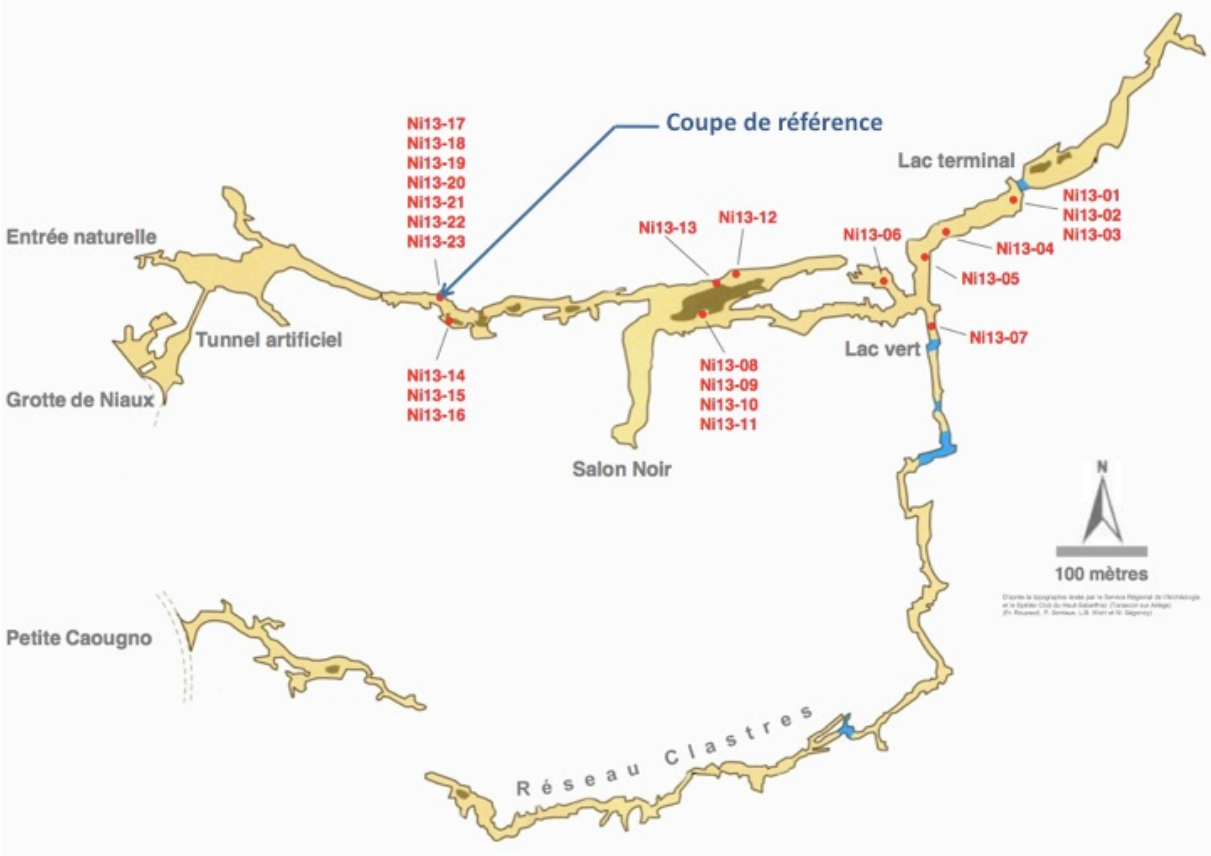

Figure 10 : Grotte de Niaux : localisation des prélèvements de la mission de septembre 2013 (d'après Sorriaux 2013).

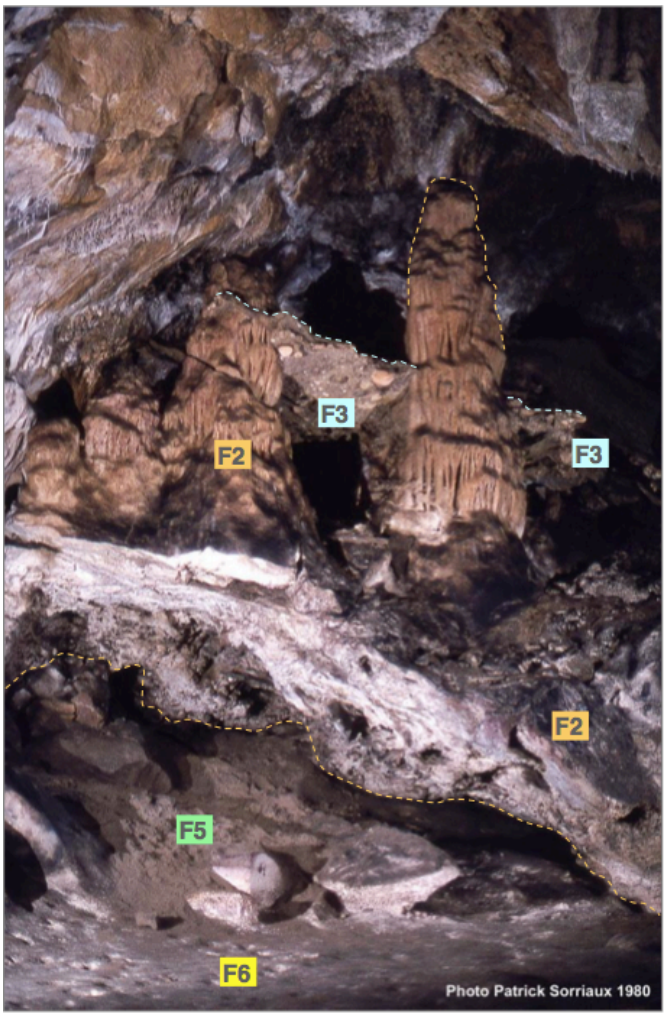

Figure 11 : Coupe de référence pour la grotte de Niaux situées à quelques centaines de mètres de l'entrée (d'après Sorriaux 2013).

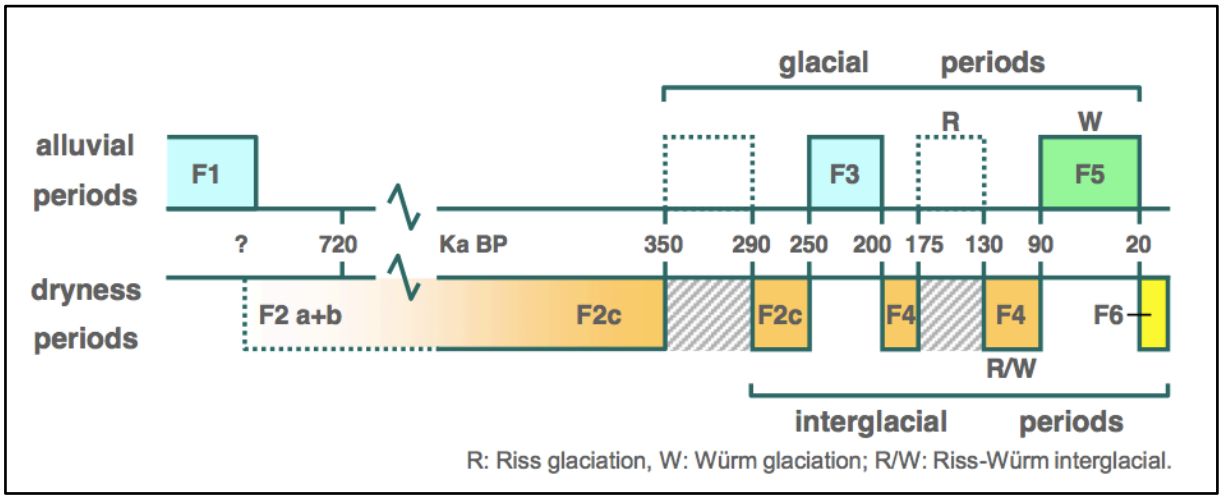

Figure 12 : Chronostratigraphie des évènements pléistocènes à partir de la datation des spéléothèmes du réseau Niaux-lombrives-Sabart (d'après Sorriaux 2013).

3.2.2 Intérêt de la prospection

Deux autres missions de terrain (novembre 2013 et avril 2014) ont été réalisées, au cours de cette année, sur les massifs du Sédour et du Calamès ainsi que sur le Quié de Lujat et le Cap de la Lesse afin de compléter les observations à l'échelle du bassin et de multiplier les sites d'échantillonnage en vue des datations d'enfouissement par $^{26}Al/^{10}Be$. En effet, la mission de prélèvement organisée dans la grotte de Niaux se devait d'être intégrée au sujet de recherche, dans la mesure où l'on connaît l'importance du site pour l'étude du Quaternaire dans la région de Tarascon (Sorriaux, 1982, Bakalowicz *et al.* 1984).

Néanmoins, le sujet impose la recherche de sites complémentaires qui attesteraient la présence de dépôts allogènes et ce afin de corréler les données numériques et sédimentologiques obtenues pour le réseau Niaux-Lombrives-Sabart à celles des nombreuses cavités karstiques dispersées le long de la vallée de l'Ariège, témoins de l'évolution géodynamique locale. Il faut ainsi préciser les étagements de galeries, dont le système Niaux-Lombrives n'est qu'un élément situé vers +150 m d'altitude relative, et suivre l'évolution du niveau de base et les étapes du creusement de la vallée depuis le Néogène.

La prospection permettra d'apporter des premiers résultats sur les remplissages allogènes des cavités du bassin, dont l'observation sur le terrain associée, aux résultats des datations permettra une interprétation cohérente des processus géodynamiques régionaux.

3.3 Etude de l'étagement des cavités karstiques

L'étude de l'incision de la vallée de l'Ariège à l'échelle plio-quaternaire doit être réalisée à travers l'analyse du déplacement vertical des marqueurs géométriques, soit l'étagement des réseaux karstiques, si possible corrélé à celui, en aval, des terrasses alluviales quaternaires. Ainsi, l'étude de l'étagement des cavités et réseaux karstiques est un point essentiel dans nos recherches. Nous avons pour cela utilisé une méthode de travail fondée sur l'altitude relative des entrées de grottes, par rapport au niveau de base local de la vallée.

En première analyse, pour les cavités les plus courtes, qui sont aussi les plus nombreuses dans l'inventaire, on peut négliger les variations d'altitude des galeries, qui dessinent d'ailleurs des boucles dans le plan vertical, observables dans tous les réseaux noyés actifs.

Pour faire apparaître les étagements potentiels, nous nous sommes donc intéressés à l'étagement des conduits à l'échelle du bassin et par ensembles, en associant les cavités par groupe en fonction des massifs et donc de l'unité géologique dans laquelle elles se sont développées. A partir des topographies, nous avons calculé la longueur développement total des conduits pour chaque grotte, que l'on a ensuite cumulé par tranche d'altitude, et en parallèle, nous avons déterminé l'altitude relative des cavités à partir des coordonnée d'entrée. Le rapport donné par ces deux mesures permet d'observer le développement des réseaux par tranche d'altitude et de proposer des premières hypothèses sur les grandes phases de karstification.

3.4 La Granulométrie

« La granulométrie a pour objet de mesurer la taille des grains d'une formation géologique et de connaître la fréquence statistique des différentes tailles de grains constituant cette formation » (Verger, 1976). Cette méthode d'analyse permet de préciser les phénomènes géodynamiques à l'origine de la mise en place des dépôts sédimentaires.

On distingue ainsi deux fractions principales : la fraction grossière dont la taille des éléments est supérieure à 2 mm (blocs, cailloux, granules) et la fraction fine qui rassemble les éléments dont la taille est inférieure à 2 mm (sables grossiers, sables fins, limons et argiles) (Miskovsky & Debard 2002). Dans le cadre de nos recherches, l'étude de la fraction grossière peut être directement réalisée sur le terrain à partir de l'observation et de la mesure des éléments grossiers (blocs d'effondrement, galets, till glaciaire…) alors que l'analyse de la fraction fine impose des manipulations en laboratoire et donc l'échantillonnage des dépôts karstiques allogènes.

L'étude granulométrique des échantillons karstiques prélevés dans les cavités et réseaux du bassin de Tarascon-sur-Ariège (Cf tableau) a été réalisée au laboratoire de sédimentologie de l'UMR 7194 / Département de Préhistoire au Muséum National d'Histoire Naturelle, sur un granulomètre à diffraction laser, le Mastersizer 2000 Malvern, par voie liquide, sur échantillons bruts et/ou décarbonatés selon les indications prises sur le terrain.

Dans la mesure où nous n'avons pas échantillonné de séquences sédimentaires, mais seulement des résidus de dépôts allogènes, l'analyse granulométrique des échantillons ne pourra pas rendre compte des dynamiques paléoenvironnementales à l'origine du dépôts des matériaux, mais permettra de préciser la composition de ces derniers (argiles, limons, sable fin, sable grossier). La méthode pourra ensuite être utilisée pour préciser l'histoire du transport et de la mise en place des matériaux allogènes quartzeux et les résultats pourront être utilisés pour l'élaboration d'une méthode d'échantillonnage en vue des datations d'enfouissement par $^{26}Al/^{10}Be$.

Le but ici est donc de reconstituer les conditions de transport ou de dépôt des sédiments allogènes dans le karst et de mettre en évidence d'éventuelles fluctuations au cours du temps. Les paramètres analytiques tels que la minéralogie seront ultérieurement pris en compte et

permettront éventuellement de différencier les générations de dépôts où d'argumenter sur les corrélations potentielles entre des fragments de réseaux maintenant disjoints.

3.5 Les datations d'enfouissement par $^{26}Al/^{10}Be$

3.5.1 Introduction

L'évolution du relief résulte de l'interaction entre la tectonique, le climat et les processus de surface. Aussi, l'étude de cette évolution impose la connaissance de leur chronologie de mise en place et la quantification de leur vitesse d'évolution afin de reconstituer l'évolution paléogéographique (Hobléa *et al.* 2011, Granger *et al.* 2001, Stock *et al.* 2005a).

La méthode de datation appliquée aux échantillons repose sur l'utilisation couplée de nucléides cosmogéniques produits *in situ*, qui sont l'^{26}Al et le ^{10}Be. Cette méthode permet de dater la durée d'enfouissement des dépôts allogènes fluviatiles, sur la base de la décroissance radioactive différentielle du ^{26}Al et du ^{10}Be.

Les mesures des concentrations en ^{26}Al et ^{10}Be ont été réalisées sur 16 échantillons de matériaux détritiques allogènes quartzeux d'origine fluviatile prélevés à l'intérieur des cavités et réseaux karstiques. La préparation des échantillons et la mesure des concentrations en cosmonucléides ont été réalisés au CEREGE (Centre Européen de Recherche et d'Enseignement des Géosciences de l'Environnement) auquel est directement rattaché le Laboratoire National des Nucléides Cosmogéniques (LN2C).

Il est important de rappeler que cette méthode de datation a été utilisée pour dater la période d'enfouissement des remplissages de paléokarsts, soit de galeries qui ne sont plus en fonctionnement. Les âges ainsi obtenus ne sont donc pas des âges de creusement mais au mieux des âges d'utilisation des galeries par les eaux. Le creusement d'un réseau karstique pénétrable est presque instantané à l'échelle des temps géologiques ici considérée – il est estimé entre 4 et 40 ka selon les conditions qui contrôlent la dissolution (Palmer 2007, Bakalowicz 1979). Néanmoins, une fois creusé il peut se conserver intact pendant des millions d'années – aussi l'âge obtenu pour un échantillon ne représente qu'un âge minimum de creusement, l'âge réel pouvant être plus élevé.

3.5.2 Définition de la production *in situ*

Les particules du rayonnement cosmique primaire sont à 99% des particules chargées positivement (protons et noyaux d'hélium) pour seulement 1% de noyaux lourds et d'électrons. Ces particules proviennent en partie de l'extérieur de notre système solaire (composante galactique constante et prédominante) mais d'autres, moins énergétiques, sont également produites par le Soleil (composante solaire). L'interaction du rayonnement cosmique primaire avec les atomes de l'environnement terrestre provoque des réactions nucléaires qui dissipent efficacement l'énergie de ces particules primaires. C'est ce phénomène de spallation qui est directement à l'origine de la production de nucléides cosmogéniques dans la haute atmosphère (^{14}C, ^{3}He, ^{10}Be, ^{26}Al, ^{36}Cl, ^{21}Ne).

Par ailleurs, 0,1% de ces particules secondaires atteignent la surface de la Terre avec suffisamment d'énergie pour induire des réactions nucléaires principalement sur les atomes de silicium (Si) et d'oxygène (O) contenus dans les minéraux des roches exposées à la surface, c'est ce que l'on appelle la production *in situ* (Granger 2006, Granger & Muzikar 2001).

3.5.3 Principe de la méthode

La méthode qui permet de déterminer la durée d'enfouissement repose sur le principe de désintégration radioactive des deux cosmonucléides qui sont l'^{26}Al et le ^{10}Be produits au sein de la fraction minérale quartz (SiO_2) des roches exposées à la surface de la Terre. Pendant toute la durée d'exposition les deux cosmonucléides s'accumulent avec un rapport de production spallogénique $^{26}Al/^{10}Be$ de 6,61 ± 0,50 (Pappu *et al.* 2011). Par ailleurs, on sait que les gains sont proportionnels à la durée d'exposition et à l'intensité du rayonnement cosmique secondaire et que les pertes sont proportionnelles à la décroissance radioactive et à l'intensité des phénomènes d'érosion. Ainsi, dans la mesure où l'on peut modéliser l'intensité du rayonnement cosmique et que l'on connaît la constante de désintégration de l'^{26}Al et du ^{10}Be, on estime que la production initiale de ces deux cosmonucléides est fonction de la durée d'exposition et du taux d'érosion du dépôt ou de la roche (Gosse & Philips 2001).

Le taux de production *in situ* des nucléides cosmogéniques représente la quantité de cosmonucléides qui s'accumule dans un gramme de minéral cible en une année. Celui-ci est fonction du champs magnétique terrestre et donc de la latitude et de l'altitude, mais également de la profondeur, c'est-à-dire, de l'épaisseur de roche traversée par le rayonnement cosmique.

Si l'on considère la masse volumique de la croûte terrestre ρ où $\rho \cong 2{,}5$ g cm^{-3} on estime que le taux de production des cosmonucléides produits *in situ* diminue d'un facteur e (≅ 2,7) tous les 60 cm environ (Lal 1991). Par conséquent, à une profondeur théorique, l'énergie du flux de particules secondaires n'est plus suffisante et la production des cosmonucléides cesse. Des sédiments préalablement enrichis en cosmonucléides puis enfouis dans le karst à une profondeur suffisante sont précisément dans cette situation : l'accumulation de cosmonucléides cesse, l'érosion n'intervient plus et seule la décroissance radioactive se poursuit, à un taux différent selon qu'il s'agit de l'^{26}Al (0,717 ± 0,017 Ma) ou du ^{10}Be (1,387 ± 0,012 Ma). Dans la mesure où la décroissance de l'^{26}Al est deux fois plus rapide que celle du ^{10}Be, le rapport ^{26}Al/^{10}Be décroît exponentiellement avec une demi vie de 1,48 ± 0,01 Ma. La méthode permet alors de déterminer des durées d'enfouissement, à partir de la décroissance radioactive différentielle, cela dans une plage de temps comprise entre 100 ka et 5 Ma. La valeur haute est liée à la trop grande faiblesse des taux d'^{26}Al restant, la valeur basse est inhérente aux marges d'erreur des mesures (Granger & Muzikar 2001).

La décroissance du rapport ^{26}Al/^{10}Be est donné par l'équation : $\frac{N_{Al}}{N_{Be}} = \left(\frac{N_{Al}}{N_{Be}}\right)_0 e^{-t(\lambda Al - \lambda Be)}$ où $\left(\frac{N_{Al}}{N_{Be}}\right)_0$ et $\frac{N_{Al}}{N_{Be}}$ sont respectivement les rapports ^{26}Al/^{10}Be initial et présent, où t est le temps depuis l'enfouissement et enfin où λAl et λBe sont les constantes de désintégration radioactive de l'^{26}Al et du ^{10}Be (Korchinek *et al.* 2010).

Cette équation traduit le cas le plus simple en datation d'enfouissement. C'est à dire qu'en théorie, si l'enfouissement est suffisamment rapide et profond, la production de cosmonucléides, dont l'^{26}Al et le ^{10}Be, est totalement stoppée et la production post-enfouissement est nulle. Néanmoins, l'utilisation de modèles appropriés permette de résoudre des situations complexes telles que la production de cosmonucléides post-enfouissement, si celui-ci n'est pas suffisamment important, ou encore des histoires d'exposition/enfouissement

qui peuvent être parfois compliquées (Balco & Rovey 2008). Il est donc essentiel d'élaborer une stratégie d'échantillonnage qui soit rigoureuse afin de définir le modèle « avec ou sans production post-enfouissement », à partir duquel pourront être correctement interprétées les résultats de la mesure par AMS (Accelerator Mass Spectrometry) (Lebatard *et al.* 2014). Dans le cas des dépôts allogènes endokarstiques on peut en première analyse considérer que l'enfouissement est rapide et total : c'est donc un cas simple d'application de la méthode.

Aussi, l'utilisation d'un couple de cosmonucléides tels que l'^{26}Al et le ^{10}Be est essentielle pour permettre de résoudre l'équation à deux inconnues dans la mesure où l'on ne connaît ni le temps d'exposition avant l'enfouissement ni la durée d'enfouissement.

Les âges d'enfouissement sont alors donnés par l'évolution du rapport ^{26}Al/^{10}Be représenté par les lignes horizontales, soit sous la courbe en gras inférieure « steady erosion » (Figure 13).

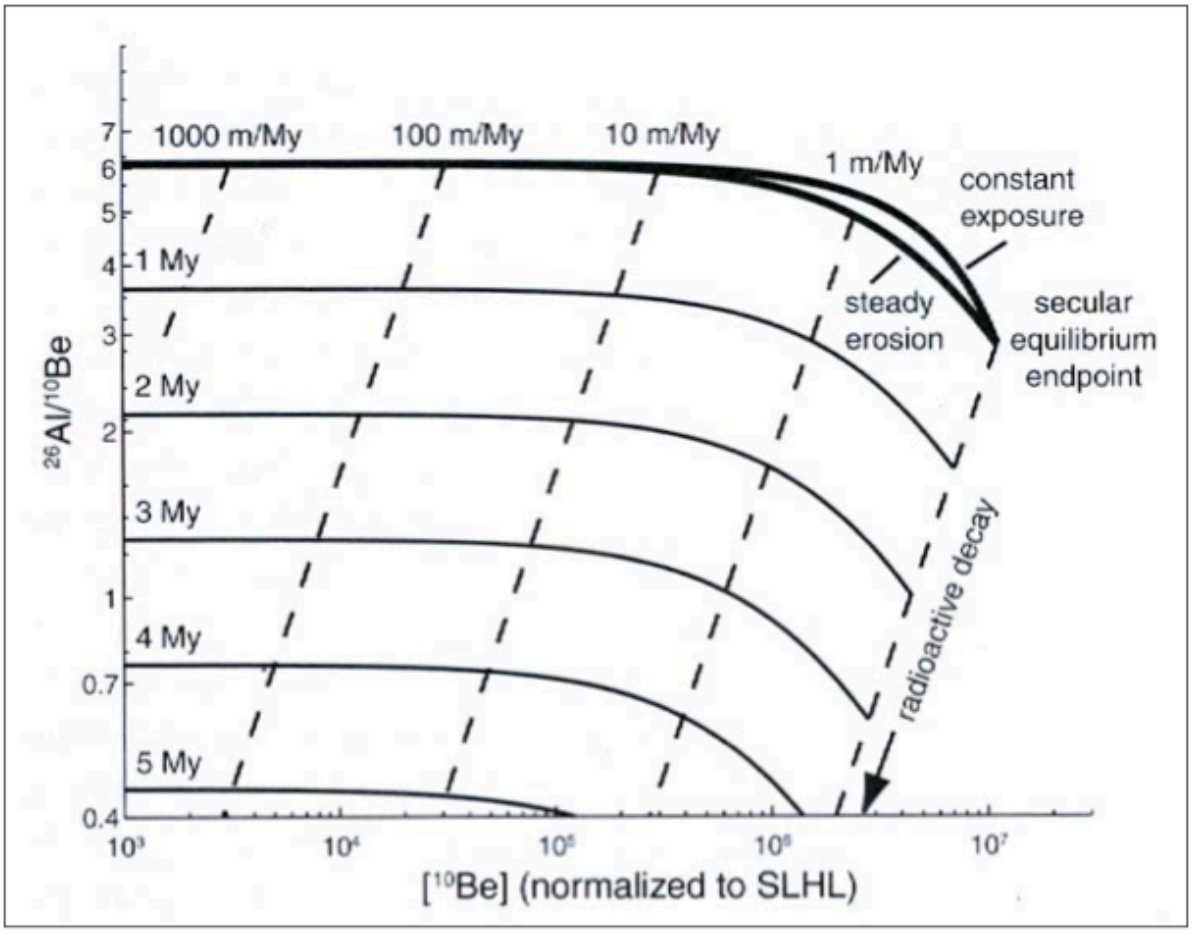

Figure 13 : Diagramme illustrant l'évolution du ^{26}Al et du ^{10}Be dans le quartz (d'après Granger 2006).

3.5.4 Procédure analytique

Avant d'obtenir un âge d'enfouissement les échantillons doivent être préparés afin d'obtenir la mesure des nucléides de l'^{26}Al et du ^{10}Be par spectromètre de masse par accélérateur (ASTER). Les échantillons prélevés dans la grotte de Niaux et dans les grottes mentionnées ci-dessus ont été mis au traitement en mai 2014 et ont donc fait l'objet d'une préparation physique et chimique au Laboratoire des Nucléides Cosmogéniques (LN2C/CEREGE). Néanmoins, le temps à parti pour le projet de Master ne nous a pas permis de suivre le protocole jusqu'à la fin. Nous ne mentionnerons donc que les étapes qui ont été réalisées par nos soins.

Broyage et tamisage :

Tous les échantillons ont été broyés au broyeur à mâchoires afin d'obtenir une fraction suffisamment fine pour être tamisée – à l'exception de l'échantillon **CALA-14-06** suffisamment détritique pour être directement tamisé. Les refus de tamis des échantillons préalablement triés (**NI-13-05**, **NI-13-12** et **NI-13-20**) ont en plus été broyés au Fritsch Pulvérisette 2 (broyeur rotatif en agate) afin de récupérer le maximum de matière au tamisage. Les grains obtenus après le broyage doivent être tamisés afin de récupérer la fraction comprise entre (0,25 et 1 mm). Cette étape permet d'augmenter la surface spécifique des grains et donc la surface d'attaque des acides. Le tamisage doit être réalisé au fur et à mesure soit après chaque séquence de broyage. Le broyage doit être recommencé autant de fois que nécessaire pour récupérer environ 200g de matière (ajustable en fonction de la proportion en quartz de l'échantillon).

Séparation magnétique :

La séparation magnétique permet de séparer les minéraux magnétiques, tels que les ferro-magnésiens, des minéraux non magnétiques comme le quartz. C'est une étape non négligeable qui permet de faire rapidement un premier tri parmi les minéraux de l'échantillon. Cette étape est réalisée grâce à un séparateur magnétique appelé Frantz. Chaque échantillon doit être passé trois fois dans le séparateur à respectivement 0,2,A 0,5A et 1A (ces valeurs pourront être modifiées suivant la nature de l'échantillon). L'échantillon introduit dans le réservoir du séparateur traverse un champ magnétique le long d'une baguette en aluminium légèrement

inclinée vers l'extérieur et séparée au deux tiers en deux couloirs. Ainsi, les minéraux magnétiques sont retenus par les deux aimants dans le couloir intérieur alors que les minéraux non magnétiques s'écoulent dans le couloir extérieur du fait de l'inclinaison de la baguette. La part « magnétique » doit être conservée; néanmoins, seule la part « non magnétique » de l'échantillon sera utilisée pour la suite du protocole. Tous les échantillons ont été passés au séparateur magnétique et l'on observe pour tous que la part « magnétique » est souvent deux fois plus importante que la part « non magnétique ».

Décarbonatation et élimination des minéraux (sauf le quartz) :

La décarbonatation est réalisée afin de supprimer la fraction carbonatée de l'échantillon. Avant celle-ci, une part équivalente à 100g de l'échantillon est introduite dans une bouteille Nalgène® de 250 ml dans laquelle on ajoute progressivement environ 5 ml d'acide chlorhydrique (HCl) à 37%. Au contact de l'acide, l'échantillon réagit (réaction exothermique), il faut alors attendre que la réaction soit terminée avant d'agiter puis de jeter la solution dans le bidon des déchets acides. Cette étape doit être répétées autant de fois que nécessaire. Certains échantillons ont été très rapide à décarbonater (**NI-13-05**, **NI-13-10**, **NI-13-12**, **NI-13-13**, **NI-13-20** et **CALA-14-06**) tandis que l'on a du répéter de nombreuses fois l'étape pour le reste des échantillons, et en particulier pour les échantillons **NI-13-17**, **NI-13-23**, **LUJ-13-01**, **SED-13-02**, **SED-14-01** et **CALA-14-04**. Une fois la décarbonatation terminée, les échantillons sont rincés à l'eau ultra pure et placés dans l'étuve avant l'étape d'élimination des minéraux (autres que le quartz) par attaques acides. Cette étape doit être réalisée en ajoutant 1/3 d'acide chlorhydrique à 37% et 2/3 d'acide hexafluorosilicique (H_2SiF_6) dans la bouteille Nalgène® qui contient l'échantillon. Cette étape, comme les précédente, doit être réalisée autant de fois que nécessaire, c'est-à-dire jusqu'à ce que l'attaque soit nulle et que la solution soit claire et sans fraction fine. Il a fallu près de 10 jours pour que tous les échantillons soient prêts pour l'étape d'élimination du ^{10}Be atmosphérique.

Elimination du ^{10}Be atmosphérique :

Ces étapes sont réalisées afin d'éliminer le ^{10}Be d'origine atmosphérique qui aurait pu se diffuser dans les imperfections du quartz à partir de la surface (chaque lavage dissout environ 10% de la masse restante). Pour cela nous avons effectué trois dissolutions séquentielles avec

de l'acide fluorhydrique à 48% (il faut 3,5 ml de HF à 48% par gramme de quartz à dissoudre), selon les valeurs indiquées pour chaque échantillon.

Ajout de l'entraîneur (Spike) :

L'entraîneur permet de mesurer une quantité pondérale et de fixer le rapport $^{10}Be/^{9}Be$ que l'on mesure au spectromètre de masse. Avant cette étape, une mise en réserve du quartz est effectuée afin de conserver une part de l'échantillon en cas de problème ultérieur. Ainsi, 100 µL d'entraîneur ont été ajouté à chaque échantillon.

Enfin, pour des questions de temps, nous n'avons pas pu assister aux dernières étapes de la préparation des échantillons, néanmoins, les détails de ces dernières sont rappelées en annexes dans le protocole de préparation des cibles en vue de la mesure de l'^{26}Al et du ^{10}Be. Les échantillons sont actuellement prêts à être mesurés et nous disposerons des résultats seulement dans quelques mois.

Echantillons karstiques mis au traitement pour datation $^{26}Al/^{10}Be$:

• **Massif du Cap de la Lesse** (Figure 14) **:**

Grotte de Niaux, altitude 672 m (échantillons prélevés en 09/13)

- **NI-13-05** : Graviers et galets centimétriques (l'échantillon a été trié et seuls les galets de quartz ont été conservés).
  → Formation alluviale ancienne, rouge, antérieure aux grands planchers stalagmitiques daté à 350 ka et plus. Un échantillon « historique » prélevé au même point par Patrick Sorriaux au moment de sa thèse et traité en 2013 (N9-2) n'a donné aucun âge burial.

- **NI-13-08** : Sable quartzeux et galets de quartz mais aussi beaucoup de galets calcaires.
  → Sandwich alternant planchers stalagmitiques et alluvions sableuses : l'échantillon surmonte le plancher daté à 330 ka par Patrick Sorriaux, lui-même surmonté par un autre plancher stalagmitique.

- **NI-13-10** : Sable quartzeux cimenté.
  → Sandwich alternant planchers stalagmitiques et alluvions sableuses : l'échantillon se trouve sous le plancher daté à 330 ka par Patrick Sorriaux (même coupe que Ni-13-08).

- **NI-13-12** : Galets calcaires et sable apparemment pauvre en quartz (l'échantillon a été trié pour récupérer quelques galets siliceux).
  → Galerie des Eboulis, plaqué à la base de la paroi (la relation stratigraphique avec les autres générations de dépôts est inconnue).

- **NI-13-13** : Sable et gravier cimenté et apparemment pauvre en quartz.
  → Galerie des Eboulis, plaqué au plafond de la galerie (la relation stratigraphique avec les autres générations de dépôts est inconnue).

- **NI-13-15** : Sable apparemment quartzeux très cimentés et galets de gneiss et de calcaire.
  → Diverticule proche de la coupe de référence, sur l'autre paroi de la grande galerie.

- **NI-13-17** : Matrice sableuse apparemment quartzeuse et très indurée et galets de granitoïdes et de quartz.
  → Coupe de référence (partie basale), sous les gros planchers de calcite. Ce dépôt alluvial grossier est assimilé aux dépôts similaires de Lombrives et ils seraient les plus anciens reconnus dans le réseau.

- **NI-13-20** : Petits galets très cimentés et essentiellement calcaires (l'échantillon a été trié pour ne garder que les galets de quartz et de granitoïdes clairs très dominants).
  → Coupe de référence (partie droite) : alluvion allogène située sous le plancher daté à 90 et 190 ka par Patrick Sorriaux.

- **NI-13-23** : Grès quartzeux fins et grossiers à litages obliques (seule la fraction grossière a été prélevée).
  → Coupe de référence (partie centrale près du toit des grès) : alluvion allogène située sous le plancher daté à 90 et 190 ka par Patrick Sorriaux.

• **Massif du Quié de Lujat** (Figure 14) **:**

Grotte de la Mirouge, altitude 1096 m, soit une altitude relative de +590 m (échantillon prélevé en 11/13) :

- **LUJ-13-01** : Grès indurés de couleur rougeâtre avec des inclusions de graviers et de galets de quartz.
  → L'échantillon fossilise directement les parois de la galerie.

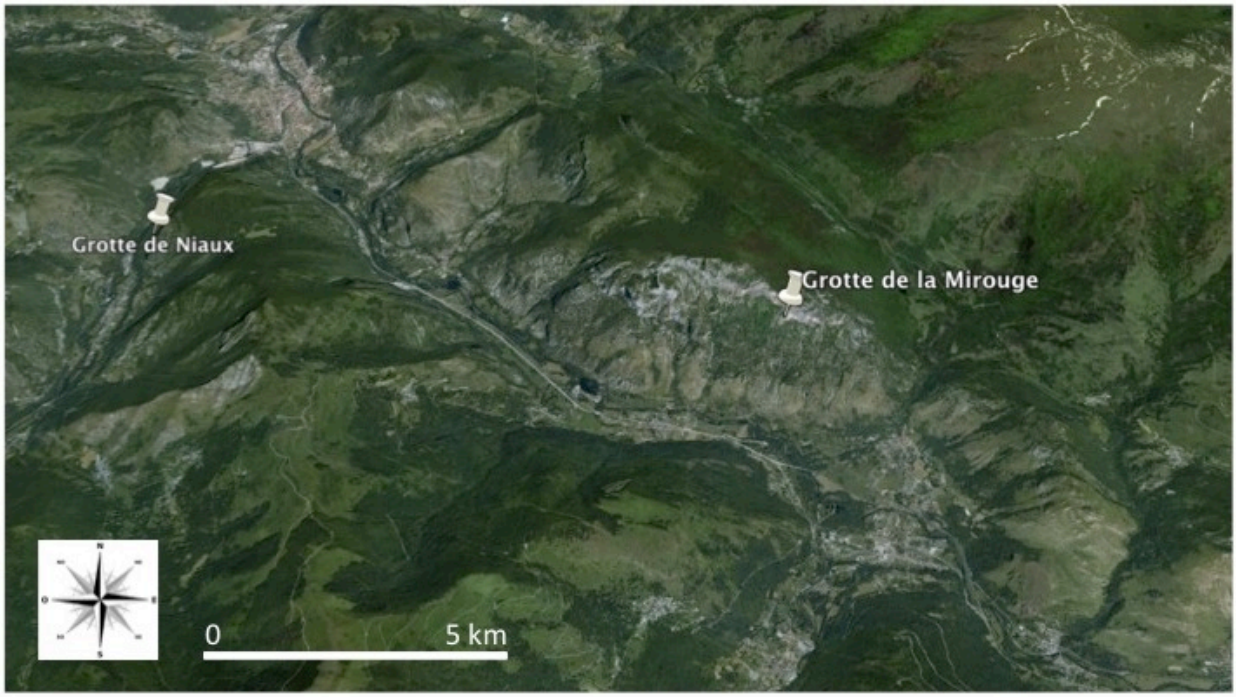

Figure 14 : Localisation de la grotte de Niaux (Cap de la Lesse) et de la grotte de la Mirouge (Quié de Lujat) (Google Earth).

• **Massif du Sédour** (Figure 15) **:**

Grotte de Bouicheta, altitude 780 m, altitude relative +310 m (échantillon prélevé en 11/13) :

- **SED-13-02** : Sables cimentés de couleur ocre jaune avec des inclusions de grains de quartz.

Grotte des Moutons, altitude 850 m, altitude relative +380 m (échantillon prélevé en 04/14) :

- **SED-14-01** : sables cimentés de couleur ocre jaune avec des inclusions de grains de quartz mêlés à des éléments plus grossiers.
  → Ce niveau est scellé par un plancher puissant de 1 à 2 m et très compact.

• **Massif de Calamès (**Figure 15**) :**

Grotte des Esplourgues, altitude 704 m, altitude relative +234 m (échantillon prélevé en 04/14) :

- **CALA-14-02** : Grès de couleur jaune avec des graviers de quartz, exclusifs vers le sommet.
  → Le dépôt est plaqué sur la paroi gauche de la galerie (un petit plancher scelle un placage similaire, sur la paroi droite, en face).

Grottes du Calamès I II III, face sud du massif, altitude 700 m, altitude relative +230 m (échantillon prélevé en 04/14) :

- **CALA-14-04** : Grès à boules très indurés avec inclusions de graviers de quartz.
  → Toit du dépôt allogène ancien, au fond et en haut de la troisième entrée

- **CALA-14-05** : Grès indurés avec inclusions de graviers de quartz.
  → Troisième entrée, paroi de gauche, base du dépôt.

Grotte de la Carrière, face nord du massif, altitude 680 m, altitude relative +210 m (échantillon prélevé en 04/14) :

- **CALA-14-06** : Sables grossiers meubles assez limoneux de couleur jaune.
  → Base de la coupe.

Figure 15 : Localisation de la grotte de Bouicheta, de la grotte des Moutons (Sédour), des grottes du Calamès I II III, de la grotte des Esplourgues et de la grotte de la Carrière (Calamès) (Google Earth).

4 Résultats

4.1 La prospection

Les missions de prospection ont permis de définir un ensemble de cavités qui atteste la présence de dépôts allogènes avec inclusions de quartz, caractéristique essentielle dans notre démarche d'échantillonnage car le quartz contient les noyaux cibles - silicium (Si) et d'oxygène (O) - nécessaires à la production des deux cosmonucléides, l'^{26}Al et le ^{10}Be, utilisés pour les datations d'enfouissement. Ces cavités, témoignent d'anciennes circulations proches d'anciens niveaux de base locaux et s'étagent entre le fond de la vallée actuelle et +590 m, soit environ, pour la plus haute, 400 m sous les restes de surface d'aplanissement attribuées au Miocène moyen (Calvet & Gunnell 2008, Gunnell *et al.* 2009) et encore bien conservées au plateau de Beille, dans le massif de l'Aston, mais ponctuellement préservées au faîte du Quié de Lujat. Ces restes de galeries enregistrent donc l'essentiel de l'histoire de l'incision de la vallée de l'Ariège.

4.1.1 Les massifs du Sédour et du Calamès

Les massifs du Sédour et du Calamès sont situés à l'extrémité nord-ouest du bassin de Tarascon. Nous avons pu mettre en évidence sur ces deux massifs cinq grottes dont les galeries renferment des dépôts allogènes quartzeux : La grotte des Moutons et la grotte de Bouicheta sur le massif du Sédour ainsi que la grotte des Esplourgues, les grottes du Calamès I, II, III et la grotte de la Carrière sur le massif du Calamès.

Pour des raisons d'accès difficile nous n'avons pas pu nous rendre dans chacune des grottes mentionnées par le Spéléoclub du Haut Sabarthez dans l'inventaire des cavités du Sédour. Néanmoins, l'étude et la datation des prélèvements réalisés dans la grotte des Moutons et dans celle de Bouicheta, complétées par la suite par l'étude et l'échantillonnage de la grotte de Bédeilhac, devraient apporter un résultat suffisamment significatif pour ce petit massif résiduel. Parmi les autres cavités que l'on a prospecté, nous devons préciser que la grotte de Pradières (SR 21) présente également des dépôts exogènes mais d'origine brèchique locale et

donc qui proviennent très certainement de la brèche du Sédour, qui recouvre à proximité le versant.

La grotte des Moutons :

La grotte des moutons est située au dessus et à droite de la grotte de Bouicheta à 850 m d'altitude (+380 m) d'altitude. Elle se développe globalement sur un axe orienté nord-est/sud-ouest et sur environ 20 m de profondeur et presque autant de large. Elle se présente sous la forme d'une salle très basse, de 1 à 2 m de hauteur maximale (Figure 16), se terminant en laminoir. A l'intérieur on trouve de grandes portions de planchers stalagmitiques, au niveau du sol de la grotte, sur lesquels reposent de nombreux piliers qui font la jonction entre les planchers et le plafond. Ces planchers fossilisent un remplissage de sables quartzeux jaunes à roux, tantôt meubles, tantôt fortement cimentés en dalles, visibles sur une épaisseur de 1 m au minimum. Au-dessus des grands planchers, la paroi gauche de la grotte montre des restes de planchers multiples très durs, associés à des grès allogènes, qui semblent avoir fossilisé la totalité de la galerie, avant une phase ultérieure de vidange partielle Par ailleurs, les parois de la cavité présentent des formes en creux de type marmites de paroi, antérieures aux grès quartzeux et aux planchers qui les fossilisent (Figure 17). Ces formes témoignent de l'érosion de la roche encaissante par l'eau au moment où la cavité était en fonctionnement.

La galerie a donc été comblée de sédiments allogènes sableux au moins en deux phases, séparées par un épisode vadose responsable de l'épais plancher. Malgré un colmatage total, elle n'a pas fonctionné en galerie paragénétique, car elle est restée très basse et large, avec un plafond plan qui ne montre pas de chenaux de voute ou de marmites inversées.

→ L'échantillon **SED-14-01** a été prélevé au fond de la salle dans le diverticule de droite. Il s'agit d'un fragment de dalle cimentée initialement située sous le gros plancher médian.

Figure 16 : Grotte des Moutons : salle d'entrée.

Figure 17 : Grotte des Moutons : modelés de type marmites de paroi et vestiges de planchers stalagmitiques.

La grotte de Bouicheta :

La grotte de Bouicheta s'ouvre sur le flanc ouest du massif du Sédour à 780 m (+310 m) d'altitude (Figure 18). La grotte se développe principalement sur un axe nord-est/sud-ouest et sur une longueur d'environ 85 m. Le sol de la grotte a été presque entièrement remanié et de véritables « travaux de terrassement » y ont été entrepris sur près d'1,60 m, et ce du fait des fouilles menées par Garrigou. De plus, les parois sont souvent masquées par les déblais de fouilles qui forment parfois de grands murs de pierres et sont largement attaquées par les marques des pioches. Ainsi, bien que la grotte présente les vestiges de vieux planchers stalagmitiques sous lesquels on observe des dépôts limoneux, l'organisation des dépôts sédimentaires y est complètement bouleversée. D'autre part, la grotte présente un important

concrétionnement principalement au fond de la galerie (Figure 19) mais que l'on constate également par la présence d'importantes stalagmites qui parsèment les conduits.

→ L'échantillon **SED-13-02** a été prélevé sur un dépôts plaqué sur la paroi (Figure 20), dans une petite niche à environ 45 m de l'entrée et à près de 2 m du niveau du sol.

Figure 18 : Grotte de Bouicheta : porche d'entrée.

Figure 19 : Grotte de Bouicheta : plancher stalagmitique et concrétions au fond de la galerie.

Figure 20 : Grotte de Bouicheta : site de prélèvement de l'échantillon SED-13-01.

La grotte des Esplourgues :

La grotte des Esplourgues est située sur le versant sud du massif du Calamès à 704 m d'altitude (+234 m) et s'ouvre par un petit porche (Figure 21) à hauteur d'un replat glaciaire jalonné de blocs morainiques. Elle se développe sur près de 300 m par un réseau complexe de cavités au fond duquel coule une rivière à l'origine de la formation de nombreux gours. Les remplissages de la grotte s'étendent sur près de 3 m depuis l'entrée mais on les retrouve également dans le fond des conduits représentés par des grès plaqués sur les parois et en hauteur et qui semble être les résidus de remplissages anciens plus conséquents qui ont été décolmatés.

→ L'échantillon **CALA-14-02** a été prélevé dans une petite salle à environ 20 m de l'entrée (Figure 22) qui renferme d'anciens dépôts de grès (Figure 23).

Figure 21 : Grotte des Esplourgues : porche d'entrée.

Figure 22 : Grotte des Esplourgues : site de prélèvement de l'échantillon CALA-14-02.

Figure 23 : Grotte des Esplourgues : dépôt de l'échantillon CALA-14-02.

Les grottes du Calamès I II III :

Les grottes du Calamès I II et III sont des grottes peu profondes (45 m au total) qui devaient appartenir en réalité à un même ensemble, recoupé par l'actuel versant, car elles présentent sensiblement la même orientation, nord-ouest/sud-est, en particulier pour les grottes Calamès I et II. Actuellement ces grottes sont bien individualisées et s'ouvrent sur l'extérieur par des porches assez importants à 700 m (I) (Figure 24), 705 m (II) (Figure 25) et 710 m (III) (Figure 26) d'altitude. Elles renferment de très nombreux remplissages pouvant aller des limons feuilletés jusqu'aux blocs décimétriques plaqués sur les parois au niveau des entrées (Figure 27) ou accumulés en profondeur dans les conduits. Le plus impressionnant de ces remplissages est donné par la stratigraphie à l'entrée de la grotte Calamès III (Figure 28). Ces remplissages ont fait l'objet d'une étude sédimentologique et altérologique très détaillée dans le cadre d'un mémoire de Maîtrise (Gallego & Michel 1982). Le réexamen détaillé des faciès de Calamès III a permis de montrer qu'une formation détritique plus récente ravine totalement la précédente, jusqu'au plancher de la galerie, et fossilise à sa base de gros spéléothèmes. Il s'agit à la base d'un matériel riche en blocs et éclats calcaires locaux, mais aussi galets

calcaires, granitiques et gneissiques émoussés, en général très arénisés. Le tout est surmonté par des limons gris lités. On peut interpréter cette séquence comme résultant d'apports de marges glaciaires, remaniant des dépôts de pente et de la moraine, à laquelle succède un ennoiement total des galeries avec dépôt de limons dans un régime d'écoulement lent. Il pourrait s'agir d'un glaciaire pléistocène moyen, vu l'état d'altération généralisé des blocs granito-gneissiques. Seuls les dépôts anciens ont fait l'objet de prélèvements.

→ Les échantillons **CALA-14-04** et **CALA-14-05** ont été prélevés dans la section d'un conduit assez large qui relie Calamès II à Calamès III respectivement au toit et à la base du dépôt.

Figure 24 : Calamès I : porche d'entrée.

Figure 25 : Calamès II : porche d'entrée.

Figure 26 : Calamès III : porche d'entrée.

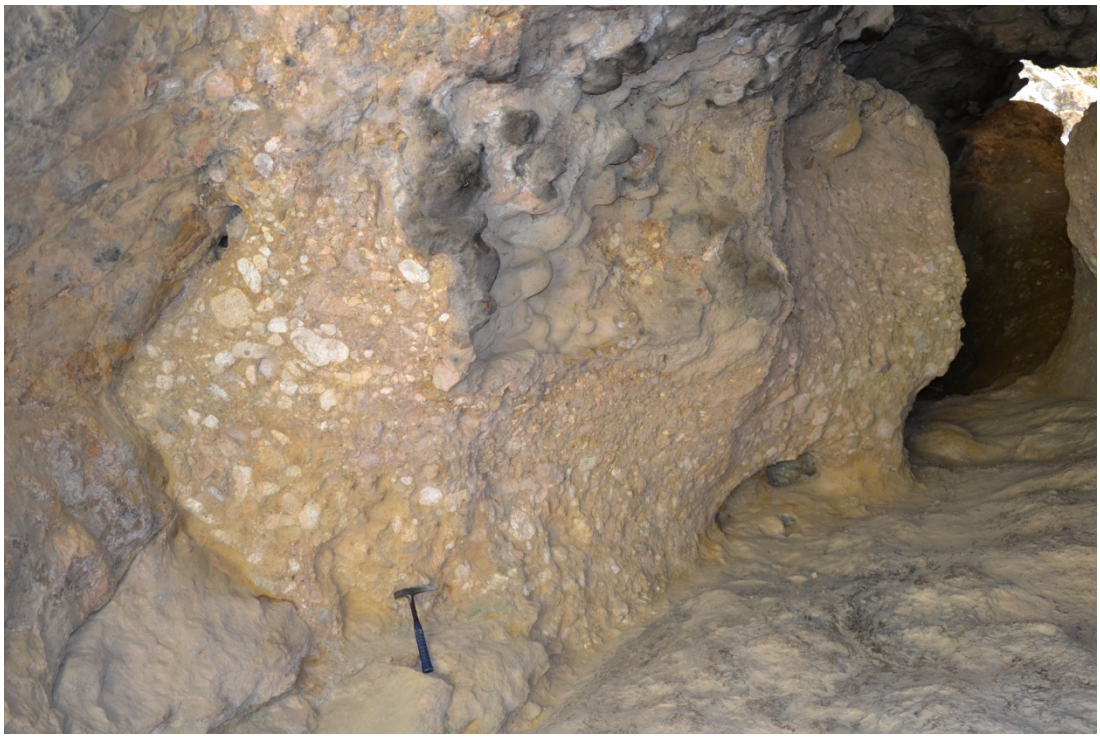

Figure 27 : Calamès I : vestiges de remplissages très indurés de blocs hétérométriques plaqués sur la paroi.

Figure 28 : Calamès III : séquence stratigraphique ancienne à l'entrée du conduit. La séquence glaciaire postérieure affleure plus vers le fond.

La grotte de la Carrière :

La grotte de la Carrière est située en pied de falaise sur le versant nord du massif du Calamès à 680 m d'altitude. C'est une petite cavité qui s'ouvre sur un large porche (Figure 29) et dont la morphologie actuelle résulte du démantèlement du versant par les travaux de la carrière. La très petite portion du conduit accessible est presque entièrement comblée de dépôts allogènes détritiques dans lesquels s'intercalent les vestiges de planchers stalagmitiques.

→ L'échantillon **CALA-14-06** a été prélevé sous les vestiges d'un plancher stalagmitique au fond de la cavité (Figure 30).

Figure 29 : Grotte de la Carrière : porche d'entrée.

Figure 30 : Grotte de la Carrière : site de prélèvement de l'échantillon CALA-14-06.

4.1.2 Le Massif du Cap de la Lesse et du Quié de Lujat

Les missions de prospection organisées sur ces deux massifs localisés dans la partie méridionale du bassin de Tarascon, ont permis d'échantillonner, outre la grotte de Niaux qui a fait l'objet d'une mission particulière, la petite grotte de la Mirouge, située sur le Quié de Lujat. Parmi les autres cavités prospectées sur le Cap de la Lesse, il paraît important de préciser qu'à l'intérieur de la grotte du Mammouth, on trouve les résidus de planchers stalagmitiques, de part et d'autre de la galerie, sur lesquels reposent de très nombreux galets d'origine fluviatile ou fluvio-glaciaire. De même que l'on retrouve en avant du porche d'entrée des galets cimentés que l'on peut assimiler à des éléments morainiques puisque tout le versant a été ennoyé par la glace au MEG Würm.

<u>La grotte de la Mirouge</u> :

La grotte de la Mirouge s'ouvre sur le versant du Quié de Lujat exposé au sud-ouest à environ 1090 m d'altitude (+ 583 m) (Figure 31). C'est une petite cavité d'une dizaine de mètres de profondeur, très étroite mais haute d'environ 10 m depuis l'entrée jusqu'aux deux tiers de la

grotte. Bien que de petite taille elle présente une grande variété de dépôts plaqués sur les parois. Des limons feuilletés très cimentés sont présents plutôt vers le haut des dépôts (~1,5 m), et fossilisent la totalité du conduit au fond de la grotte. Des sables grésifiés à galets et graviers de quartz exclusif ou associés à des granitoïdes clairs altérés, apparaissent plutôt vers la base du dépôt. L'extrémité est entièrement comblée par un sable meuble altéré qui semble un niveau sous-jacent à gros galets (5-10 cm) de quartz ou de quartzite blancs (Figure 32). Il pourrait s'agir d'un dépôt très postérieur aux autres matériaux consolidés et contemporain d'une phase glaciaire, car en ce point le glacier avait au Würm sont toit à près de 1400 m. Par ailleurs, les parois témoignent de l'énergie du courant au moment où la grotte était en fonctionnement. En effet, dès l'entrée de la cavité on constate que la roche encaissante a été largement soumise à l'érosion chimique et présente des formes de dissolution en creux, que l'on appelle marmites de paroi (Figure 33), sur toute la hauteur des parois. Par ailleurs, à l'intérieur de la galerie des marques de type scallop (Figure 34) témoignent de la direction de l'écoulement de l'eau et semblent préciser que l'eau s'évacuait depuis l'intérieur de la grotte vers l'extérieur (résurgence). Ces scallops sont directement fossilisés par le remplissage allogène.

→ L'échantillon **LUJ-13-01** a été prélevé sur la paroi de gauche (en venant de l'entrée).

Figure 31 : Grotte de la Mirouge : vue depuis l'intérieur de la cavité.

Figure 32 : Grotte de la Mirouge : dépôts de galets au fond du conduit.

Figure 33 : Grotte de la Mirouge : marques de type marmites de paroi à l'entrée de la cavité.

Figure 34 : Grotte de la Mirouge : marques de type scallop à l'intérieur de la cavité.

4.2 L'étagement des cavités

Les trois premiers graphiques ont été réalisés en cumulant les longueurs de développement des galeries par tranches d'altitude (relative) avec respectivement un pas de 50 m (Figure 35), un pas de 25 m (Figure 36) et enfin un pas de 10 m (Figure 37). On constate sur ces trois graphiques une tendance générale selon laquelle plus l'altitude diminue plus le cumule des développements est grand – avec néanmoins une transgression du modèle supposé entre le niveau de base actuel et +50 m d'altitude. Sur la figure 37, les pics situés entre +70 m et +80 m, entre +110 m et +120 m et enfin entre +140 m et +150 m font respectivement référence aux grottes de Sabart, Lombrives et Niaux, tandis que la grotte de Bédeilhac, dont le développement est comparable à ces dernières, est représenté par le pic situé entre +230 m et +240 m d'altitude.

Par ailleurs, si l'on observe plus précisément ces graphiques on peut mettre en évidence deux principaux cycles, le premier compris entre 750 et 350 m d'altitude et le second compris entre 350 et 50 m d'altitude (Figure 35). Par ailleurs, on constate que plus l'on réduit le pas des tranches d'altitude plus les étages semblent se détacher. On peut donc préciser que ces cycles sont respectivement compris entre 670 m et 350 m d'altitude et entre 350 et 50 m d'altitude. L'absence presque systématique de cavités entre le niveau de base actuel et 50 m d'altitude peut s'expliquer par les difficultés de la prospection du fait des éboulis qui viennent combler les galeries à la base des massifs.

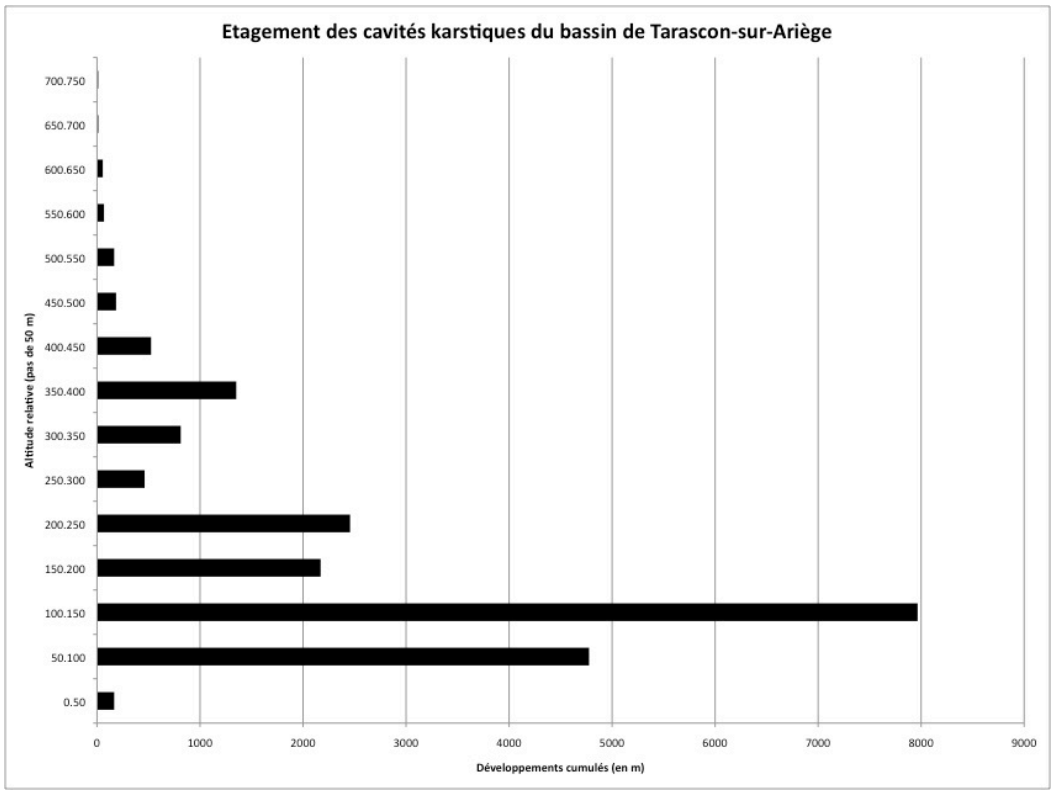

Figure 35 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 50 m).

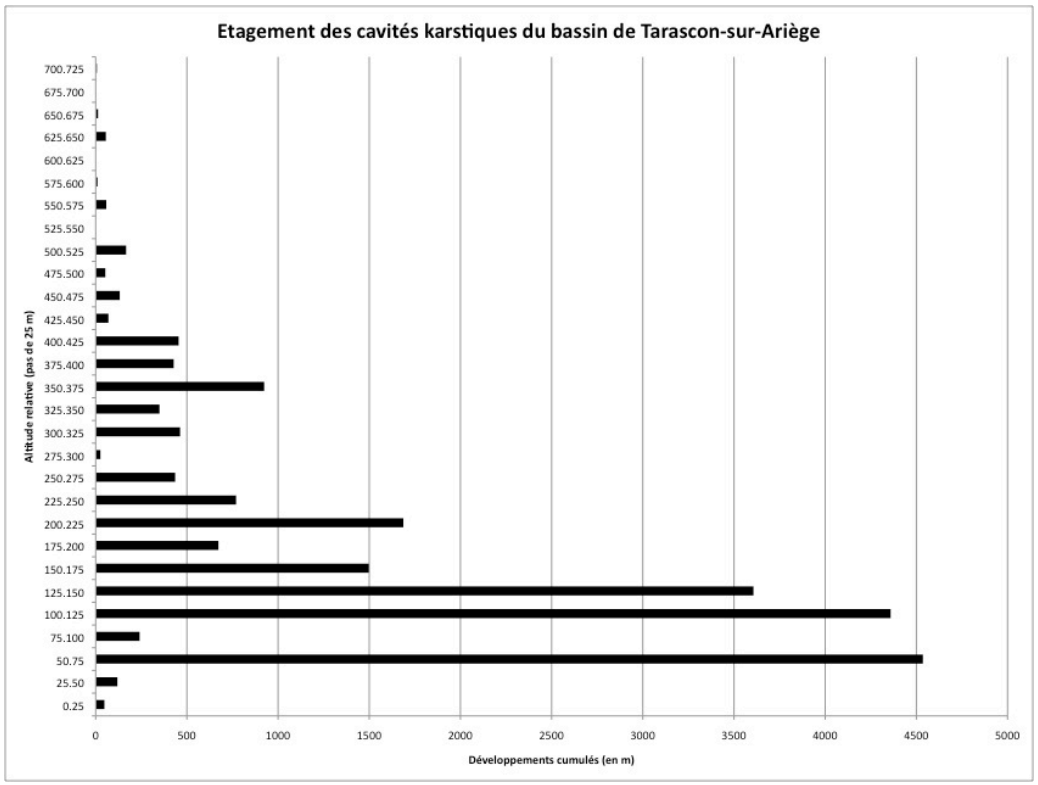

Figure 36 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 25 m).

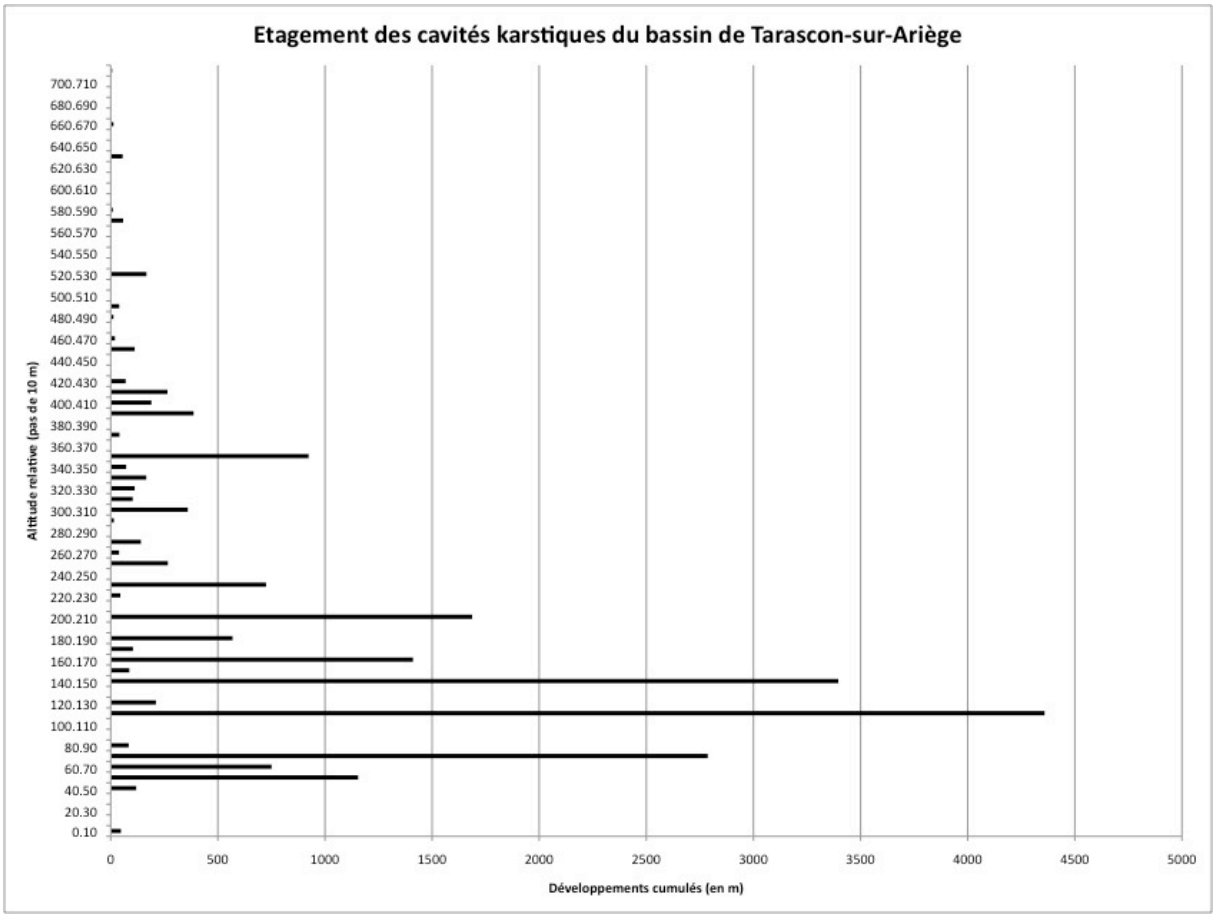

Figure 37 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 10 m).

Nous avons également cherché à savoir si l'on pouvait affiner ces observations en étudiant l'étagement des cavités à l'échelle des massifs. Nous avons pour cela définit des groupes de cavités par massif et travailler sur un pas de 10 m. Néanmoins, seuls les massifs du Sédour (Figure 38) et du Cap de la Lesse (Figure 39) présentent suffisamment de cavités pour traduire des niveaux d'étagement significatifs.

Les deux graphiques représentent les développements cumulés des conduits par tranches d'altitude (pas de 10 m). On constate que les réseaux les plus développés, tels que la grotte de Bédeilhac et le réseau Niaux-Lombrives-Sabart, sont situés à des altitudes relativement peu élevées.

Pour le massif du Sédour, on peut cependant préciser le modèle, où trois, voire quatre étages se laissent discerner. L'absence de niveaux de grottes entre +0 et +240 m reflète l'inventaire et les probables difficultés de prospection dans ce massif où la base est masquée souvent par des éboulis. L'étage majeur est vers +240 m, avec un système de très larges galeries, colmatées par des dépôts très altérés que l'on a pu assimiler aux nappes alluviales les plus anciennes, soit le toit du piémont de Lannemezan (Plio-Quaternaire ancien) (Gallego & Michel, 1982).

Un deuxième étage apparaît plus discrètement vers +310 m, marqué par Bouicheta, que l'on regroupera avec les quelques cavités qui apparaissent vers 800 m d'altitude.

Un troisième étage, plus net car souligné par les grands porches comme Pradières, apparaît vers +390-400 m. Chacun de ces trois étages majeurs renferme des dépôts allogènes et témoigne d'une stagnation, contemporaine, du niveau de base local. Leur datation en cours devrait assurer la chronologie de l'incision de l'Ariège dans le bassin de Tarascon.

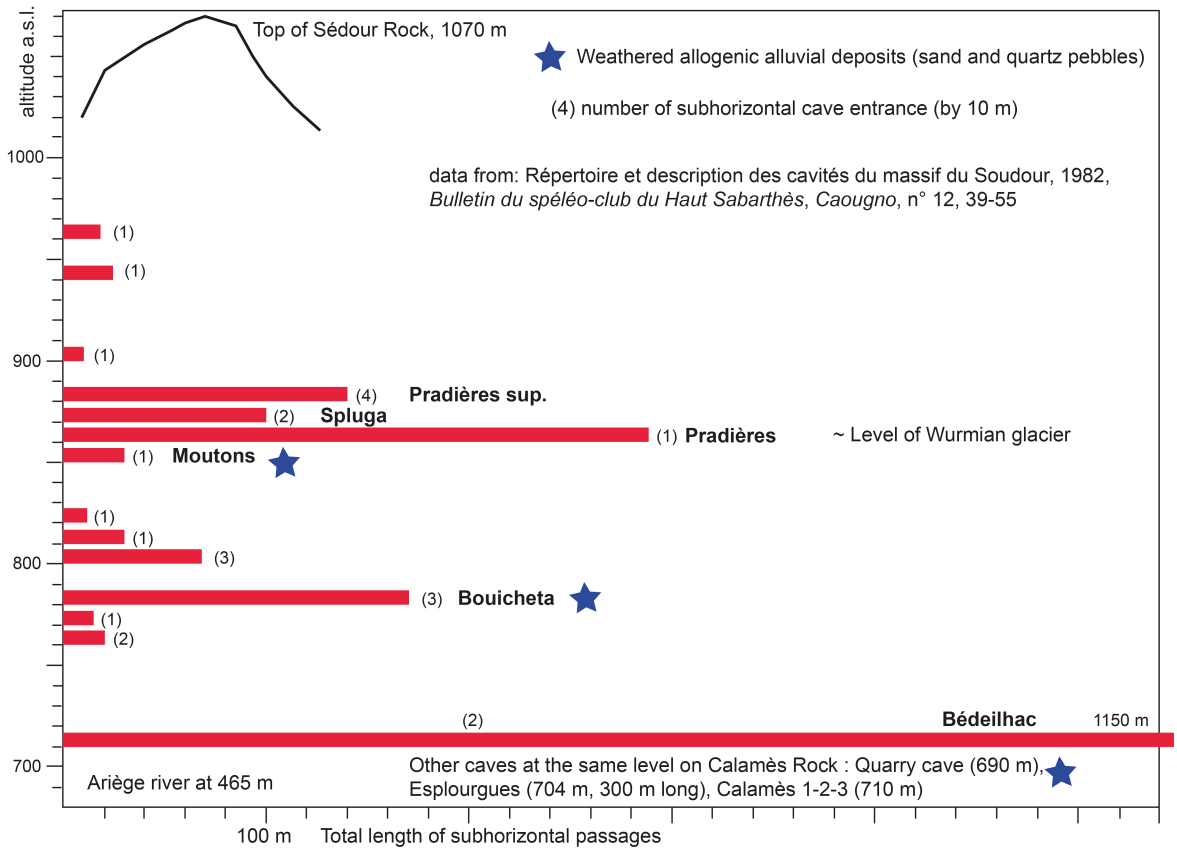

Figure 38 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du massif du Sédour selon le rapport altitude/développements cumulés (d'après Calvet pour ce mémoire).

Sur le massif du Cap de la Lesse, au moins cinq niveaux ont pu être mis en évidence (Figure 39). Si l'on a pu préciser un plus grand nombre d'étages sur le massif du Cap de la Lesse que sur le massif du Sédour (trois étages) c'est que les longueurs des développements mesurées pour le réseau Niaux-Lombrives-Sabart ont été fractionnées en niveaux de karstogenèse (Figure 40). Il apparaît alors essentiel de travailler avec une échelle d'observation aussi fine (niveaux de karstogenèse) pour définir précisément des niveaux d'étagement.

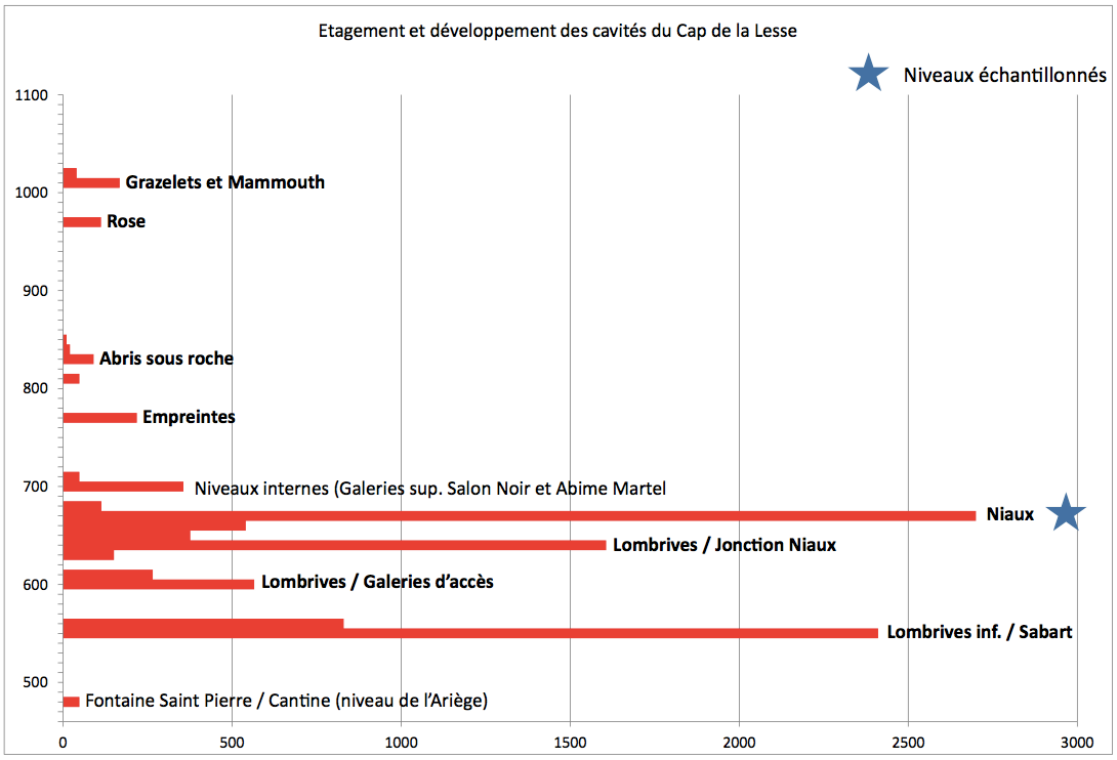

Figure 39 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du Cap de la Lesse selon le rapport altitude/développements cumulés (d'après Sorriaux pour ce mémoire).

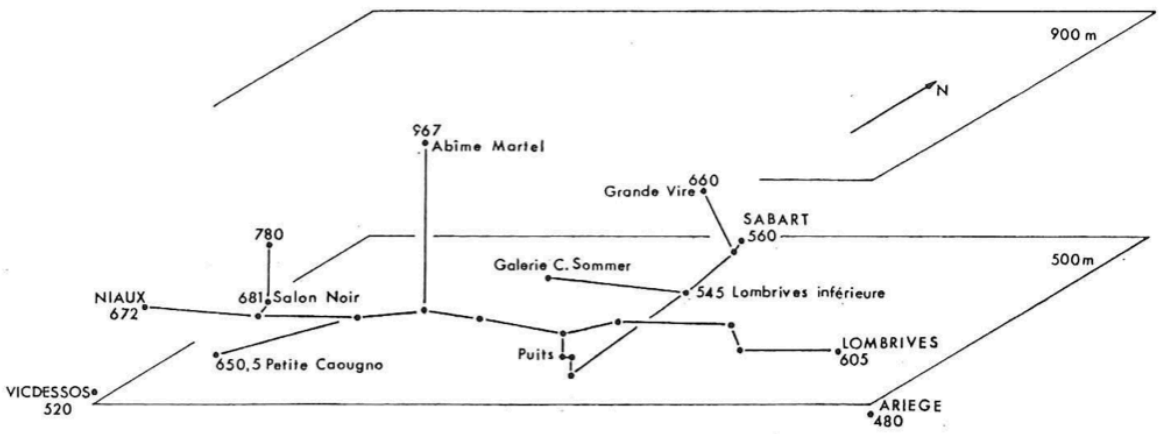

Figure 40 : Diagramme altimétrique du réseau Niaux-Lombrives-Sabart (d'après Sorriaux 1982).

Si, à titre d'hypothèse préalable, on propose d'assimiler les grands réseaux de Niaux-Lombrives supérieure à ceux de Bédeilhac, de calibre comparable et contenant des alluvions anciennes très altérées, on peut avancer un début de chronologie. Les dépôts anciens de Lombrives supérieure ont en effet procuré deux âges d'enfouissement inédits à 3,3 et 3,6 Ma (marges d'erreur non calculées). On peut donc les attribuer au Pliocène, peut-être au Pliocène moyen, le creusement de la galerie étant antérieur. Cette corrélation entre massifs a d'éventuelles implications néotectoniques, car le système Niaux-Lombrives est à +170 m (altitude absolue 650 m), soit nettement plus bas que le système Bédeilhac (+240 m, altitude absolue 700 m), situé pourtant nettement plus en aval. Cela pourrait conduire à envisager un rejeu néotectonique du synclinal de Tarascon depuis le Pliocène.

4.3 La Granulométrie

Argiles : 0,02 μm à 2 μm
Limons 2 μm à 50 μm
Sables fins 50 μm à 200 μm
Sables grossiers 200 μm à 2000 μm

Les résultats obtenus sont donnés par les valeurs du mode (courbe de fréquence) qui définit la classe granulométrique prépondérante, et de la médiane (courbe cumulative) qui est la valeur qui partage la série en deux groupes de même effectifs. Par ailleurs, plus la valeur de la médiane est proche de celle du mode plus les grains de l'échantillon sont bien classés. Les courbes de fréquences et les courbes cumulatives de chaque échantillon sont données en annexes.

NI.13.08 (Figure 41) :

La courbe de fréquence est unimodale avec un mode à 400 µm qui se situe dans la classe des sables grossiers. Elle est asymétrique et montre que les grains sont mieux classés dans la partie grossière que dans la partie fine. On observe un épaulement à 0,70 µm et à 20 µm respectivement dans la classe des argiles et des limons ce qui souligne le mauvais classement des fractions fines. La valeur de la médiane (200 µm) ne précise pas plus d'informations.

- argiles et limons : 25%
- sables fins : 30%
- sables grossiers : 45%

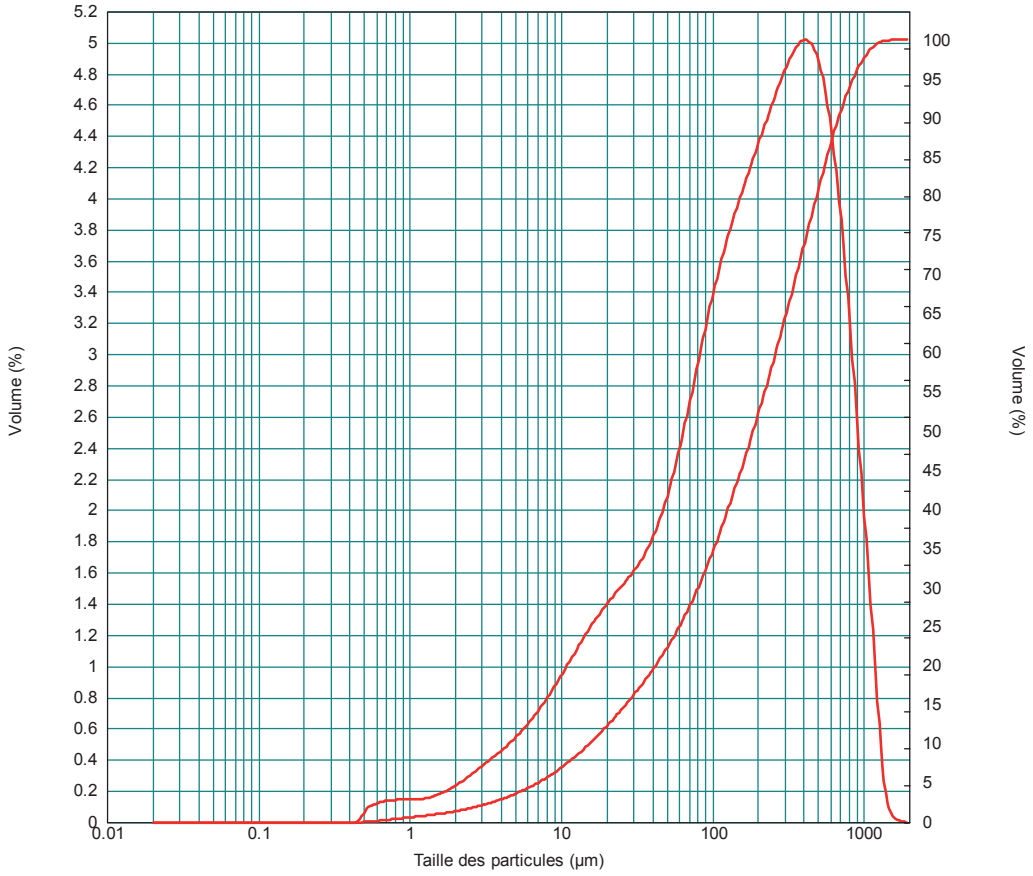

Figure 41 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon NI.13.08.

SED.13.02 (Figure 42) :

La courbe de fréquence est unimodale avec un mode à 300 µm qui se situe dans la classe des sables grossiers. Elles est relativement peu asymétrique et montre que les grains sont mieux classés dans la partie grossière que dans la partie fine. La valeur de la médiane (180 µm) souligne cette tendance.

- argiles et limons : 17,5%
- sables fins : 35%
- sables grossiers : 47,5%

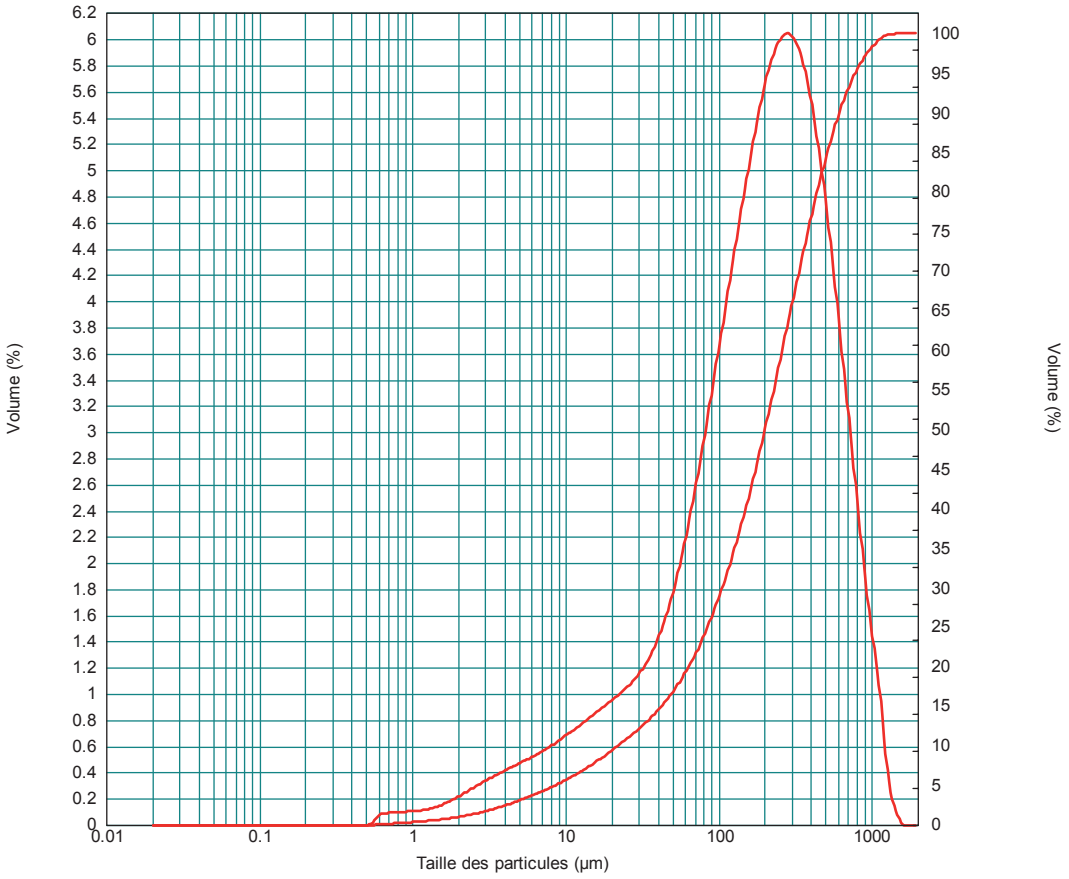

Figure 42 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon SED-13-02.

SED.14.01 (Figure 43) :

La courbe de fréquence est unimodale avec un mode à 300 µm qui se situe dans la classe des sables grossiers. Elle est relativement bien symétrique mais montre néanmoins que les grains sont mieux classés dans la partie grossière que dans la partie fine. La valeur de la médiane (200 µm) semble préciser cette tendance.

- argiles et limons : 15%
- sables fins : 55%
- sables grossiers : 30%

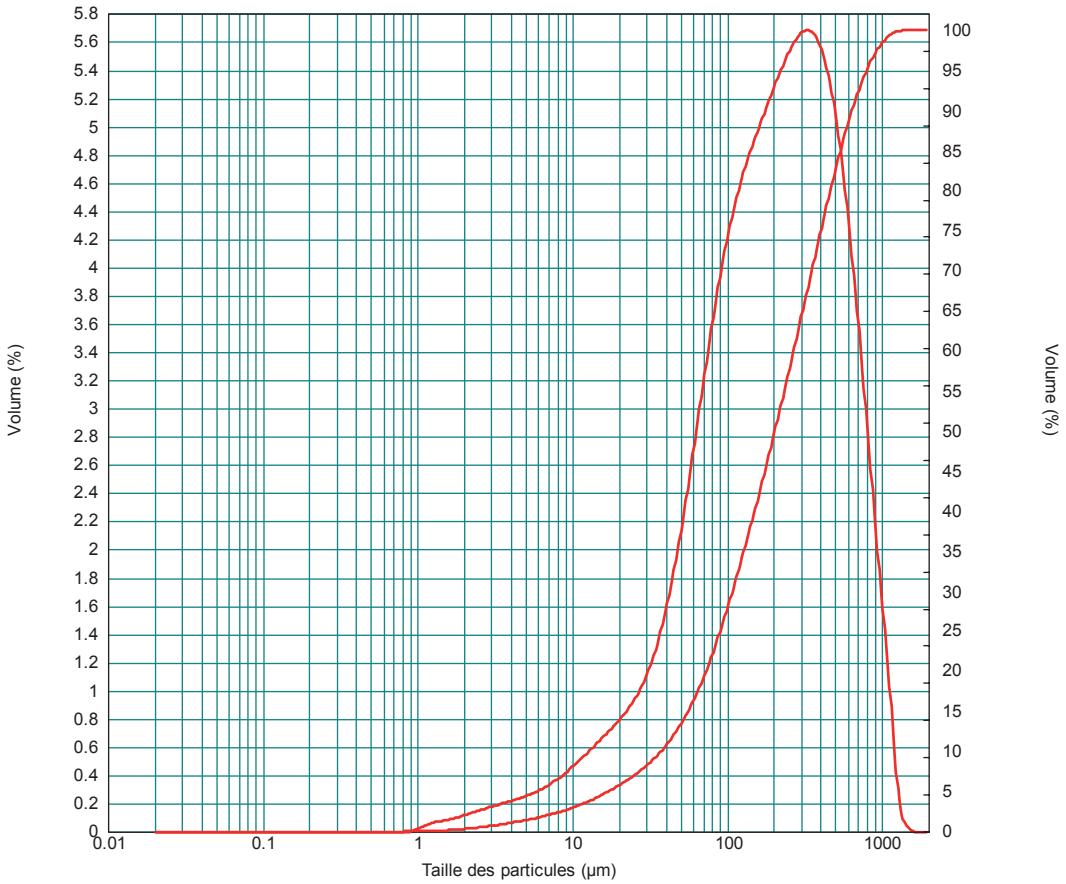

Figure 43 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon SED-14-01.

LUJ-13-02 (Figure 44) :

La courbe de fréquence est plurimodale avec un mode à 150 µm et un mode à 500 µm qui se situent respectivement dans les sables fins et dans les sables grossiers. La courbe de fréquence est donc très asymétrique et montre d'une manière générale que les grains sont très mal classés surtout dans la fraction fine (épaulements dans la fraction argileuse et limoneuse). Ici la valeur de la médiane (200 µm) n'a aucun sens du fait de la bimodalité de la courbe. Le mauvais tri des grains peut être traduit par l'évolution complexe du dépôt dans lequel l'échantillon à été prélevé, et ce du fait de sa position à une faible profondeur dans la grotte (seulement quelques mètres). La position de ce très vieux dépôt résulte du recul du versant depuis plusieurs Ma. Ce dépôt semble sédimentologiquement très différent de tous les autres.

- argiles et limons : 17,5%
- sables fins : 35%
- sables grossiers : 45%

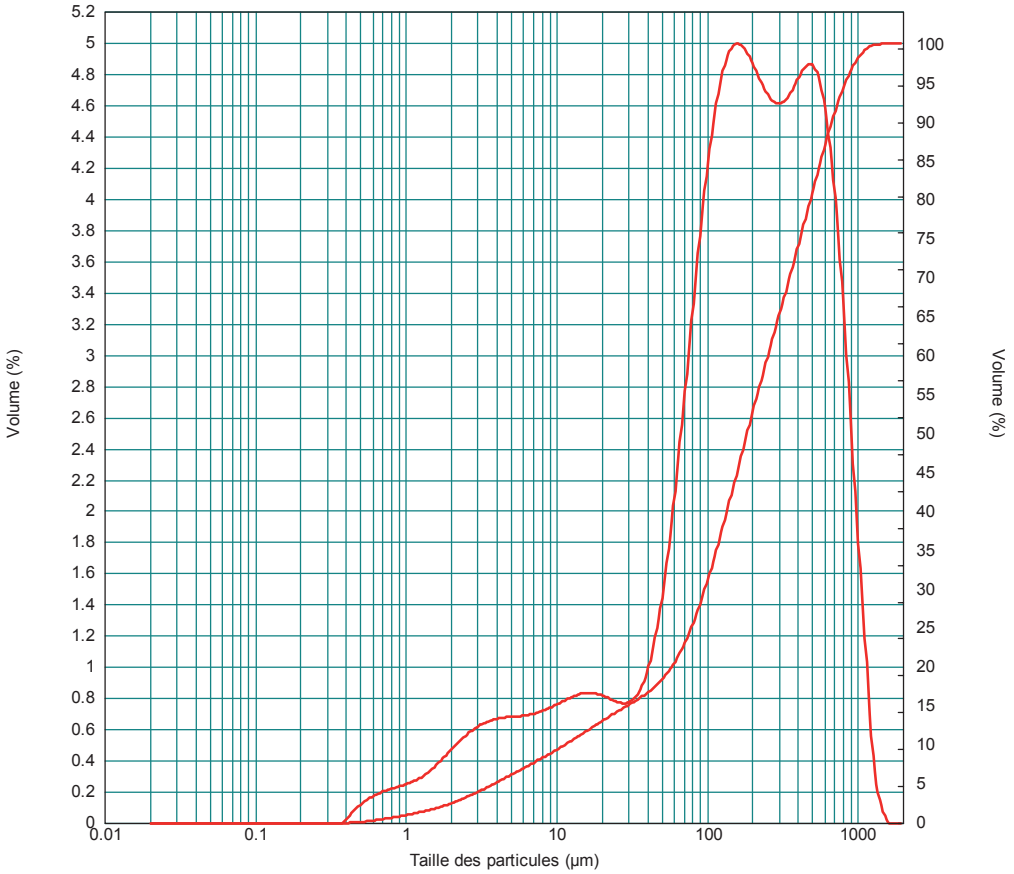

Figure 44 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon LUJ-13-02.

CALA.14.04 (Figure 45) :

La courbe de fréquence est unimodale avec un mode à 500 µm qui se situe dans la tranche des sables grossiers. Elle est très asymétrique et montre que les grains sont mieux classés dans la partie grossière que dans la partie fine. On constate en effet de vagues épaulements dans les fractions argileuses et sableuses ainsi que dans les sables fins. La valeur de la médiane (200 µm) souligne le très mauvais classement des grains de l'échantillon. Le pourcentage important donné par les argiles et les limons pourrait être expliquée par la composition de l'échantillon constitué d'une matrice limono-sableuse cimenté par le du $CaCO_3$.

- argiles et limons : 45%
- sables fins : 40%
- sables grossiers : 15 %

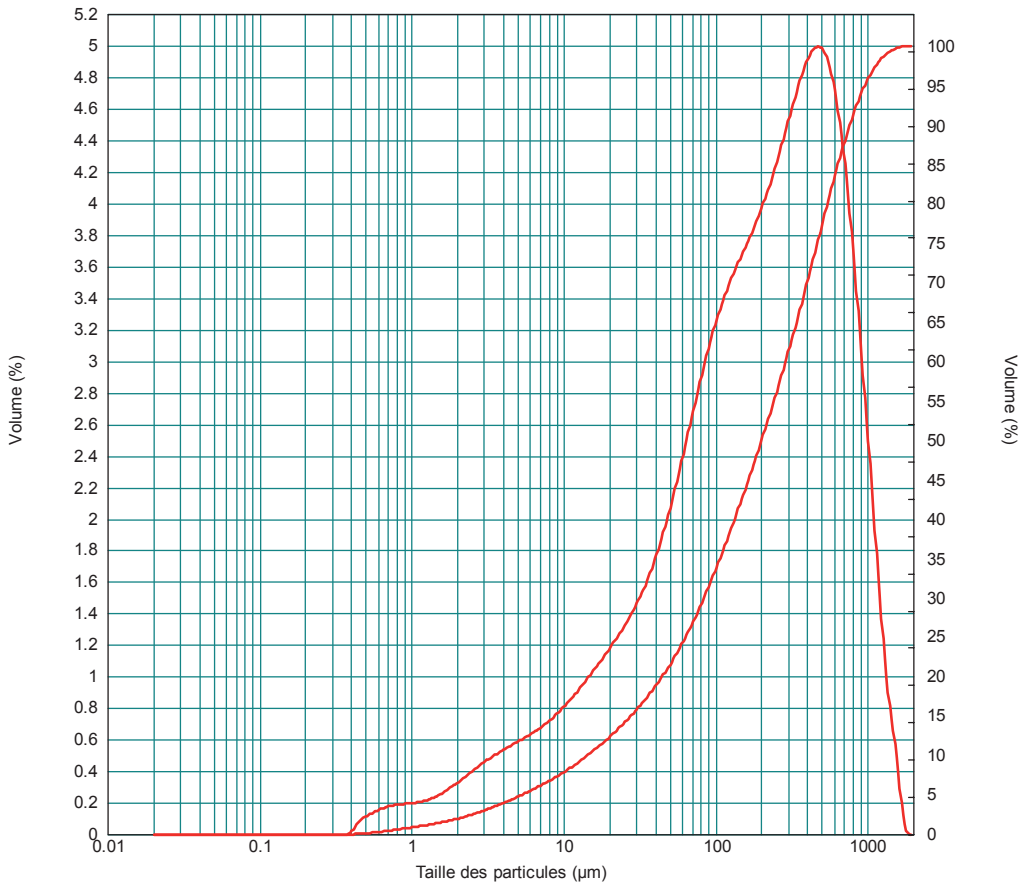

Figure 45 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon CALA-14-04.

CALA.14.06 (Figure 46) :

La courbe de fréquence est unimodale avec un mode à 400 µm qui se situe dans la tranche des sables grossiers. La courbe est symétrique et montre que les grains sont très bien classés. La valeur de la médiane (380 µm) souligne que le dépôt dans lequel a été prélevé l'échantillon a connu une histoire post-enfouissement simple sans perturbation.

- argiles et limons : 2%
- sables fins : 56%
- sables grossiers : 42%

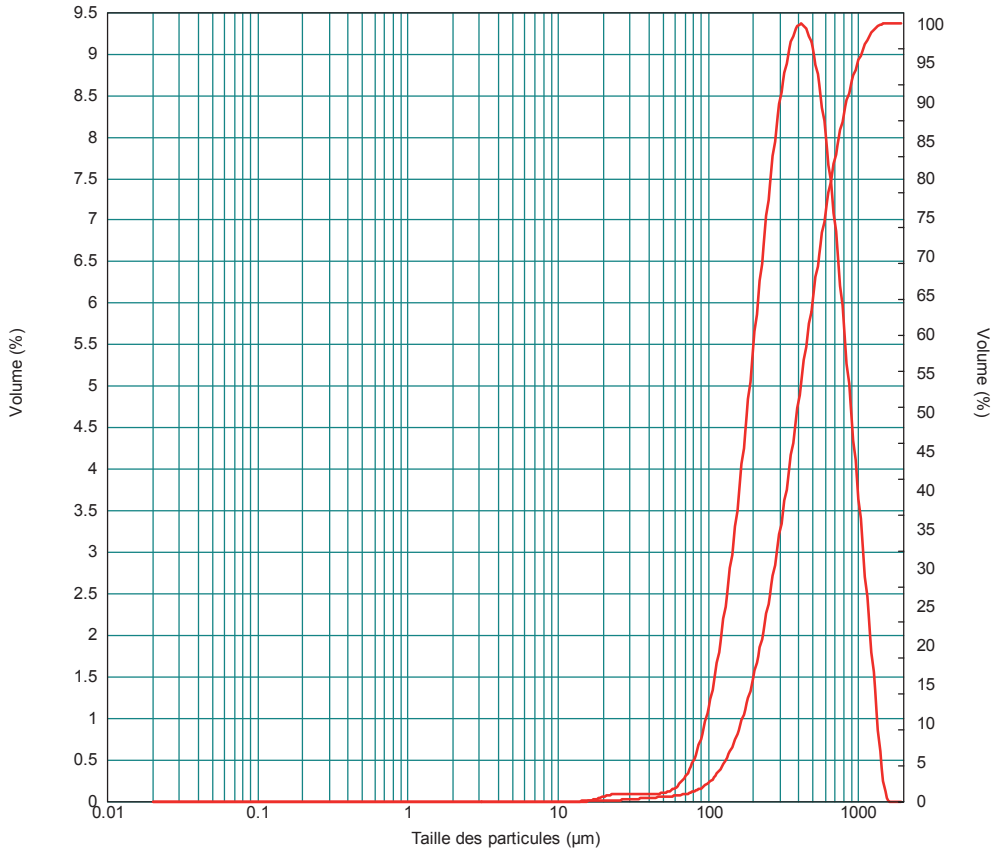

Figure 46 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon CALA-14-06.

D’une manière générale, on observe que les échantillons sont principalement constitués de sables fins et grossiers. L’analyse granulométrique a pu préciser que certains dépôts (LUJ-13-02) dans lesquels ont été prélevés les échantillons ont pu subir une évolution post-enfouissement compliquée ce qui induit la contamination du dépôt par des apports de matériaux d’origines différentes ou postérieurs. L’analyse granulométrique permet ainsi de tester la validité des sites d’échantillonnage en vue des analyses ultérieures. Lorsque nous aurons ainsi obtenu les résultats d’enfouissement nous pourrons vérifier si les observations faites à partir des analyses granulométriques permettent de souligner des défauts dans la méthode d’échantillonnage pour la mesure des nucléides cosmogéniques.

4.4 Les datations d'enfouissement $^{26}Al/^{10}Be$

Le délai pour obtenir les résultats des datations sur dépôts allogènes, depuis la préparation des échantillons jusqu'à l'interprétation de la mesure des nucléides cosmogéniques, est de plusieurs mois. Ainsi, nous n'avons pas pu obtenir les âges d'enfouissement pour les échantillons prélevés cette année. Seul le résultat préalable pour Lombrives (prélèvements en 2012) a pu être indiqué, avec un âge pliocène, un peu surprenant vu la basse altitude relative du système karstique. Néanmoins, les résultats seront intégrés dans les projets d'étude qui feront suite à ce travail de Master.

CONCLUSION

L'évolution de la chaine des Pyrénées est contrôlée par deux facteurs, l'érosion et la diminution du volume montagneux (conséquence de l'érosion) qui induit la surrection des massifs par réajustement isostatique. Ces deux facteurs sont d'autant plus actifs que les Pyrénées sont une jeune chaine de montagnes (35-40 Ma) avec des reliefs vifs. Aussi, ce qui prévaut au cours de la surrection tectonique, c'est l'abaissement relatif du niveau de base et le creusement corrélatif des vallées et des systèmes karstiques adjacents, d'où la notion d'étagement des réseaux (Gabrovšek *et al.* 2014, Audra & Palmer 2011, Ford & Williams 2007, Maire 1990). L'intérêt du karst comme marqueur paléoenvironnemental est alors donné par les vides et les formes de la roche encaissante, les spéléothèmes et les remplissages détritiques – en particulier les remplissages allogènes quartzeux préservés dans les galeries épiphréatiques, essentiels à l'élaboration d'une chronologie absolue sur la base du rapport $^{26}Al/^{10}Be$.

En conclusion, au moins trois étages majeurs marquant autant d'étapes dans l'incision des vallées, ont été identifiés à travers l'étude de l'étagement des galeries épiphréatiques dans le bassin de Tarascon. Cette incision démarre postérieurement au façonnement de la surface d'aplanissement miocène moyen, conservée entre 2000 et 1400 m, du plateau de Beille au Quié de Lujat. Sa valeur totale est de l'ordre de 1 km. Mais seul l'étage inférieur a produit une datation provisoire, vers 3,5 Ma. Sur cette base on peut calculer une vitesse d'incision de ~48 mm à 68 mm par millénaire selon les secteurs considérés, au droit de Lombrives ou du Sédour. A ce rythme et si on considère qu'il est resté constant depuis le début de l'incision, celle-ci a commencé il y a 14 ou 15 Ma, ce qui est compatible avec l'âge des surfaces d'aplanissement, fixé par d'autres méthodes vers le Miocène moyen (Calvet 1996 ; Calvet & Gunnell 2008 ; Gunnell *et al.* 2009).

Les résultats obtenus ont ainsi permis d'observer la non linéarité du phénomène de formation des réseaux étagés. Cette dernière est en effet contrôlée par les variations du niveau de base de la vallée, elles-mêmes soumises à l'influence conjointe du soulèvement tectonique global des Pyrénées ainsi que des variations climatiques plio-quaternaires. Hors la néotectonique et les fluctuations climatiques quaternaires ne sont

pas linéaires dans le temps. Il est donc logique que la formation des réseaux étagés n'obéisse pas à une loi linéaire. Néanmoins, les datations en cours des niveaux échantillonnés (Figure 47) permettraient de replacer dans un cadre chronoclimatique, connu et précis, les périodes de fonctionnement des cavités étudiées afin de déterminer l'impact respectif de la tectonique et du climat.

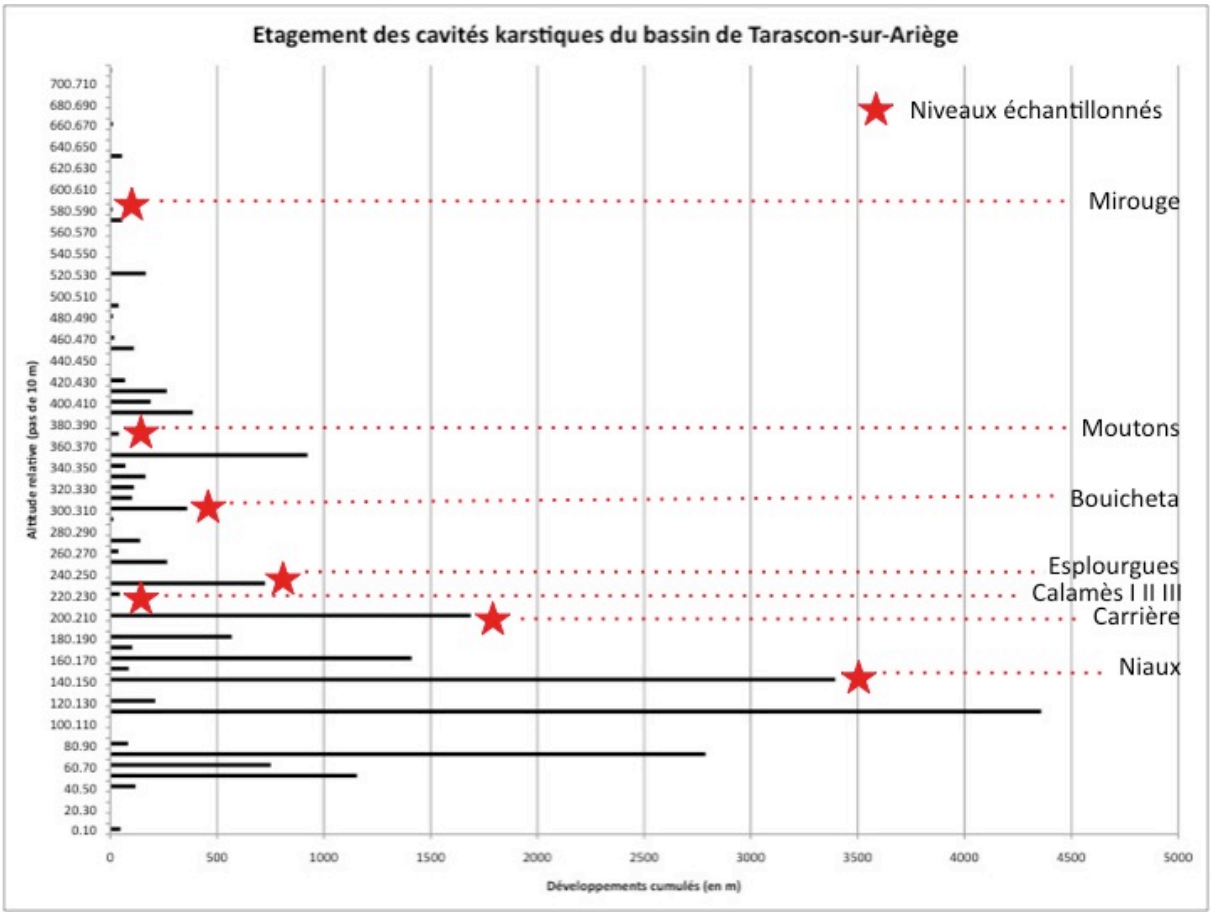

Figure 47 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 10 m) avec niveaux échantillonnés.

Néanmoins, les datations seules ne constituent pas un outil suffisant pour comprendre les dynamiques de mise en place de ces systèmes et l'objectif, à terme, est d'utiliser une approche pluridisciplinaire fondée sur les principes fondamentaux de la sédimentologie, de la géomorphologie, de la karstologie, de la paléoclimatologie, etc. Il est donc essentiel de développer en conséquence une méthodologie qui repose sur plusieurs composantes :

- Un important travail de prospection qui vise à déterminer les niveaux de karstogenèse par massif ;

- L'élaboration d'une typologie des karsts basées sur divers méthode d'analyses : datations absolues, paléontologie, faciès, microfaciès, DRX, MEB, etc. ;

- La reconstitution des différents niveaux de base successifs suivant des profils amont/aval au cours du temps (approche géométrique des niveaux de base à partir de l'étude des paléosurfaces).

Références bibliographiques

Audra P., 2010. Grottes et Karsts de France. *Karstologia Mémoires*, 19, 360 p.

Audra P. & Palmer A.N., 2011. The pattern of caves: controls of epigenic speleogenesis. *Géomorphologie : relief, processus, environnement*, 4, 359-378.

Bakalowicz M., 1979. *Contribution de la géochimie des eaux à la connaissance de l'aquifère karstique et de la karstification*. Thèse de doctorat de l'Université Paris 6 Pierre et Marie Curie, 269 p.

Bakalowicz M., 1988. L'évolution paléohydrologique et morphologique des Pyrénées centrales : l'exemple du massif karstique d'Arbas (Pyrénées garonnaises). *Actes des Journées F. Trombe*, 8-10 mai 1987, Moulis, CNRS, 43-57.

Bakalowicz M., Sorriaux P., Ford D.C., 1984. Quaternary glacial events in the Pyrenees from U-series dating of speleothems in the Niaux-Lombrives-Sabart Caves, Ariège, France. *Norsk Geografisk Tidsskrift*, 38, 193-197.

Balco G., Rovey C.W., 2008. An isochron method for cosmogenic-nuclide dating of buried soils and sediments. *American Journal of Science*, 308, 1083 p.

Bouroullec I., Delpont G., Grondin V., 2006. *Inventaire des cavités souterraines du département de l'Ariège (09)*, Rapport final, BRGM/RP-54503-FR, 71 p.

Calvet M., 1996. *Morphogenèse d'une montagne méditerranéenne : Les Pyrénées Orientales.* Document du BRGM, 255, 1177 p.

Calvet M., 1999. Rythmes et vitesses d'évolution morphogénétique dans un orogène alpin : le cas des Pyrénées orientales franco-espagnoles. *Zeitchrift für Geomorphologie,* Supplementband, 118, 91-105.

Calvet M. & Gunnell Y., 2008. Planar landforms as markers of regional topographic evolution: an inversion of long-term East Pyrenean tectonics based on landscape and sedimentary basin analysis. In : Gallagher K., Jones S.J., Wainwright J. (Ed), *Landscape evolution: denudation, climate and tectonics over different time and spatial scales*, Geological Society of London, Special Publication, 296, 147-166.

Calvet M., Gunnell Y., Delmas M., 2008. Géomorphogenèse des Pyrénées. In : Canerot J., Colin J.P., Platel J.P., Bilotte M., *Pyrénées d'hier et d'aujourd'hui*, Atlantica, Biarritz, 129-143.

Camus H., 2003. *Vallée et réseaux karstiques de la bordure carbonatée sud-cévenole : Relation avec la surrection, le volcanisme et les paléoclimats.* Thèse de Doctorat de l'Université Bordeaux 3, 692 p.

Canerot J., 2008. *Les Pyrénées : histoire géologique ; Volume 1*. Atlantica, Biarritz, 516 p.

Delmas M., 2009. *Chronologie et impact géomorphologique des glaciations quaternaires dans l'est des Pyrénées*. Thèse de doctorat de l'Université Paris 1 Panthéon-Sorbonne, 529 p.

Delmas M., Calvet M., Gunnell Y., Braucher R., Bourlès D., 2011. Palaeogeography and ^{10}Be exposure-age chronology of Middle and Late Pleistocene glacier systems in the northern Pyrenees: Implications for reconstructing regional palaeoclimates. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 305, 109-122.

Delmas M., Calvet M., Gunnell Y., Braucher R., Bourlès D., 2012. Les glaciations quaternaires dans les Pyrénées ariègeoises : approche historiographique, données paléogéographiques et chronologiques nouvelles. *Quaternaire*, 23-1, 61-85.

Faucher D., 1937. L'originalité physique des Pyrénées de l'Ariège. *Revue géographique des Pyrénées et du Sud-Ouest*, 8-4, 287-299.

Flügel E., 2004. *Microfaciès of carbonate rocks, analysis, interpretation and application*, Springer-Verlag, New-York, 983 p.

Ford D. & Williams P., 2007. *Karst Hydrogeology and Geomorphology*. Wiley, 562 p.

Gabrovšek F., Häuselmann P., Audra P., 2014. 'Looping caves' versus 'water table caves': the role of base-level changes and recharge variations in cave development. *Geomorphology*, 204, 683-691.

Gallego J. & Michel J.L., 1982. *Etude du remplissage de quelques cavités karstiques (bassin de Tarascon sur Ariège)*. Université de Toulouse-le-Mirail, Maîtrise de géographie, 115 p.

Goron L., 1937. Les unités topographiques du Pays ariégeois : Le rôle des cycles d'érosion tertiaires et des glaciations quaternaires dans leur morphologie. *Revue géographique des Pyrénées et du Sud-Ouest*, 8-4. 300-334.

Gosse J.C. & Phillips F.M., 2001. Terrestrial *in situ* cosmogenic nuclides: theory and application. *Quaternary Science Reviews*, 20, 1475-1560.

Granger D.E., 2006. A review of burial dating methods using ^{26}Al and ^{10}Be. In : Siame L.L., Bourlès D.L, Brown E.T. (Ed.), *In situ-produced cosmogenic nuclides and quantification of geological processes*, Geological Society of America Special Paper, 415, 1-16.

Granger D.E. & Muzikar P.F., 2001. Dating sediment burial with in situ-produced cosmogenic nuclides: theory, techniques, and limitations. *Earth and Planetary Science Letters*, 188, 269-281.

Granger D.E., Fabel D., Palmer A.N., 2001. Pliocene-Pleistocene incision of the Green River, Kentucky, determined from radioactive decay of cosmogenic ^{26}Al and ^{10}Be in Mammoth Cave sediments. *Geological Society America*, 113, 825-836.

Gunnell Y., Calvet M., Brichau S., Carter A., Aguilar J.P., Zeyen, H., 2009. Low long-term erosion rates in high-energy mountain belts: insights from thermo- and biochronology in the Eastern Pyrenees. *Earth and Planetary Science Letters*, 278, 208-218.

Hobléa F., Häuselmann P., Kubik P., 2011. Cosmogenic nuclide dating of cave deposits of

Mount Granier (Hauts de Chartreuse Nature Reserve, France): morphogenic and paleogeographical implications. *Géomorphologie : relief, processus, environnement*, 4, 395-406.

Korschinek G., Bergmaier A., Faestermann T., Gerstmann U. C., Knie K., Rugel G., Wallner A., Dillmann I., Dollinger G., Von Gostomski C. L., Kossert K., Maiti M., Poutivtsev M., Remmert A., 2010. A new value for the half-life of ^{10}Be by Heavy-Ion Elastic Recoil Detection and liquid scintillation counting. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 268-2, 187-191.

Lal D., 1991. Cosmic ray labeling of erosion surfaces: *in situ* nuclide production rates and erosion models. *Earth And Planetary Science Letters*, 104, 424-439.

Laumonier B., 2008. Les Pyrénées pré-hercyniennes et hercyniennes. In : Canerot J., Colin J.P., Platel J.P., Bilotte M. (coord.), *Pyrénées d'hier et d'aujourd'hui*. Atlantica, Biarritz, 23-35.

Lebatard, A.E., Alçiçek M.C., Rochette P., Khatib S., Vialet A., Boulbes N., Bourlès D. L., Demory F., Guipert G., Mayda S., Titov V.V., Vidal L., de Lumley H., 2014. Dating the Homo erectus bearing travertine from Kocabaş (Denizli, Turkey) at least 1.1 Ma. *Earth and Planetary Science Letters*, 390, 8-18.

Lebatard A.E., Bourlès D.L., Alçiçek M.C., 2014. Datation des travertins de Kocabaş par la méthode des nucléides cosmogéniques ^{26}Al/^{10}Be. *L'Anthropologie*, 118-1, 34-43.

Maire R., 1990. La haute montagne calcaire : Karsts, Cavités, Remplissages Quaternaire, Paléoclimats. *Karstologia Mémoires*, 3, 731 p.

Mangin A., 1975. *Contribution à l'étude hydrodynamique des aquifères karstiques*. Thèse de doctorat de l'Université de Dijon, 586 p.

Meresse F., 2010. *Dynamique d'un prisme orogénique intracontinental : évolution thermochronologique (traces de fission sur apatite) et tectonique de la Zone Axiale et des*

piémonts des Pyrénées centro-occidentales. Thèse de Doctorat de l'Université Montpellier II, 280 p.

Miskovsky J.C. & Debard E., 2002. Granulométrie des sédiments et étude de leur fraction grossière. In : Miskovsky J.C. (Ed.) *Géologie de la Préhistoire, méthodes, techniques et applications. Association pour l'étude de l'environnement géologique de la Préhistoire*, Géologie de la Préhistoire, Association pour l'étude de l'environnement géologique de la Préhistoire, Paris, 479-501.

Palmer A.N., 1987. Cave Levels and Their Interpretation. *National Speleological Society Bulletin*, 49, 50-66.

Palmer A.N., 2007. *Cave Geology*. Cave Books, Cave Research Foundation, Dayton, 454 p.

Pappu S., Gunnell Y., Akhilesh K., Braucher, R., Taieb M., Demory F., Thouveny N., 2011. Early Pleistocene presence of Acheulian hominins in South India. *Science*, 331, 1596-1599.

Perroux A.S., 2005. *Les remplissages détritiques endokarstiques. Contribution méthodologique à la lecture des mémoires paléogéographiques et environnementales : Applications aux systèmes karstiques de Choranche (Vercors) et d'Orgnac (Bas-Vivarais)*. Thèse de Doctorat de l'Université de Savoie, 429 p.

Peulvast J.P. & Vanney J.R., 2001. *Géomorphologie Structurale : Terre, corps planétaires solides ; Tome 1 Relief et Structure*. Collection Géoscience, Editions BRGM, 505 p.

Rodet J., 2002. Le karst, milieu conservateur. In : Miskovsky J.C. (Ed.) *Géologie de la Préhistoire, méthodes, techniques, applications. Association pour l'étude de l'environnement géologique de la Préhistoire*, Géologie de la Préhistoire, méthodes, techniques, applications. Association pour l'étude de l'environnement géologique de la préhistoire, Paris, 169-180.

Rouzaud F., Sorriaux P., Pailhaugue N., Rauzy C., Wahl L., 1982. Le massif du Soudour. *Caougno*, *Buttetin du Spéléo-club du Haut Sabarthès*, 12, 26-53.

Salomon J.N., 2006. *Précis de karstologie ; 2e Edition*. Presses Universitaires de Bordeaux, Pessac, 289 p.

Sorriaux P., 1981. Etude et datation de remplissages karstiques : nouvelles données sur la paléogéographiqe quaternaire de la région de Tarascon (Pyrénées Ariégeoises*). Compte-rendu de l'Académie des Sciences de Paris*, 293, 2, 703-706.

Sorriaux P., 1982. *Contribution à l'étude de la sédimentation en milieu karstique : Le système de Niaux-Lombrives-Sabart (Pyrénées Ariégeoises).* Thèse de doctorat de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, 255 p.

Sorriaux P., 2013. Rapport de mission 21 et 22 septembre 2013 – Autorisation n°297/2013 : Echantillonnage de dépôts pré-würmiens pour datations par cosmonucléides et U/Th, 6 p.

Spéléo Club du Haut Sabarthez. Bulletins d'activités Caougno de 1971 à 1985, 1992 et 2008.

Stock G.M., Granger D.E., Anderson R.S., Sasowsky I.D., Finkel R.C., 2005a. Dating cave deposits for use in landscape evolution studies: insights from caves in the Sierra Nevada, California. *Earth and Planetary Science Letters*, 236, 388-403.

Vanara N., 2000. Le Karst des Arbailles. *Karstologia Mémoires*, 3, 320 p.

Verger F., 1976. *Les techniques d'analyse granulométrique*. CNRS Ed., Paris, 64 p.

Viala C., 2000. *Dictionnaire de la spéléologie*. Editions Spelunca Librairie, 263 p.

Wagner T., Fabel D., Fiebig M., Häuselmann P., Sahy D., Xu S., Stüwe K., 2010. Young uplift in the non-glaciated parts of the Eastern Alps. *Earth and Planetary Science Letters*, 295, 159-169.

White W.B., 2004. Paleoclimate records from speleothems in limestone caves. In: Sasowsky I.D. & Mylroie J. (Ed.), *Studies of cave sediments - Physical and chemical records of paleoclimate*. Kluwer Academic / Plenum publishers, New York, 135-175.

Liste des figures

Figure 1 : Localisation du département de l'Ariège et du bassin de Tarascon dans la chaine des Pyrénées. 7

Figure 2 : Vue aérienne du bassin de Tarascon sur Ariège (Google Earth). 8

Figure 3 : Répartition des grands ensembles lithologiques de l'Ariège dans lesquels se sont formées les cavités naturelles (affleurements calcaires en bleu clair) (d'après Bouroullec *et al.* 2006). 10

Figure 4 : Schéma d'évolution des systèmes karstiques par rapport aux variations du niveau de base (d'après Perroux 2005). 18

Figure 5 : Schéma structural des Pyrénées superposé au Modèle Numériques de Terrain (d'après Meresse 2010). 27

Figure 6 : Carte géologique synthétique du département de l'Ariège (d'après Bouroullec *et al.* 2006). 29

Figure 7 : Schéma structural du bassin de Tarascon-sur-Ariège (d'après Sorriaux 1982). 31

Figure 8 : Emprise spatiale des paléoenglacements würmiens et pré-würmiens (d'après Delmas 2009). 35

Figure 9 : Localisation des cavités recensées (d'après Bourdet pour ce mémoire à partir des coordonnées SCHS avec les corrections de Patrick Sorriaux et Luc Wahl). 37

Figure 10 : Grotte de Niaux : localisation des prélèvements de la mission de septembre 2013 (d'après Sorriaux 2013). 39

Figure 11 : Coupe de référence pour la grotte de Niaux situées à quelques centaines de mètres de l'entrée (d'après Sorriaux 2013). 40

Figure 12 : Chronostratigraphie des évènements pléistocènes à partir de la datation des spéléothèmes du réseau Niaux-lombrives-Sabart (d'après Sorriaux 2013) 40

Figure 13 : Diagramme illustrant l'évolution du ^{26}Al et du ^{10}Be dans le quartz (d'après Granger 2006). 48

Figure 14 : Localisation de la grotte de Niaux (Cap de la Lesse) et de la grotte de la Mirouge (Quié de Lujat) (Google Earth). 54

Figure 15 : Localisation de la grotte de Bouicheta, de la grotte des Moutons (Sédour), des grottes du Calamès I II III, de la grotte des Esplourgues et de la grotte de la Carrière (Calamès) (Google Earth). 56

Figure 16 : Grotte des Moutons : salle d'entrée. 59

Figure 17 : Grotte des Moutons : modelés de type marmites de paroi et vestiges de planchers stalagmitiques. 59

Figure 18 : Grotte de Bouicheta : porche d'entrée. 60

Figure 19 : Grotte de Bouicheta : plancher stalagmitique et concrétions au fond de la galerie. 60

Figure 20 : Grotte de Bouicheta : site de prélèvement de l'échantillon SED-13-01. 61

Figure 21 : Grotte des Esplourgues : porche d'entrée. 62

Figure 22 : Grotte des Esplourgues : site de prélèvement de l'échantillon CALA-14-02. 62

Figure 23 : Grotte des Esplourgues : dépôt de l'échantillon CALA-14-02. 63

Figure 24 : Calamès I : porche d'entrée. 64

Figure 25 : Calamès II : porche d'entrée. 65

Figure 26 : Calamès III : porche d'entrée. 65

Figure 27 : Calamès I : vestiges de remplissages très indurés de blocs hétérométriques plaqués sur la paroi. 66

Figure 28 : Calamès III : séquence stratigraphique ancienne à l'entrée du conduit. La séquence glaciaire postérieure affleure plus vers le fond. 66

Figure 29 : Grotte de la Carrière : porche d'entrée. 67

Figure 30 : Grotte de la Carrière : site de prélèvement de l'échantillon CALA-14-06. 68

Figure 31 : Grotte de la Mirouge : vue depuis l'intérieur de la cavité. 69

Figure 32 : Grotte de la Mirouge : dépôts de galets au fond du conduit. 70

Figure 33 : Grotte de la Mirouge : marques de type marmites de paroi à l'entrée de la cavité. 70

Figure 34 : Grotte de la Mirouge : marques de type scallop à l'intérieur de la cavité. 70

Figure 35 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 50 m). 72

Figure 36 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 25 m). 72

Figure 37 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 10 m)..... 73

Figure 38 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du massif du Sédour selon le rapport altitude/développements cumulés (d'après Calvet pour ce mémoire). 74

Figure 39 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du Cap de la Lesse selon le rapport altitude/développements cumulés (d'après Sorriaux pour ce mémoire). 75

Figure 40 : Diagramme altimétrique du réseau Niaux-Lombrives-Sabart (d'après Sorriaux 1982). 75

Figure 41 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon NI.13.08. 77

Figure 42 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon SED-13-02. 78

Figure 43 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon SED-14-01. 79

Figure 44 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon LUJ-13-02. 80

Figure 45 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon CALA-14-04. 81

Figure 46 : Courbe de fréquences et courbe cumulative représentatives de la granulométrie de l'échantillon CALA-14-06. 82

Figure 47 : Graphique schématisant l'étagement des cavités du bassin de Tarascon-sur-Ariège selon le rapport altitude relative/développements cumulés (pas de 10 m) avec niveaux échantillonnés. 86

Liste des tableaux

Tableau 1 : Récapitulatif des différentes formes endokarstiques façonnées par les écoulements (d'après Perroux 2005). 16

Annexes

Annexe 1 : Inventaire des cavités karstiques dans la région de Tarascon

Nom	L III_x	L III_y	z	zR	Topo.	Dvlpt.	Dépôts allogènes	Granulo.	Datation
grotte de la Vache	538775	58290	592	54	oui	295	indéterminé	non	non
grotte Saint Georges	538800	58400	600	62	oui	55	indéterminé	non	non
Spoulga d'Alliat	538700	58210	650	112	oui	42	indéterminé	non	non
grotte des Fées	538625	58063	625	87	non	indéterminé	indéterminé	non	non
rivière sout. de la Cassagne	551370	53680	735	165	oui	737	indéterminé	non	non
SR 04	537725	63575	875	404	oui	26	indéterminé	non	non
SR 05	537695	63585	885	414	oui	40	indéterminé	non	non
SR 06	537690	63580	900	429	oui	12	indéterminé	non	non
SR 07	537660	63560	940	469	oui	20	indéterminé	non	non
SR 08	537610	63550	960	489	oui	13	indéterminé	non	non
SR 09 (Splouga de Bédeilhac)	537685	63600	875	404	oui	122	non	non	non
SR 10	537645	63620	880	409	oui	22	non	non	non
SR 11	537600	63635	880	409	oui	20	non	non	non
SR 13	537460	63840	750	279	oui	11	indéterminé	non	non
SR 14 (grotte de Bédeilhac)	537400	63840	710	239	oui	988	indéterminé	non	non
SR 15	537400	63810	770	299	oui	15	indéterminé	non	non
SR 16 (grotte de Bouicheta)	537350	63700	780	309	oui	178	oui	oui	oui
SR 17	537375	63675	785	314	oui	13	indéterminé	non	non
SR 18	537410	63640	800	329	oui	5	indéterminé	non	non
SR 19	537410	63615	780	309	oui	7	indéterminé	non	non
SR 20	537525	63560	850	379	oui	41	oui	oui	oui
SR 21 (grotte de Pradières)	537528	63501	861	390	oui	387	oui	non	non
SR 23	537500	63435	800	329	oui	43	non	non	non
SR 24	537520	63395	800	329	oui	12	indéterminé	non	non
SR 25	538070	62900	710	239	oui	29	indéterminé	non	non
SR 26	538040	63020	820	349	oui	13	indéterminé	non	non
SR 27	538225	62950	810	339	oui	29	indéterminé	non	non
grotte de Castel Andry	536900	63780	650	179	oui	37	indéterminé	non	non
grotte des Esplourgues	536710	63450	704	233	oui	307	oui	non	oui
grottes du Calamès I II III	536800	63600	700	229	oui	45	oui	oui	oui
grotte de la Carrière	536578	63983	680	209	non	5	oui	oui	oui
Spoulga de Bouan (partie H)	543060	56550	550	52	oui	129	indéterminé	non	non
Spoulga de Bouan (partie B)	543035	56580	540	42	oui	118	indéterminé	non	non
grotte de Génat	537085	58225	1110	572	oui	68	indéterminé	non	non
grotte de la Faille	536700	58410	1200	662	oui	13	indéterminé	non	non
grotte de Peyroulette	542800	56540	750	252	oui	49	indéterminé	non	non
rivière sout. de Lordat	551770	53550	755	185	oui	560	indéterminé	non	non
grotte de la Mirouge	545922	56471	1090	583	non	10	oui	oui	oui
Spoulga de Baychon	539500	56400	820	264	oui	39	indéterminé	non	non
grotte de Niaux (entrée naturelle)	539240	58179	680	142	oui	3203	oui	oui	oui
Grande Caougno	539242	58037	681	143	oui	75	indéterminé	non	non
Abri Martel	539223	58062	681	143	oui	38	indéterminé	non	non
Petite Caougno	539337	58771	652	110	oui	376	indéterminé	non	non
grotte aux Charbons	539380	58150	845	303	non	indéterminé	indéterminé	non	non
grotte aux Deux Entrées	539100	58400	716	178	oui	48	indéterminé	non	non
grotte aux Cierges	539230	58596	650	127	oui	211	indéterminé	non	non
grotte de Massat	539382	58519	812	274	oui	48	indéterminé	non	non
grotte des Empreintes	539385	58950	775	252	oui	218	indéterminé	non	non
grotte Rose	539720	58800	975	452	oui	112	indéterminé	non	non
grotte du Mammouth	539690	58620	1021	498	non	40	oui	non	non
grotte de Sakany Echelles	539541	59886	568	79	oui	157	indéterminé	non	non
grotte de l'Herbo-Blanco	533675	62550	1110	639	oui	56	indéterminé	non	non
grotte des Faux Monnayeurs	535100	62675	900	429	oui	58	indéterminé	non	non
grotte de l'Arse	534238	65402	820	353	oui	924	indéterminé	non	non
Petite grotte de l'Arse	534260	65450	793	326	oui	62	indéterminé	non	non
grotte du Marchand	534530	65440	780	313	oui	90	indéterminé	non	non
grotte du Marchand sup.	534490	65450	810	343	oui	59	indéterminé	non	non
grotte du Cauzinal	528975	66375	1180	713	oui	6	indéterminé	non	non
rivière sout. de l'Arse	534220	65450	801	334	oui	137	indéterminé	non	non
rivière sout. du Marchand	534550	65410	770	303	oui	163	indéterminé	non	non
rivière sout. de Siech	535399	65065	676	209	oui	1602	indéterminé	non	non
Caougno de Jésus	541015	60560	775	301	oui	11	indéterminé	non	non
grotte de la 510	539700	59462	550	61	oui	142	indéterminé	non	non
grotte de la Cantine	540415	59675	480	0	oui	48	indéterminé	non	non
grotte de la Tonnelle	540590	60680	530	56	oui	6	indéterminé	non	non
grotte de Sabart (entrée O)	539754	59426	559	70	oui	1290	oui	non	non
grotte des Grazelets	540050	58800	1010	524	oui	167	indéterminé	non	non

grotte du Gruyère	540037	59742	551	62	oui	69	indéterminé	non	non
grotte de Lombrives	541090	58440	604	114	oui	3941	oui	non	non
grotte de Lombrives sup.	541050	58450	665	175	oui	19	indéterminé	non	non
grotte de Satan	541516	58790	650	160	oui	63	indéterminé	non	non
grotte des Eglises inf.	541478	58748	550	60	oui	485	indéterminé	non	non
grotte des Eglises sup.	541503	58803	650	160	oui	507	indéterminé	non	non
grotte du Midi	541860	59125	760	270	oui	82	indéterminé	non	non
grotte Monique	541625	58950	650	160	oui	104	indéterminé	non	non
grotte de Fontanet	543440	57025	560	70	oui	1340	indéterminé	non	non
grotte de l'Ermite (Ussat)	541685	58421	540	50	oui	726	indéterminé	non	non
grotte de Ramploque	541660	58458	570	80	oui	30	indéterminé	non	non
grotte de Béthléem	542051	58246	550	60	oui	indéterminé	indéterminé	non	non
grotte Sainte Eulalie	542720	56930	570	80	oui	64	indéterminé	non	non
grotte du Mat	541130	58340	640	150	oui	87	indéterminé	non	non
Spoulga de Soulombrie	546160	58680	910	412	oui	225	indéterminé	non	non

Tableau 1 : Inventaire des cavités horizontales recensées dans le bassin de Tarascon-sur-Ariège.

Massif	Nom	L III_x	L III_y	z	Dév.
Cap de la Lesse	Grotte de la Cantine ou de la Fontaine Saint Pierre	540415	59675	480	48
Cap de la Lesse	Grotte de Lombrives / Réseau inférieur			550	2200
Cap de la Lesse	Grotte de la 510	539700	59462	550	142
Cap de la Lesse	Grotte du Gruyère	540037	59742	551	69
Cap de la Lesse	Grotte de Sabart (grand porche W)	539754	59426	560	810
Cap de la Lesse	Grotte de l'Ancienne Asticotière	540635	59070	560	20
Cap de la Lesse	Grotte de Lombrives / Etage base puits 40 m			580	
Cap de la Lesse	Grotte de Lombrives / Sortie Mamelle	540999	58625	600	160
Cap de la Lesse	Grotte de Lombrives	541090	58440	606	575
Cap de la Lesse	Grotte de Sabart (entrée préhistorique)			610	135
Cap de la Lesse	Grotte de Lombrives / Tunnel	541090	58488	617	130
Cap de la Lesse	Caougno de Pelette	539200	58750	620	
Cap de la Lesse	Grottes du Talweg (SE27) et Gouffre à la Hache (SE28)	541220	58320	636	150
Cap de la Lesse	Grotte du Mat	541130	58340	640	87
Cap de la Lesse	Gouffre du Petit Pousail	539900	59375	642	135
Cap de la Lesse	Grotte de Lombrives / Etage jonction Niaux			645	1260
Cap de la Lesse	Grotte aux Cierges	539222	58594	650	211
Cap de la Lesse	Grotte de la Petite Caougno	539337	57771	650	376
Cap de la Lesse	Grotte de Sabart / Galerie sup. Salle du renouveau			660	540
Cap de la Lesse	Grotte de Lombrives Supérieure ou de la Dalle	541050	58450	665	19
Cap de la Lesse	Grotte de Niaux (entrée naturelle)	539213	58176	672	2700
Cap de la Lesse	Petite grotte au dessus de la Petite Caougno	539335	57800	679	
Cap de la Lesse	Grotte de la Grande Caougno	539250	58014	680	75
Cap de la Lesse	Abri Martel ou petite grotte de la Grande Caougno	539224	58059	681	38
Cap de la Lesse	Etage supérieur 1 Abime Martel			700	150
Cap de la Lesse	Abri sous roche de la Falaise de l'Araignée	539240	58060	700	
Cap de la Lesse	Galerie supérieure du Salon Noir			710	170
Cap de la Lesse	Grotte aux Deux Entrées	539100	58400	716	48
Cap de la Lesse	Petites grottes de l'Eperon			725	
Cap de la Lesse	Galerie des Excentriques au dessus du Salon Noir			740	
Cap de la Lesse	Arbiech 1 & 2 abris sous roche du Talweg d'Arbiech	539630	57675	740	
Cap de la Lesse	Grotte des Empreintes	539373	58973	775	218
Cap de la Lesse	Grand abri sous roche au dessus Grande Caougno	539345	58130	800	
Cap de la Lesse	Grottes au pied de la Falaise de l'Eboulis			805	
Cap de la Lesse	Grotte de Massat	539382	58519	812	48
Cap de la Lesse	Etage supérieur 2 Abime Martel			825	
Cap de la Lesse	Gouffre du Grand Pousail	540160	58890	830	90
Cap de la Lesse	Abri Felix Trombe	539390	58175	843	*10*
Cap de la Lesse	Grotte aux Charbons	539380	58150	845	*10*
Cap de la Lesse	Abri Jean Claude Clastres	539410	58190	850	*10*
Cap de la Lesse	Grottelles de Nalat	540775	58405	890	
Cap de la Lesse	Trou de l'Or	539675	58840	940	
Cap de la Lesse	Grotte Rose	539710	58830	975	112
Cap de la Lesse	Grotte des Grazelets	540050	58800	1010	167
Cap de la Lesse	Grotte du Mammouth	539690	58620	1021	40
Cap de la Lesse	Arche du Mammouth ou Caougno Traou Cado	539754	58560	1070	
Cap de la Lesse	Abri sous roche au dessus de l'Arche du Mammouth	539780	58540	1100	

Tableau 2 : Détails (en rouge) des niveaux de karstogenèse du réseau Niaux-Lombrives-Sabart sur le massif du Cap de la Lesse (d'après Sorriaux pour ce mémoire).

Annexe 2 : Granulométrie

1. Principe général de la méthode

La granulométrie par diffraction laser repose sur le principe de la diffraction de la lumière et consiste à mesurer l'intensité de la lumière diffusée au moment du passage d'un faisceau laser à travers un échantillon de particules dispersées.

La taille d'un grain inférieur à 2 mm est donnée par inversement proportionnel à l'angle de diffraction du faisceau laser lorsque celui-ci vient frapper la particule. Ainsi, plus la taille de la particule est petite plus l'angle de diffraction est grand, et inversement. En revanche, la quantité de lumière diffractée est proportionnelle à la taille de la particule ce qui signifie que les grosses particules diffractent de grandes quantités de lumière sur de petits angles, tandis que les petites particules diffractent de faibles quantités de lumière sur des angles plus ouverts. Les angles de diffraction sont enregistrés par des photo-diodes disposées dans le tube de l'appareil. Ces enregistrements sont ensuite analysés par le logiciel qui transmet les résultats sous forme de courbes granulométriques, auxquelles sont associés les paramètres de la mesure essentiels pour définir la qualité des données.

2. Protocole

Pour notre étude nous avons utilisé le Mastersizer 2000 qui permet des analyses granulométriques en voie sèche et liquide. L'étendue des mesures est comprise entre 0.02 μm et 2000 μm en voie liquide et entre 0.2μm à 2000 μm en voie sèche avec une reproductibilité plus ou moins égale à 0.5%.

Seule la voie liquide a été utilisée afin de procéder à l'analyse des échantillons karstiques.

1. Placer les échantillons dans l'étuve à 60°C jusqu'à ce qu'ils soient bien secs.

2. Prélever une petite quantité de l'échantillon qui soit néanmoins suffisamment importante pour être représentative, puis verser celle-ci dans un tamis de maille 2 mm placé au dessus d'un bécher.

3. Retirer le tamis puis placé un aimant dans le bécher. Ajouter de l'hexamétaphosphate de sodium ($Na_6O_{18}P_6$) dilué dans de l'eau (1g pour 1L) jusqu'au tiers du récipient afin de séparer les particules.

4. Disposer le bécher sur un agitateur magnétique afin de mélanger l'ensemble et d'homogénéiser la solution grâce à l'action de l'aimant combinée à celle de l'hexamétaphosphate de sodium.

5. Une fois le mélange correctement effectué, verser la solution dans un plus grand bécher contenant de l'eau distillée puis le placer sous la sonde du granulomètre laser.

6. Vérifier les paramètres du logiciel en mode manuel (bruit de fond, obscuration, intitulé de la mesure).

7. Une fois les paramètres correctement réglés, lancer la mesure. Faire plusieurs mesures d'un même échantillon.

Annexe 3 : Protocole de préparation des cibles en vue de la mesure du ^{26}Al et du ^{10}Be par AMS

Traitement physique de l'échantillon :

Broyage et tamisage

→ Avant de broyer l'échantillon s'assurer que le broyeur est propre. Retirer la mâchoire amovible afin de vérifier qu'il n'y ait pas de poussières ; pour cela se mettre en position 1. Nettoyer à l'aide de l'aspirateur, de l'air comprimé et d'éthanol si nécessaire.
→ Replacer la mâchoire. Mettre la sécurité en introduisant la vis dans l'encoche.
→ Varier la position des mâchoires suivant la taille de la roche introduite dans le broyeur et la taille des grains souhaitée. Ne pas introduire dans le broyeur des morceaux de roche supérieurs à environ 7cm.
→ Mettre le bac de récupération des grains à sa place.
→ Rabattre la vitre en plastique.
→ Mettre le broyeur en marche.
→ Introduire la roche dans le broyeur et fermer.
→ Attendre que tout soit broyé et éteindre le broyeur. Si des morceaux de roche restent coincés dans le broyeur, ne pas insister, arrêter le broyeur, retirer la mâchoire pour les faire tomber et les récupérer puis les casser à la massette.
→ Récupérer l'échantillon.
→ Tamiser les grains (entre 0,25 mm et 1 mm).
→ Jeter les grains qui sont passés au travers des deux tamis (<0.25 mm) et garder seulement ceux de tailles comprises entre 0,25 mm et 1 mm.
→ Recommencer le broyage autant de fois que nécessaire (le but est de récupérer environ 200 g de matière, ajustables en fonction de la proportion en quartz de la roche totale). Réduire l'écart entre les mâchoires en abaissant la position pour obtenir des grains plus fins.
→ Nettoyer l'intérieur du broyeur à l'aide de l'air comprimé, de l'aspirateur et de l'éthanol. S'assurer qu'il ne reste plus de poussières dans les recoins afin d'éviter de contaminer l'échantillon suivant. Ne pas oublier de retirer la mâchoire amovible pour nettoyer l'intérieur

du broyeur. Nettoyer les deux mâchoires à l'air comprimé et à l'éthanol. Nettoyer également correctement les tamis entre chaque échantillon.

Séparation magnétique au Frantz

→ 3 séparations par échantillon : 0.2A, 0.5A et 1A
→ Conserver la part « magnétique » et « « non magnétique » de l'échantillon dans des sacs d'échantillonnage avec la référence notée dessus (néanmoins seule la part « non magnétique » sera utilisée pour la suite du protocole).
→ Nettoyer le Frantz entre chaque échantillon au moyen de l'aspirateur, de l'air comprimé et de l'éthanol. Aspirer les résidus d'échantillons tombés sur le sol et sous le meuble.

Extraction du quartz :

Préparation pour extraction des grains de quartz

→ Prendre une bouteille Nalgène® de 250 ml, y noter la référence de l'échantillon sur le bouchon et la bouteille.
→ Peser la bouteille vide. Noter la masse.
→ Verser environ 100g d 'échantillon dans la bouteille Nalgène® (la masse sera fonction de la proportion en quartz de l'échantillon).
→ Peser la bouteille + échantillon. Noter la masse.

Décarbonatation

→ Ajouter progressivement (environ 5 ml) d'acide chlorhydrique (HCl) à 37 % à l'aide d'une dispensette®. Si l'échantillon réagit, attendre que la réaction soit terminée. Agiter et jeter l'acide dans le bidon de déchets acides. Répéter les étapes précédentes jusqu'à ce que l'échantillon ne réagisse plus. Si la proportion en carbonates est importante, introduire l'échantillon dans un bécher de 3 L et ajouter le HCl à 37 %. Dans ce cas, la quantité d'acide ajoutée peut être plus importante MAIS attention au débordement!

Remarque : La réaction de l'acide chlorhydrique avec la matière carbonatée est exothermique est peut être très violente. Il est donc nécessaire de connaître la lithologie des échantillons avant d'effectuer cette manipulation.

Il est recommandé d'ajouter lentement et par fraction de 5 ml l'acide chlorhydrique.

La température du mélange augmente et il est très fréquent que celui-ci se mette à mousser (c'est la réaction entre HCl et CaCO3). Après chaque ajout attendre que la réaction soit terminée avant de continuer toute manipulation. Le réactif doit être consommé au fur et à mesure de son addition, afin d'éviter toute accumulation de réactif pouvant entraîner une libération brutale d'énergie accumulée. Il est ainsi recommandé de jeter la solution lorsque la totalité du réactif a été consommée avant de rajouter une nouvelle quantité de réactif afin d'éviter sa dilution.

Une réaction exothermique peut-être incontrôlable si cet ajout ne se fait pas progressivement : il peut y avoir un risque de débordement, un brusque dégagement de vapeurs ou de gaz ou explosion du récipient. Ainsi entre chaque ajout d'acide le bouchon de la bouteille doit être simplement posé et non vissé.

Attention : lorsque le mélange se met à mousser des grains de matière sont entraînés avec la mousse et peuvent former une pellicule de matière entre le col de la bouteille et le bouchon. Le gaz généré par la réaction va donc s'accumuler dans la bouteille et va entraîner l'explosion brutale de la pellicule et des projections. Il est donc recommandé de surveiller les échantillons et de retirer avec précaution les bouchons si nécessaire le temps que la réaction se termine.

En cas de perte de contrôle de la réaction vider immédiatement une partie de la solution dans le bidon de déchets acides et introduire la bouteille dans un bac d'eau.

<u>Elimination des minéraux (sauf le quartz) par attaques acides</u>

→ Ajouter 1/3 d'acide chlorhydrique (HCl) à 37 %.
→ Ajouter 2/3 d'acide hexafluorosilicique (H2SiF6) à 34 %. Laisser 3-4 cm d'espace vide entre le niveau de la solution et l'encolure de la bouteille.

→ Agiter en continu pendant 48 h à 240 rpm.

→ Renouveler ces 3 étapes autant de fois que nécessaire jusqu'à ce que l'efficacité de l'attaque soit nulle (solution claire et absence de fraction fine).

→ Rincer l'échantillon 3 fois à l'eau de ville sous la hotte ; 3 fois à l'eau de ville sous le robinet ; 2 fois au H_20 Milli-Q sous le robinet.

→ Sécher l'échantillon au four à 90°C (ne pas oublier de débouchonner la bouteille).

→ Laisser refroidir l'échantillon.

→ Peser ensuite la bouteille + échantillon. Noter la masse.

Elimination du ^{10}Be atmosphérique :

Effectuer trois dissolutions séquentielles avec du HF à 48 % (il faut 3,5 ml de HF à 48 % par gramme de quartz à dissoudre).

→ Peser la bouteille + échantillon. Noter la masse d'échantillon à décontaminer.

→ Calculer les volumes d'HF (48 %) à ajouter pour chaque dissolution partielle.

→ Introduire dans la bouteille Nalgène® de l'eau ultra-pure jusqu'à environ 0,5mm-1cm au-dessus du niveau des grains. Bien agiter de manière à ce que tous les grains soient mouillés.

→ Verser la quantité préalablement calculée de HF dans la bouteille Nalgène®. Pour des raisons de sécurité :

- Verser une quantité légèrement au-dessus de celle souhaitée dans un bécher gradué en plastique (fermer immédiatement la bouteille de HF 48%).

- Puis mesurer à l'aide d'une éprouvette graduée en plastique le volume de HF à ajouter. Verser peu à peu le HF dans la bouteille Nalgène® en faisant très attention à toute réaction violente du HF avec l'échantillon (l'acide fluorhydrique dissout le verre, il est donc nécessaire de recouvrir la paillasse de papier absorbant doublé).

→ Agiter légèrement et dégazer (attention risque de réaction violente). En cas de réaction violente mettre la bouteille Nalgène® (même si tout le volume de HF n'a pas été ajouté) dans un bac d'eau froide sans visser le bouchon pour que la solution dégaze, puis une fois la solution revenue à température ambiante rajouter le reste de HF.

→ Mettre ensuite les bouteilles Nalgène® dans un bac d'eau froide pendant 1 H, ne pas fermer les bouteilles afin de laisser dégazer.

→ Sortir les bouteilles de l'eau, fermer les bouteilles, agiter, déboucher (laisser le bouchon sur la bouteille sans visser) et laisser reposer encore 3 H (en dehors du bac d'eau).
→ Mettre les bouteilles dans un sac en plastique. Les placer dans une boîte en plastique, position allongée. Agiter en continu pendant 24 h à 220 rpm (si le mélange est encore chaud laisser refroidir jusqu'à température ambiante avant de placer les échantillons sur l'agitateur).
→ Jeter la solution dans le bidon de déchets acides et renouveler les 5 étapes précédentes 2 fois.

Remarque : Si le mélange est blanc laiteux ajouter de l'eau ultra-pure avant de jeter la solution puis rincer 2 fois l'échantillon avec de l'eau ultra-pure avant de rajouter le deuxième volume d'HF.

→ Rincer l'échantillon 3 fois à l'eau de ville sous la hotte ; 3 fois à l'eau de ville sous le robinet ; 2 fois à au H_2O Milli-Q sous le robinet.
→ Sécher les échantillons au four à 90°C.
→ Laisser refroidir l'échantillon.
→ Peser la bouteille + échantillon. Noter la masse

Ajout de l'entraîneur :

→ Ajouter du H_2O-MQ dans la bouteille Nalgène® contenant l'échantillon afin de mouiller l'ensemble des grains.

Remarque : pour la pesée de l'entraineur, utiliser la balance à 10^{-5} g. Il est difficile, avec cette balance, d'obtenir une pesée stable en introduisant directement l'entraîneur dans les bouteilles Nalgène®. En effet, de nombreuses charges électrostatiques se produisent entre l'échantillon et la bouteille rendant la mesure instable et ce, même en utilisant la fonction « déionisation » présente sur la balance. Il est donc préférable de peser l'entraîneur dans un vial de 1,5 ml en plastique et à bout conique et de le transférer ensuite dans la bouteille Nalgène®.

→ Vérifier que la balance soit bien tarée.

→ Prendre un vial de 1,5 ml, le poser sur le plateau de la balance, déioniser (en appuyant sur la touche « I ») et attendre que la balance soit stable (apparition du « g »). Faire la tare.
→ Prélever 100 µL d'entraîneur avec un embout de pipette propre et les introduire dans le vial.
→ Mettre le vial sur le plateau de la balance, déioniser (en appuyant sur la touche « I ») et attendre que la balance soit stable (apparition du « g »). Noter la masse.
→ Récupérer les 100 µL d'entraîneur avec un embout de pipette propre de 1 ml et les introduire dans la bouteille.
→ Rincer 3 fois au H_2O Milli-Q le vial. Prélever les eaux de rinçages avec la pipette de 1 ml ayant servi à récupérer l'entraîneur contenu dans le vial et les introduire dans la bouteille. Jeter le vial.

Remarque : Il est important de conserver le même embout que celui qui a servi à récupérer l'entraîneur dans le vial car des gouttes ont pu rester fixées sur les parois de l'embout. Il est donc nécessaire de le rincer également.

Il est par contre important de changer d'embout de 1 ml entre chaque échantillon. Un seul embout de 100 µL peut être utilisé pour la totalité des échantillons.

Prendre un vial par échantillon.

Dissolution totale du quartz :

Ajouter une quantité de HF à 48% équivalente à 3.5 ml de HF (48%) par gramme de quartz à dissoudre plus un excès de 30 ml.

$SiO_2 + 4HF \rightarrow H_2SiF_6 + {}_2H_2O$

→ Mettre les bouteilles dans un sac plastique et les placer dans une boîte en plastique en position allongée. Agiter en continu pendant 24h à 220 rpm.

Evaporation du HF et récupération du Be :

→ Introduire l'échantillon dissous dans un bécher en téflon préalablement nettoyé à l'eau ultra-pure. Rincer trois fois la bouteille avec 10 ml d'HNO_3 à 65%. Ajouter les rinçages dans le bécher. Laisser évaporer à sec à 220°C sur plaque chauffante et sur les lampes infra-rouges.
→ S'il reste des résidus dans les bouteilles Nalgène®, ne pas les introduire dans le bécher en téflon. Les rincer 4 fois à l'eau de ville, jeter les eaux de rinçage dans le bidon de déchets acides. Rincer 4 fois à l'évier. Sécher les résidus à 90°C au four.
Remarque : Attention à ne pas perdre de résidus car la masse va permettre de corriger la masse d'échantillon réellement dissous.
→ Peser la bouteille + résidus. Noter la masse.
→ Jeter les résidus et supprimer les grains collés aux parois de la bouteille à l'aide de l'air comprimé.
→ Peser la masse de la bouteille vide. Noter la masse.

Remarque : La bouteille perd de la masse au fil des diverses étapes (abrasion du matériau lors des étapes d'agitation) il est donc important de la peser à nouveau afin de déterminer la masse exacte des résidus.

Masse de quartz dissous = (masse de quartz + bouteille avant dissolution totale) – masse de résidus – masse bouteille vide après dissolution totale.

→ Récupérer l'échantillon avec 3 ml d'HCl à 7 $mol.L^{-1}$ et le transférer dans le tube à centrifuger de 50 ml.

Remarque : Si la quantité de résidus au fond du bécher en téflon après évaporation à sec est importante cela signifie que l'échantillon a mal était purifié. Il y a formation de complexes fluorés insolubles. Dans ce dernier cas quelques millilitres supplémentaires d'HCl à 7 $mol.L^{-1}$ peuvent être rajoutés.

→ Rincer le bécher 3 fois avec 2 ml d'HCl à 7 $mol.L^{-1}$ à chaque rinçage.

Remarque : Ajuster la quantité en fonction de la quantité de résidus au fond du bécher.

S'il y a des résidus dans le tube à centrifuger :
Centrifuger 5 min à 4000 tr/min et transférer la solution dans le nouveau tube afin de séparer les résidus de la solution.

Rincer les résidus 3 fois avec 3 ml d'HCl à 7 $mol.L^{-1}$ par rinçage. Après chaque ajout d'HCl : «vortexer » pour bien rincer les résidus, centrifuger 5 min à 4000 tr/min, ajouter les rinçages à la solution précédente.

Préparation du Be :

Remarque : Cette étape permet de séparer le Béryllium des autres éléments traces et d'obtenir le Béryllium sous forme d'un précipité (Be $(OH)_2$).

→ Ajouter goutte à goutte de l'ammoniaque à 32% tout en agitant la solution jusqu'à ce que le pH soit de 8. Le pH ne doit pas être en dessous de 7 et dépasser 12 car il y a remise en solution du Be. S'il est trop bas ajouter quelques gouttes d'ammoniaque dans le cas contraire rajouter de l'acide chlorhydrique.
→ Centrifuger 5 min à 4000 tr/min.
→ Vérifier de nouveau que le pH soit bien de 8.
→ Jeter la solution et garder le précipité. Attention vérifier que le précipité soit bien collé au fond du tube. Dans le cas contraire centrifuger à nouveau ou récupérer la solution surnageante à l'aide d'une pipette pasteur en faisant attention à ne pas prélever une partie du précipité.
→ Laver le précipité avec 10 ml d'eau à pH 8 (pour se faire ajouter une goutte d'ammoniaque à 32% dans environ 240 ml d'eau ultra-pure – agiter longuement et vérifier le pH – ajuster si nécessaire).
→ « Vortexer » afin de casser le précipité pour bien le rincer.
→ Centrifuger 5 min à 4000 tr/min.
→ Jeter la solution de rinçage.
→ Ajouter 1.5 ml de solution d'HCl à 10.2 $mol.L^{-1}$ avec une pipette pasteur jetable pour dissoudre le précipité.

Elimination des cations métalliques et anions : séparation sur résines échangeuses d'ions :

Remarque : L'entonnoir ne doit pas être en contact avec l'échantillon. Avant de commencer nettoyer les colonnes et les entonnoirs à l'eau ultra-pure.

Résine échangeuse d'anions : séparation du Fe et du Mn

Préparation des colonnes :

→ Vérifier que le fritté soir bien positionné. Le réajuster si nécessaire à l'aide d'une tige en plastique.

→ Poser la colonne sur son support.

→ Poser un « bécher poubelle » sous la colonne.

→ Verser la résine DOWEX 1*8 (SERVA 100-200 mesh) dans un bécher, mélangée à de l'eau ultra-pure.

→ Introduire la résine dans la colonne jusqu'à 9 cm. Attention la colonne doit être toujours remplie avec une même « concentration en résine » afin de maintenir une répartition homogène de la résine qui s'écoule par gravité dans la colonne d'eau. S'il y a formation de stratifications ou de bulles, la colonne doit être recommencée.

Nettoyage de la résine :

→ Dès que la résine est tassée, remplir la colonne d'eau ultra-pure sur environ 2 cm de hauteur au-dessus de la résine.

→ Insérer l'entonnoir et ajouter environ 30 ml d'eau ultra-pure. Laisser éluer jusqu'à ce qu'il reste 1 cm de liquide au-dessus de la résine. La résine ne doit jamais être à sec. Attention vérifier qu'il n'y ait pas de liquide qui se retrouve bloqué au-dessus de la partie de l'entonnoir insérée dans la colonne = risque de dilution de l'éluant lorsque l'entonnoir est retiré.

→ Vider l'eau contenue dans le bécher « poubelle ».

→ Retirer l'entonnoir et boucher la colonne. Ajouter d'abord le bouchon du haut puis boucher le bas de la colonne.

Remarque : Cette ordre est important car il est permet à la colonne de se vider de son air et d'éviter la remontée de bulles d'air par le bas.

Conditionnement :

→ Retirer les bouchons.

→ Mesurer 20 ml d'HCl à 10,2 mol.L^{-1} dans une éprouvette en plastique.

→ Eluer le liquide au-dessus de la résine. Lorsque la base du ménisque arrive au sommet de la résine, injecter dans une colonne 10 ml des 20 ml d'HCl à 10,2 mol.L^{-1}, à l'aide d'une pipette pasteur jetable, goutte à goutte et le long des parois de la colonne afin de ne pas soulever la résine. Verser ensuite les 10 ml restant. Laisser s'éluer jusqu'à ce que la base du ménisque soit au niveau de la résine. La résine ne doit jamais être à sec.

Remarque : la résine va se tasser c'est normal.

<u>Injection de l'échantillon</u> :

→ Mettre un bécher propre en verre, labellisé, sous la colonne et le recouvrir de parafilm® (afin d'éviter les éclaboussures et les risques de contamination).

→ Dès que la base du ménisque est au niveau de la résine, utiliser une pipette pasteur jetable propre pour injecter l'échantillon. La résine ne doit jamais être à sec. L'injection de l'échantillon doit se faire immédiatement après le passage de la dernière goutte d'acide (base du ménisque au niveau de la résine).

→ Laisser l'échantillon s'éluer jusqu'à ce que la base du ménisque soit au niveau de la résine. La résine ne doit jamais être à sec.

→ Rincer le tube (et la pipette) qui contenait l'échantillon avec 0,5 ml de solution d'HCL à 10,2 mol.L^{-1}, iintroduire cette solution de rinçage au dessus de la résine et laisser s'éluer la solution de rinçage. La résine ne doit jamais être à sec.

<u>Elution de l'échantillon</u> :

→ Mesure 18 ml d'HCl à 10,2 mol.L^{-1} à l'aide d'une éprouvette en plastique.

→ Insérer l'entonnoir.

→ Dès que la base du ménisque est au niveau de la résine injecter immédiatement 10 ml de ces 18 ml au dessus de la résine (goutte à goutte et le long de la paroi de l'entonnoir pour ne pas soulever la résine) à l'aide d'une pipette pasteur jatable propre.

→ Verser les 8 ml restants.

Recommandations :

Ne jamais laisser la résine à sec.

Ne jamais conditionner la résine à l'avance. Ne pas la laisser dans HCl pendant la nuit.

Après avoir fini l'élution :

- Jeter la résine dans les déchets résine.
- Rincer la colonne avec de l'eau ultra-pure et réajuster le fritté si nécessaire à l'aide d'une tige en plastique.
- Rincer les entonnoirs à l'eau ultra-pure.

Utiliser la même colonne, le même fritté et le même entonnoir par échantillon pour les deux séparations sur résines. Attention de ne pas mélanger le matériel. Par précautions nettoyer entièrement les consommables (colonnes et entonnoirs) à l'eau ultra-pure avant de démarrer la deuxième séparation sur colonne.

Evaporation de la fraction éluée :

→ Evaporer la fraction éluée jusqu'à environ 2 ml à 200 °C.

→ Transférer la solution dans un tube à centrifuger et rincer le bécher 3 fois avec 1,5 ml de solution d'HCl à 7,1 $mol.L^{-1}$.

Parafilmer immédiatement les béchers (ils vont servir pour la deuxième séparation).

Précipitation :

→ Ajouter goutte à goutte de l'ammoniaque à 32% tout en agitant la solution jusqu'à ce que le pH soit de 8. Le pH ne doit pas être en dessous de 7 et dépasser 12 car il y a remise en solution du Be. S'il est trop bas, ajouter quelques gouttes d'ammoniaque dans le cas contraire rajouter de l'acide chlorhydrique.

→ Centrifuger 5 min à 4000 tr/min.

Vérifier de nouveau que le pH soit bien de 8.

→ Jeter la solution et garder le précipité.

→ Laver le précipité avec 10 ml d'eau à pH 8 (pour se faire ajouter une goutte d'ammonique à 32% dans environ 240 ml d'eau ultra pure – agiter longuement et vérifier le pH – ajuster si nécessaire).

→ Vortexer afin de casser le précipité pour bien le rincer.

→ Centrifuger 5 min à 4000 tr/min.

→ Jeter la solution de rinçage. Attentino vérifier que l précipité soit bien collé au fond du tube. Dans le cas contraire centrifuger à nouveau ou récupérer la solution surnageante à l'aide d'une pipette pasteur en faisant attention de ne pas prélever une partie du précipité.

→ Ajouter 1,5 ml de solution d'HCl à 1 $mol.L^{-1}$ avec une pipette jetable pour dissoudre le précipité.

Résine échangeuse de cations : séparation du Be et du B

Préparation des colonnes :

→ Vérifier que le fritté soit bien positionné. Le réajuster si nécessaire à l'aide d'une tige en plastique.

→ Poser la colonne sur son support.

→ Poser un « bécher poubelle » sous la colonne.

→ Verser la résine DOWEX 50W*8 (100-200 mesh) dans un bécher, mélanger avec de l'eau ultra-pure.

→ Introduire la résine dans la colonne jusqu'à 9 cm. Attention la colonne doit être toujours remplie avec une même « concentration en résine » afin de maintenir une répartition homogène de la résine qui s'écoule par gravité dans la colonne d'eau. S'il y a formation de stratifications ou de bulles la colonne doit être recommencée.

Nettoyage de la résine :

→ Dès que la résine est tassée, remplir la colonne d'eau ultra-pure sur environ 2 cm de hauteur au-dessus de la résine.

→ Insérer l'entonnoir et ajouter environ 30 ml d'eau ultra-pure. Laisser éluer jusqu'à ce qu'il reste 1 cm de liquide au-dessus de la résine. La résine ne doit jamais être à sec. Attention vérifier qu'il n'y ait pas de liquide qui se trouve bloqué au-dessus de la partie de l'entonnoir insérée dans la colonne : risque de dilution de l'éluant lorsque l'entonnoir est retiré.

→ Vider l'eau contenu dans le « bécher poubelle ».

→ Retirer l'entonnoir et boucher la colonne.

Remarque : Cet ordre est important car il permet à la colonne de se vider de son air et d'éviter la remontée de bulles d'air par le bas.

Conditionnement :

→ Retirer les bouchons.

→ Mesurer 30 ml d'HCl à 1 mol.L^{-1} dans une éprouvette en plastique.

→ Insérer l'entonnoir.

→ Eluer le liquide restant au-dessus de la résine. Lorsque la base du ménisque arrive au sommet de la résine, ajouter dans la colonne 10 ml des 30 ml d'HCl à 1 mol.L-1, à l'aide

d'une pipette pasteur jetable, goutte à goutte et le long des parois de l'entonnoir afin de ne pas soulever la résine. Verser ensuite les 20 ml restants. Laisser s'éluer jusqu'à ce que la base du ménisque soit au niveau de la résine. La résine ne doit jamais être à sec.
Remarque : La résine va se tasser c'est normal.

Injection de l'échantillon :
→ Laisser le bécher « poubelle » sous la colonne.
→ Retirer l'entonnoir.
→ Dès que la base du ménisque est au niveau de la résine, utiliser une pipette pasteur jetable propre pour injecter l'échantillon. La résine ne doit jamais être à sec. L'injection de l'échantillon doit se faire immédiatement après le passage de la dernière goutte d'acide (base du ménisque au niveau de la résine).
→ Laisser l'échantillon s'éluer jusqu'à ce que la base du ménisque soit au niveau de la résine. La résine ne doit jamais être à sec.
→ Rincer le tube (et la pipette) qui contenait l'échantillon avec 0.5 ml de solution d'HCl à 10.2 $mol.L^{-1}$, introduire cette solution de rinçage au dessus de la résine et laisser s'éluer la solution de rinçage. La résine ne doit jamais être à sec.

Elution du bore :
→ Mesurer 40 ml d'HCl à 1 mol.L-1 à l'aide d'une éprouvette en plastique
Remarque : cette étape permet de récupérer le bore qui sort avant le béryllium.
→ Insérer l'entonnoir.
→ Dès que la base du ménisque est au niveau de la résine, injecter environ 10 ml de ces 40 ml au dessus de la résine (goutte à goutte et le long de la parois de l'entonnoir pour ne pas soulever la résine) à l'aide d'une pipette pasteur jetable propre.
→ Verser les 30 ml restant et laisser éluer jusqu'à ce que la base du ménisque soit au niveau de la résine. La résine ne doit jamais être à sec.

Elution du béryllium :
→ Mesurer 115 ml de solution d'acide chlorhydrique à 1 mol.L-& dans une éprouvette en plastique pour éluer le Be.

→ Dès que la base du ménisque est au niveau de la résine mettre le bécher échantillon ayant servi pour la colonne anionique sous la colonne. Recouvrir le bécher de parafilm® afin d'éviter les éclaboussures et les risques de contamination.

→ Injecter environ 10 ml de ces 115 ml au-dessus de la résine (goutte à goutte et le long des parois de l'entonnoir pour ne pas soulever la résine).

→ Verser les 105 ml restants et laisser éluer jusqu'à ce que la base du ménisque soit au niveau de la résine. La résine ne doit jamais être à sec.

Recommandations :

jeter la résine dans les déchets résine.

Retirer les frittés et les laver dans un mélange 2/3 d'eau ultra-pure et 1/3 d'HCl (37%) à 200° pendant une journée.

Tremper les bouchons dans un mélange 2/3 d'eau ultra-pure et 1/3 d'HCl (37%). Ne pas chauffer.

Rincer les colonnes et les entonnoirs à l'eau de ville.

<u>Evaporation de l'échantillon</u> :

→ Evaporer les solutions contenant le Be jusqu'à environ 2 ml à 200 °C.

→ Transférer chacune des solutions dans deux tubes à centrifuger respectifs et rincer les béchers trois fois avec 1,5 ml de solution d'HCl à 7,1 $mol.L^{-1}$.

<u>Précipitation</u> :

→ Ajouter goutte à goutte de l'ammoniaque à 32% tout en agitant la solution jusqu'à ce que le pH soit de 8.

Le pH ne doit pas être en dessous de 7 et dépasser 12 car il y a remise en solution du Be. S'il est trop bas ajouter quelques gouttes d'ammoniaque dans le cas contraire rajouter de l'acide chlorhydrique.

→ Centrifuger 5 min à 4000 tr/min.

Vérifier de nouveau que le pH soit bien de 8.

→ Jeter la solution et garder le précipité. Attention, vérifier que le précipité soit bien collé au fond du tube. Dans le cas contraire centrifuger à nouveau ou récupérer la solution surnageante à l'aide d'une pipette pasteur en faisant attention à ne pas prélever une partie du précipité.

→ Laver le précipité avec 10 ml d'eau à pH 8 (pour se faire ajouter une goutte d'ammoniaque à 32% dans environ 240 ml d'eau ultra-pure – agiter longuement et vérifier le pH – ajuster si nécessaire).

→ « Vortexer » afin de casser le précipité pour bien le rincer.

→ Centrifuger 5 min à 4000 tr/min.

→ Jeter la solution de rinçage.

→ Répéter les 4 étapes précédentes 2 fois.

→ Dissoudre les précipités avec 4 gouttes d'HNO3 à 65% à l'aide d'un flacon compte gouttes.

→ Centrifuger 1 min à 4000 tr/min. *Pour récupérer les gouttes collées à la parois du tube.*

→ Ajouter la solution dans un creuset en porcelaine (préalablement nettoyé à l'eau ultra-pure) à l'aide du pipette pasteur de 1 ml.

→ Rincer le tube 3 fois avec 6 gouttes d'eau ultra-pure à l'aide d'un flacon compte gouttes et ajouter les eaux de rinçage dans le creuset.

→ Evaporer la solution à sec à 200 °C puis chauffer à 400 °C pendant 10 min.

Oxydation :

→ Oxyder 1 heure à 700 °C. Attention, à cette température le nom des échantillons inscrit sur les creusets s'effacent. Penser à noter sur le cahier de laboratoire la position dans le four de chaque échantillon.

→ Laisser refroidir et parafilmer.

Table des matières

Sommaire **3**

Remerciements **5**

INTRODUCTION **7**

1 Formation des karsts et paléokarsts **11**
1.1 Introduction à la karstification **11**
1.1.1 Les facteurs internes 12
1.1.2 Les facteurs externes 12
1.2 Spéléogenèse, variations du niveau de base et réseaux étagés **15**
1.2.1 Quelques notions de spéléogenèse 15
1.2.2 Le niveau de base 17
1.2.3 La formation des réseaux étagés 18
1.3 Les remplissages karstiques **20**
1.3.1 Les dépôts endogènes 20
1.3.2 Les dépôts exogènes 21

2 Les cadres de l'étude **23**
2.1 Le cadre géologique régional **23**
2.1.1 Formation de la chaine des Pyrénées 23
2.1.2 Les grandes unités structurales des Pyrénées 25
2.2 Le bassin de Tarascon-sur-Ariège (Ariège) **28**
2.2.1 Eléments de géomorphologie structurale 28
2.2.2 Le contexte géologique du bassin de Tarascon 30
2.3 Histoire quaternaire du bassin versant **32**
2.3.1 Le Quaternaire dans les Pyrénées 32
2.3.2 L'empreinte du glacier ariégeois dans le bassin de Tarascon 33

3 Méthode **36**
3.1 Inventaire des cavités **36**
3.2 Les missions de terrain : observations et échantillonnage **38**
3.2.1 La mission d'échantillonnage dans la grotte de Niaux 38
3.2.2 Intérêt de la prospection 41
3.3 Etude de l'étagement des cavités karstiques **42**
3.4 La Granulométrie **43**
3.5 Les datations d'enfouissement par $^{26}Al/^{10}Be$ **45**
3.5.1 Introduction 45
3.5.2 Définition de la production *in situ* 46
3.5.3 Principe de la méthode 46
3.5.4 Procédure analytique 49

4 Résultats **57**
4.1 La prospection **57**
4.1.1 Les massifs du Sédour et du Calamès 57
4.1.2 Le Massif du Cap de la Lesse et du Quié de Lujat 68
4.2 L'étagement des cavités **71**
4.3 La Granulométrie **76**
4.4 Les datations d'enfouissement $^{26}Al/^{10}Be$ **84**

CONCLUSION **85**

Références bibliographiques **88**
Liste des figures **94**
Liste des tableaux **96**
Annexes **97**
Table des matières **117**

Résumé :

Le soulèvement tectonique de la chaine des Pyrénées contrôle étroitement les rythmes et les taux d'incision des vallées fluviales, lesquels sont à leur tour modulés par les fluctuations climatiques quaternaires. Les travaux de recherche en géomorphologie ont permis d'élaborer un modèle d'évolution du relief qu'il apparaît nécessaire de compléter par la mesure des taux d'incision des vallées à l'échelle du Quaternaire. L'information est alors donnée par le déplacement vertical des marqueurs géométriques, soit l'étagement corrélé des terrasses alluviales et des réseaux karstiques. Si les âges obtenus pour les niveaux de terrasses, en aval de la cluse de Foix, ne dépassent quasiment pas le Pléistocène récent, l'étude des faciès sédimentaires et la datation $^{26}Al/^{10}Be$ des dépôts karstiques allogènes siliceux, piégés dans les galeries à l'abri des phénomènes d'érosion de surface, permet d'assimiler ces galeries épiphréatiques à des niveaux de terrasses fluviatiles subaériennes. Ainsi, l'étude de l'étagement des galeries subhorizontales permet de rendre compte des variations du taux d'incision de la vallée. Cette méthode a été appliquée au bassin versant-ariégeois, dans la région de Tarascon, à la confluence de la vallée de l'Ariège et du Vicdessos (Ariège, Midi-Pyrénées).

Abstract :

The tectonic uplift of the Pyrenean range controls the incision rates and rythms of fluvial valley incisions, which in turn are modulated by Quaternary climatic changes. Geomorphological researches led to the elaboration of a model describing relief evolution, which should now be completed by the quantification of valley incision rates throughout the Quaternary. The information can be obtained through the study of vertical displacements of geometric landmarks, namely the co-occurring stepping of alluvial remnants in the valleys and karst networks development. In Ariège, the dates determined for the oldest terrace levels located downstream from Foix are rarely go beyond the Late Pleistocene. However, it is possible to link siliceous karstic allogeneic deposits to sub-aerial fluvial terrace levels by studying sedimentary features. It is then possible to date these karstic networks applying $^{26}Al/^{10}Be$ method on fluvial deposits trapped into the karst galleries, away from surface erosion phenomena. Thus, the study of the sub-horizontal karstic networks stepping allows to estimate the incision rate of the valley. This method was applied to the Ariège drainage basin in the Tarascon area, at the confluence of the Arèige and Vicdessos valleys (Ariège, Midi-Pyrénées region).