

# **Nouvelles données sur les cycles magmatiques paléozoïques post-varisque de la chaîne pyrénéenne.**

Marylou Vines

Master 2 Rennes -Sciences de la Terre et de l'Environnement, spécialité Sciences de  
la Terre

Encadrants : Stéphane Pochat<sup>1</sup>, Antoine Bézos<sup>1</sup>

Co-encadrants : Carole La<sup>1</sup>, Philippe Nonnotte<sup>2</sup>

Stage financé par le projet RGF – AMI Pyrénées 2014

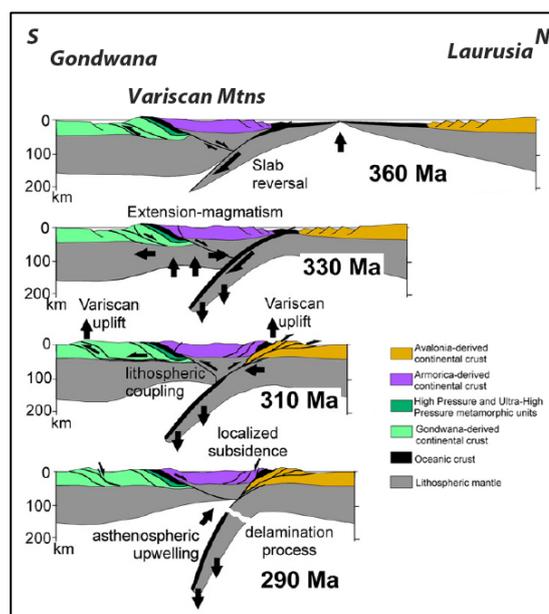
<sup>1</sup> *Laboratoire de Planétologie et de Géodynamique de Nantes (LPGN), CNRS UMR 6112, Université de Nantes, 2 rue de la Houssinière, BP 92208, 44322 Nantes cedex3, France*

<sup>2</sup> *Institut Universitaire Européen de la Mer (IUEM), CNRS-UBO, UMR 6538, Place N. Copernic, 29280 Plouzané, France*

## 1-Problématique

La période de transition entre la fin de l'orogénèse varisque au cours du Carbonifère supérieur/Permien inférieur et les prémices de l'ouverture de l'atlantique à la fin du Trias reste encore mal connue dans la chaîne pyrénéenne, notamment du fait d'une part de l'absence d'un cadre chronologique et géodynamique clair aussi bien sur le contexte de mise en place des bassins sédimentaires que sur des roches intrusives post-varisque et d'autre part de l'ouverture de l'Atlantique et du Golfe de Gascogne et de leurs magmatismes associés ainsi que de l'orogénèse pyrénéenne, événements qui ont tout deux fortement restructurés les structures varisques et antérieurs.

Pour revenir au contexte post-varisque, au cours du Carbonifère terminale (-310 Ma) et du Permien (-290 Ma) (Fig. 1), les réajustements lithosphérique (thermique, épaisseur..) qui succèdent à l'effondrement de la chaîne varisque probablement lié à un détachement ou retrait du slab gondwanien, entraînent l'ouverture de très nombreux bassins sédimentaires sur l'ensemble de l'ancienne zone de collision, le contexte tectonique dominant pour ces bassins est de type extensif / décrochant-extensif (Matte, 1988 ; Matte, 2001). Le remplissage de ces bassins est dominé par des dépôts continentaux durant toute la fin du Paléozoïque (e.g. Pochat and Van Den Driessche). Si pour une grand partie de l'Europe de l'Ouest, la géométrie des bassins sédimentaires et leurs contexte tectono-sédimentaires est relativement bien préservé, il n'en est pas de même pour les zones ayant connues d'autres orogénèses plus récentes. Notamment, pour ce qui concerne la partie Pyrénéenne, la géométrie des bassins sédimentaires (Fig. 2), leurs modes de mise en place, leurs orientations n'a pu être déterminés qu'à partir 1- de la direction des paléo-courants déterminés dans les roches sédimentaires et 2- des filons de roches volcaniques les recoupant considérés comme synchrones de leur mise en place (e.g. Soula et al., 1979 ; Bixel and Lucas, 1987) .



*Figure 1 : Modèle synthétique d'échelle lithosphérique de l'évolution géodynamique de la chaîne varisque entre la France et l'Espagne entre -360 Ma et -290 Ma (modifié de Matte, 2001 et Averbuch and Piromallo, 2012).*

A partir des informations précédentes, le développement des bassins est considéré contrôlé par des décrochements respectivement E-W et dextre pour la partie occidentale de la chaîne, et NE-SW senestre pour la partie orientale (Fig., 2 ; Bixel and Lucas, 1987). Si l'origine transpressive ou transtensive des bassins stéphaniens reste discutée localement dans la chaîne hercynienne, les bassins permien sont considérés généralement comme résultant d'une extension N-S. En ce sens l'interprétation des bassins stéphano-permiens des Pyrénées diffère de celle proposée pour de la majeure partie de la chaîne hercynienne et du Massif Central en particulier. Il faut noter ici, que l'ensemble des travaux précédents n'a jamais tenu compte des déformations liées à l'ouverture de l'Atlantique, du Golfe de Gascogne et de l'orogénèse pyrénéennes. Par exemple, de nombreuses études récentes montrent que l'ensemble des blocs paléozoïques ont subi des rotations importantes depuis le Trias, ces rotations peuvent atteindre plus de 30-40° pour les ensembles varisques de l'ouest de la chaîne (Oliva-Urcia *et al.*, 2012) ainsi que dans sa partie centrale (Izquierdo-Llavall *et al.*, 2014). Il faut noter que ces rotations ne sont pas des faits nouveaux (e.g. Cogné, 1987 ; Schott and Peres, 1988 ; Bates 1989) mais elles n'ont jamais été pris en compte pour restaurer la configuration des massifs et bassins sédimentaires paléozoïques, pour une raison simple, seul les déformations récentes (Golfe de Gascogne, Faille Nord-Pyrénéenne) étaient étudiés sous cet angle. Une autre information importante, peu décrite dans la littérature, à quelques exceptions près, est l'intensité de la déformation subie par les roches sédimentaires post-varisque, d'âge Carbonifère-Permien ou Trias supposé. Par exemple Schott and Peres (198) ont noté que pour les roches intrusives de l'ouest pyrénéen : “..as they are generally located in highly deformed zones, their relationship with the surrounding sediments is unclear”. Izquierdo-Llavall *et al.* (2014) montre que, à cause de la déformation post-Trias, seule l'acquisition de données de susceptibilités magnétiques associées à des mesures paléomagnétiques dans des sédiments volcaniques et/ou sédimentaires peut permettre de remonter à la direction des paléocourants.

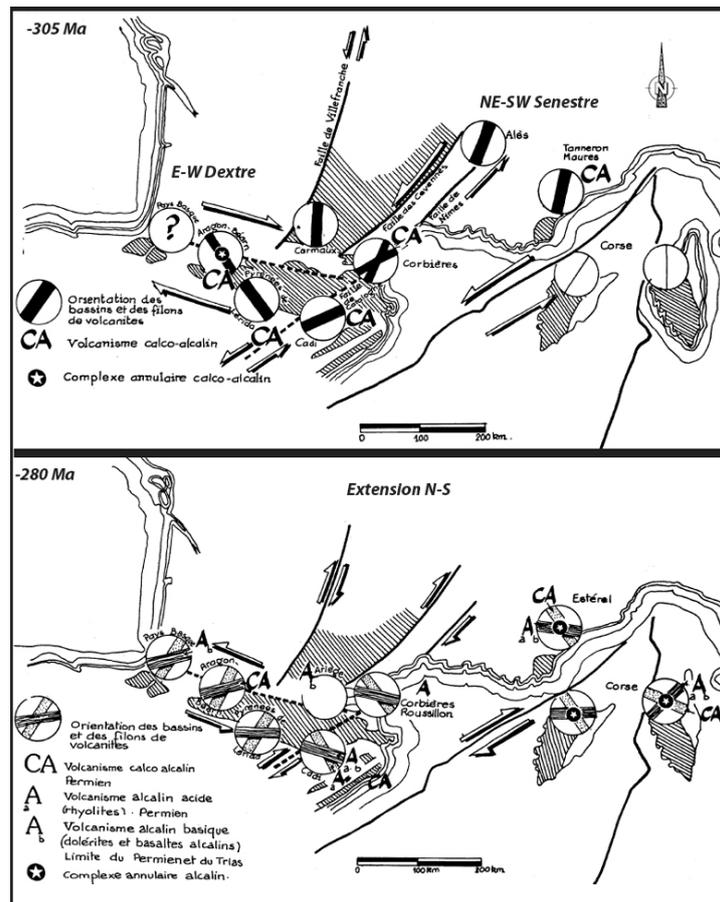


Figure 2 : Modèle de mise en place des bassins sédimentaires post-varisque, d'une origine décrochante E-W dextre (partie occidentale) à NE-SW senestre (partie orientale) à -305 Ma, les bassins changent de mode de fonctionnement au cours du Permien à -280 Ma et passent à un régime extensif pur N-S, la géométrie des bassins a été déterminé selon la direction des paléocourants, les directions tectoniques selon la direction des roches intrusives sans tenir compte des déformations plus récentes (modifié d'après Bixel and Lucas, 1987)

Dans ce cas, il est possible de se poser la question de la validité des modèles tectono-stratigraphiques (e.g. Soula *et al.*, 1979 ; Bixel and Lucas, 1987) pour la mise en en place des bassins sédimentaires post-varisque.

Associé à cette extension post-orogénique et à la mise en place des bassins sédimentaires, un magmatisme important s'est mis en place Europe occidentale (e.g. Heeremans *et al.*, 2004; Neumann *et al.*, 2004; Lago *et al.*, 2004; Timmerman *et al.*, 2004; Upton *et al.*, 2004; Van Wees *et al.*, 2000) dont l'origine reste largement débattue, soit en relation directe avec l'anomalie thermique liée l'extension post-orogénique en association avec un recyclage passif du slab et du manteau lithosphérique (e.g. Féménias *et al.*, 2003), soit lié à un plume mantellique (e.g. Doblás *et al.*, 1998). Dans les Pyrénées, ce magmatisme est particulièrement intéressant parce qu'il est continu depuis la fin du Carbonifère jusqu'au Trias, ce qui en fait un bon marqueur de l'évolution géodynamique de cette période (e.g. Innocent *et al.*, 1994, Lago *et al.*, 2004). Le magmatisme des Pyrénées affleure aussi bien comme intrusions dans les séries ou socle paléozoïque ou directement dans les bassins Permo-Carbonifère qui sont localisés sur les bordures de la zone axiale des Pyrénées Centrales ou les bordures des Massifs Ouest-Pyrénéens (Fig. 3). D'après des études pétrographiques et géochimiques, ce

magmatisme peut être divisé en deux cycles magmatiques successifs de composition différente (Bixel, 1984 ; Bixel et Lucas, 1983 ; Cabanis et Le Fur-Balouet 1989). Un premier cycle relativement bien daté, d'âge Carbonifère supérieur – Permien (310 à 278 Ma), qui est représenté par des rhyolites, des dacites et des andésites à signature géochimique calco-alkaline due à une forte contamination crustale. Ce cycle affleure dans les régions de Pont de Suert, du Pic du Midi d'Ossau, de la Sierra del Cadi, de Campellas et Camprobon et de Baixas, essentiellement au sud et à l'est de la chaîne (Fig. 3). Un second cycle, estimé Permien supérieur d'après sa position stratigraphique, qui est légèrement alcalin. Il affleure principalement dans le Pays-Basque (Massif des Cinco Villas, Biddaray) et dans la région d'Anayet et Cadi sous la forme d'andésites et de basaltes (Fig. 3).

Ce magmatisme montre une contamination crustale importante et résulteraient de mélanges magmatiques entre plusieurs liquides basaltiques et granitiques qui sont issus respectivement de la fusion du manteau et de la croûte continentale (Bixel 1984 ; Gisbert *et al.*, 1994 ; Innocent *et al.*, 1994 ; Lago *et al.*, 2004). Innocent *et al.*, (1994) propose via la signature isotopiques en Sr et Nd une mise en place du volcanisme post-varisque dans un contexte tectonique extensif continu, depuis la fin du Carbonifère jusqu'au Trias. Au cours de cette période, l'amincissement de la lithosphère se serait accompagnée d'une remontée de l'asthénosphère. Celle-ci aurait provoqué l'anatexie de la croûte et ainsi la mise en place du premier cycle magmatique. Le second cycle s'expliquerait par des processus de mélange entre le manteau lithosphérique sous-continentale et asthénosphérique dus à une extension de la lithosphère plus avancée.

Cependant, ce modèle présente plusieurs faiblesses : (i) l'identification des liquides basaltiques à l'aide des isotopes est parfois rendue difficile à cause d'une contamination crustale trop importante qui masque les signatures isotopiques initiales (Gisbert *et al.*, 1994) ; (ii) le manque de contraintes par les compositions en éléments majeurs ou éléments en trace ; (iii) le manque d'âge absolu sur le second cycle qui ne permet pas de le situer précisément dans le temps. Il s'avère de plus que la mise en place du second cycle est assez mal définie, soit sous forme d'intrusions dans les sédiments permien, soit sous forme de coulées basaltiques interstratifiées dans les sédiments permien (sills et dykes)(e.g. Bixel, 1984 ; Lago *et al.*, 2004 ; Lasheras Adot *et al.*, 1999a,b,c). Il faut noter que le caractère intrusif ou non est relativement important pour dater les sédiments, dans le premier cas, les roches magmatiques sont postérieures aux sédiments, dans le second cas, elles ont le même âge et peuvent donc servir de marqueurs stratigraphiques.

Pour progresser dans la connaissance du contexte géodynamique post-varisque et de la dynamique de mise en place des bassins sédimentaires et des roches volcaniques associés, nous avons optés pour une démarche visant à revisiter en premier lieu les informations pouvant être extraites des roches magmatiques (source, âge, contexte géodynamique) en se focalisant sur les roches basiques du Massif des Cinco Villas, à l'ouest de la chaîne pyrénéenne, massif ayant été moins étudiés que les roches basiques des Pyrénées centrales.

Dans un premier temps, nous proposons de vérifier si les roches basiques du Massif des Cinco Villas correspondent à des coulées interstratifiées dans la séquence sédimentaire permienne ou bien à des intrusions.

A partir de nouvelles données géochimiques en éléments majeurs, en éléments traces et isotopiques en Nd nous proposons de mieux caractériser la source mantellique à l'origine des roches collectées. Les données en Sm et Nd sur roche totale permettront en plus un essai de datation de ces roches basiques par la méthode isochrone externe sur roche totale.

## **2-Données Terrains et pétrographiques**

Les roches volcaniques basiques du second cycle affleurent dans la partie ouest du Pays-Basque, dans la région de Bidarray et dans le Massif des Cinco Villas (CVM) (Fig. 3). Ce massif, long d'environ 50 km et globalement orienté NW-SE est principalement composé de roches d'âge Dévonien et Carbonifère (socle anté-hercynien) Il est isolé du reste de la Zone Axiale par la faille de Pampelune (FP) qui est une prolongation de la Faille Nord-Pyrénéenne (FNP). La faille de Leiza (FL), également considérée comme étant une continuation de la FNP marque la limite sud de ce Massif (Fig. 3). Les roches basiques du CVM sont représentées par : (i) des sills et des coulées qui se sont mis en place à l'intérieur de la séquence sédimentaire rouge d'âge Permien supérieur dans trois secteurs : la Rhune, Ibantelli et Mendaur ; et (ii) des dykes de dolérite dans la région de Lesaca, Yanci et Arantza qui intrudent le socle varisque Dévono-Carbonifère (Fig. 4). L'âge de ce magmatisme est estimé Permien supérieur puisqu'il est compris dans la séquence sédimentaire permienne (Bixel 1984 ; Bixel and Lucas, 1983). Cette dernière, est recouverte en discordance par le conglomérat de Faciès Bunstandstein du Trias qui ne montre aucun contact avec les roches basiques du Massif des Cinco Villas (Fig. 5).

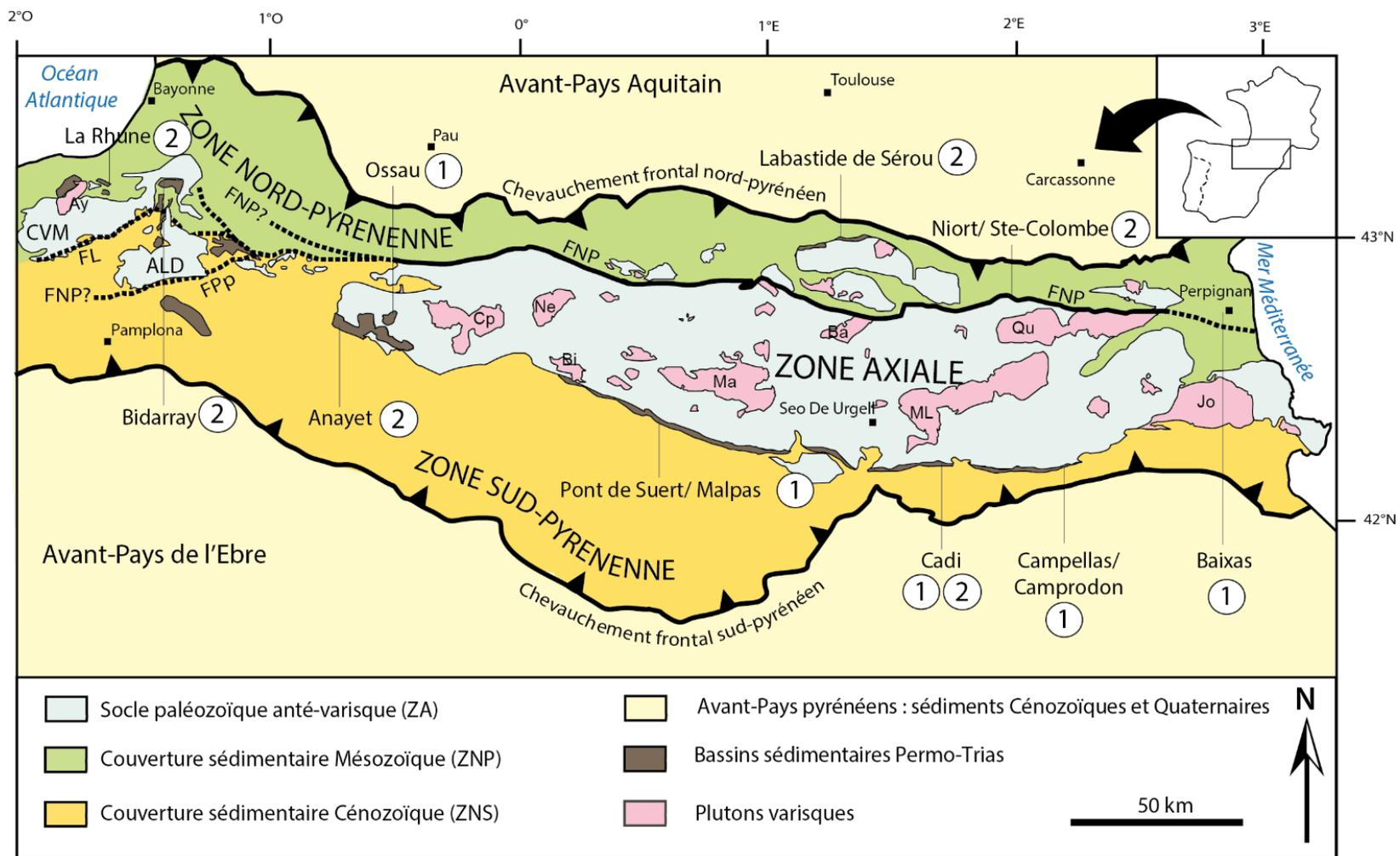


Figure 3 : Carte schématique situant les deux cycles volcaniques fin Paléozoïque des Pyrénées (d'après Bixel 1984; Bixel 1988; Denèle et al., 2012). Les chiffres représentent les cycles volcaniques 1 et 2 décrits par Bixel (1984). Les plutons varisques sont d'ouest en est: Aya (Ay), Cauterets-Panticosa (CP), Néouvielle (Ne), Bielsa (Bi), Maladeta (Ma), Bassiès (Ba), Mont-Louis-Andorra (ML), Quérigut (Qu) et La Jonquera (Jo). A noter la localisation imprécise de la Faille Nord Pyrénéenne (FNP) dans le bassin Basque qui se prolonge en deux failles dans le Pays-Basque : la faille de Pampelune (FPp) et la Faille de Leiza (FL).

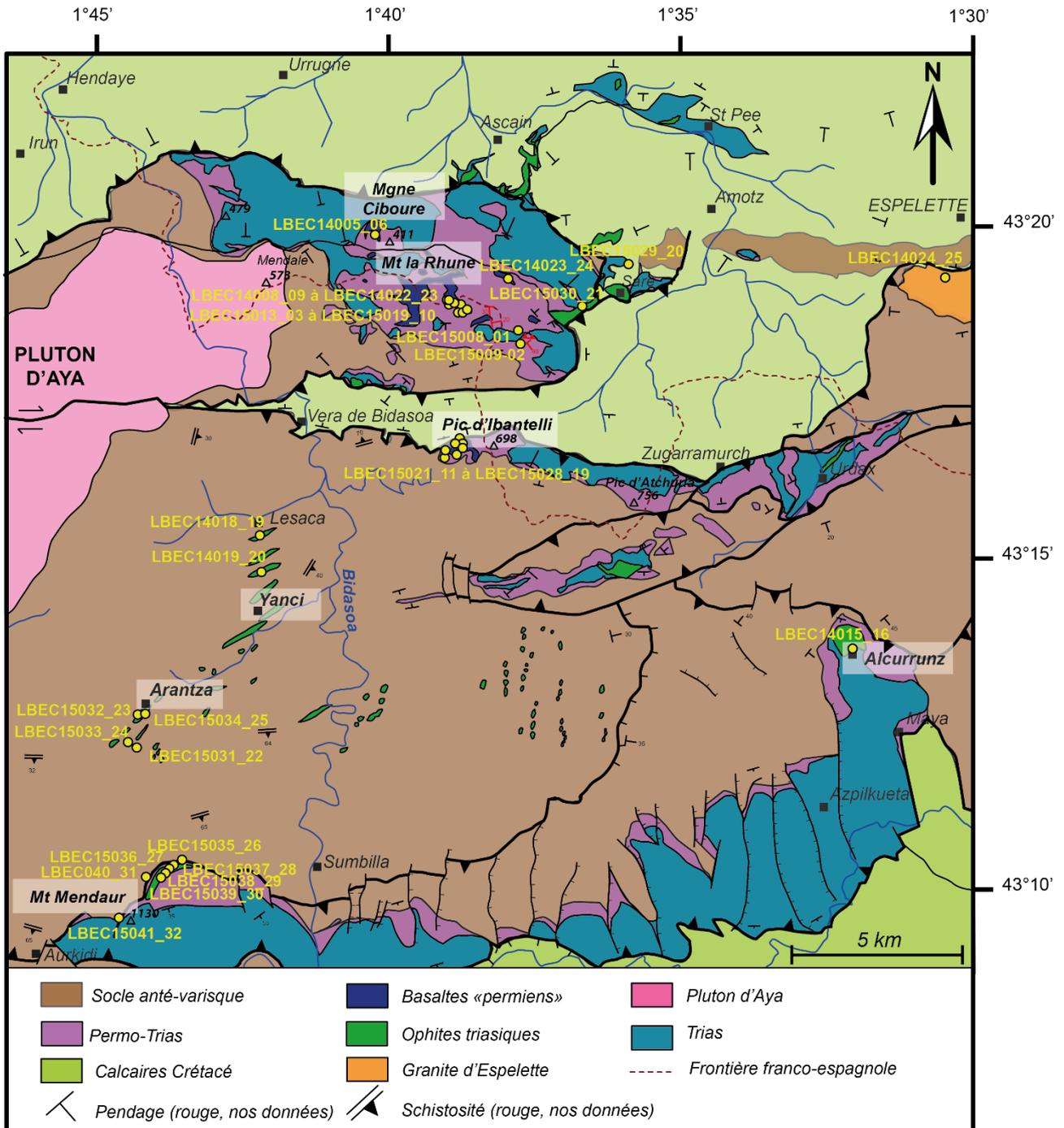


Figure 4 : Schéma structural de la partie nord du Massif des Cinco Villas localisant les échantillons collectés dans le Massif de la Rhune, à Yanci, à Ibantelli, à Artanza et dans le Massif de Mendaur (compilation des cartes 1/50000 du BRGM et Institut Géologique Espagnol). Ces roches basiques ont été cartographiées comme étant des basaltes permiens et ophites triasiques d'après leur position stratigraphique.

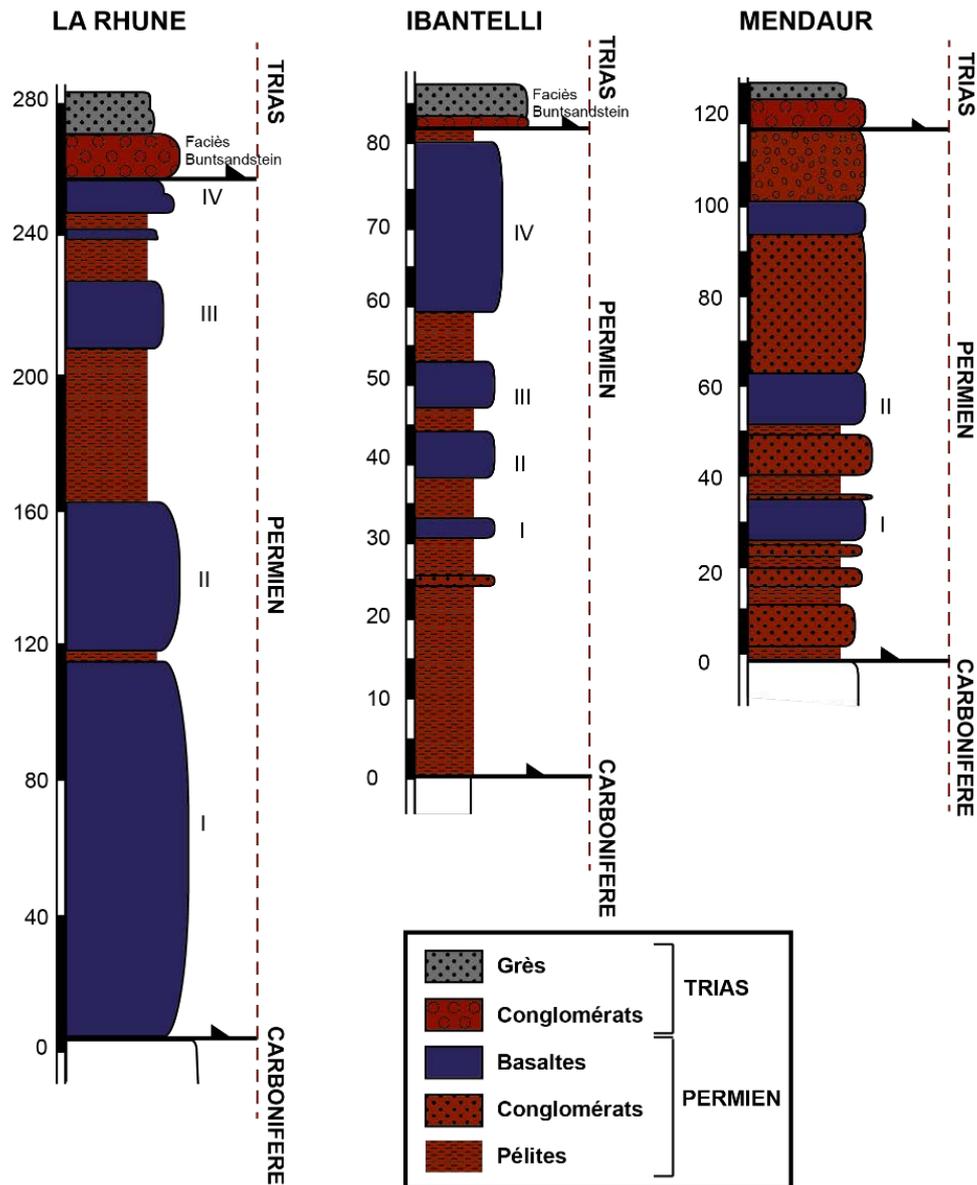


Figure 5 : Colonnes stratigraphiques schématiques des affleurements des roches basiques fin Paléozoïque du Massif des Cinco Villas (d'après Lasheras Adot et al., 1999a, modifié). Le MCV est représenté par trois secteurs qui sont du nord vers le sud : La Rhune, Ibantelli et Mendaur (Fig. 2). Dans ces trois secteurs, des roches basiques, définies comme des basaltes par Bixel (1984), affleurent à l'intérieur de la série détritique rouge Permienne. Cette dernière ne s'exprime pas de la même manière dans chacun des secteurs : la Rhune présente un faciès plus fin que Mendaur. Les roches basiques comprises dans ces sédiments peuvent se regrouper en 4 épisodes majeurs à la Rhune et Ibantelli, et 3 épisodes à Mendaur.

## 2.1- Données Terrain

### La Rhune / Mtgn de Ciboure

Le secteur de la Rhune / Montagne de Ciboure est situé au nord du Massif de Cinco Villas, il correspond à séquence sédimentaire Carbonifère-permien –Trias, qui affleure sous la forme de grès fins rouges, ocres à gris à la base du massif et de pélites rouges à son sommet passant à un conglomérat massif, d'épaisseur décamétrique, puis à des grès à mégarides entrecroisées au sommet (Fig. 5). et correspond à un des chevauchements frontaux de la chaîne pyrénéenne (Fig. 3). Cette série a été affecté par plusieurs phases de déformations postérieures (Fig. 4), failles normales au rejet pluri-décamétrique d'orientation N30, sens marqué par la cristallisation de calcite syn-déformation dans les stries (Fig.6a), plissement anticlinal de plan axial SE-NW aux flancs resserrés et failles décrochantes parallèles à l'axe du pli, cet ensemble de structure compressive correspond à un des chevauchements frontaux pyrénéen. Les roches basiques affleurent en une dizaine de niveaux, pour une épaisseur totale de 200 m, dont le plus épais est situé à la base du massif (Figs. 5 et 6b). A la base de ce niveau, les roches basiques sont plus altérées (ocrées, poreuses et argilitisées), contrairement à partie sommitale où elles sont massives, peu altérées (gris anthracite), bien cristallisées et montrent parfois une texture proche de celle des ophites. Les roches basiques affleurent sous la forme de corps magmatiques généralement parallèles à la stratification (Fig. 6b). Il est difficile d'identifier l'extension des corps magmatiques observés, cependant la présence d'enclaves d'encaissant et de bordures figées dans ces corps sont en faveur d'intrusions magmatiques et plus particulièrement de sills (Fig. 6c).

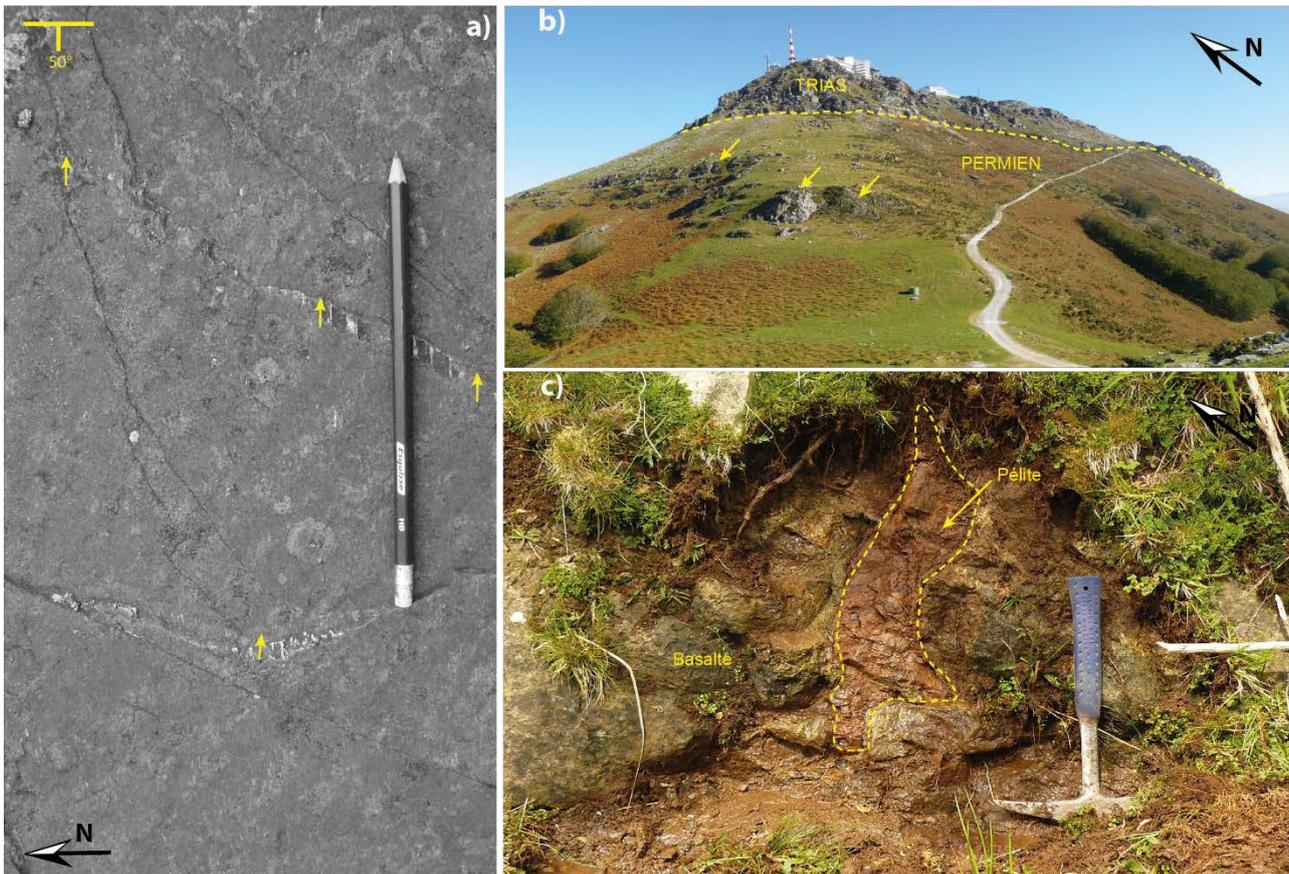


Figure 6 : a) Photographie d'un plan de faille recoupant l'affleurement LBEC15005. Les stries verticales et la cristallisation de calcite indiquent que son jeu est inverse. b) Panorama du Massif de la Rhune (versant espagnol) montrant les sills basaltiques contenus dans la séquence sédimentaire permienne, sub-horizontale, représentée par des pélites et des grès rouge.. c) Photographie de l'affleurement de basalte LBEC15014 contenant une enclave de pélite.

## Ibantelli

Le Massif d'Ibantelli se trouve juste au sud du Massif de la Rhune/Montgagne de Ciboure (Fig. 4), directement sur un front de chevauchement pyrénéen, lequel a fortement déformé la série sédimentaire permienne. Les roches basiques intrudent les pélites qui présentent une schistosité subverticale de direction globalement E-W (Fig. 7a), les contacts entre les roches basiques et les pélites présentent des bordures figées et palagonitisées (Figs 7c et 7d). Les roches basiques, observées sont très altérées en base de coupe et de plus en plus fraîches vers le sommet la série. La majorité des roches basiques présentent des vésicules dont le diamètre peut atteindre jusqu'à 1 cm ce qui n'était pas le cas sur le massif de la Rhune, les vésil. Ces vésicules sont remplies de carbonate ce qui indique que sa mise en place a été dans un sédiment riche en fluide. Cependant, il faut noter que certaines roches basiques ont un caractère plus massif et bien cristallisés (Fig. 7b).

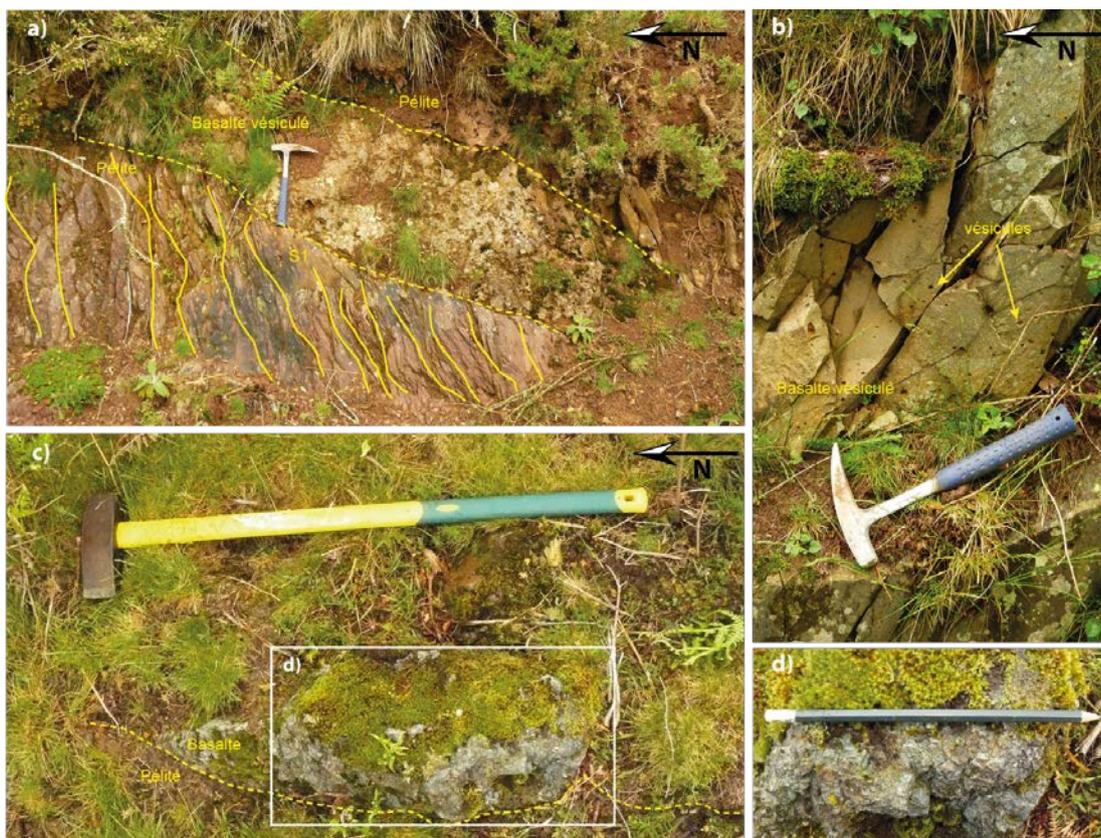


Figure 7 : a) Photographie de l'affleurement LBEC15020 montrant un sill de basalte vésiculé compris dans les pélites rouge permienne à schistosité subverticale E-W. b) Photographie de l'affleurement de basalte LBEC15021. Ce basalte frais et massif présente des vésicules centimétriques. c) Photographie de l'affleurement LBEC15024. Les pélites rouges permienes sont en contact d'un basalte palagonitisé, ce qui indique l'interaction avec des fluides. L'encadré correspond à la Fig. 5d. d) Photographie de la bordure palagonitisée.

## Yanci-Arantza

Le domaine de Yanci et Lesaca, est situé au centre du Massif des Cinco Villa. De nombreuses roches basiques ont été identifiées comme étant des filons mis en place dans le socle anté-varisque Dévono-Carbonifère. D'après la carte géologique d'Espelette au 1/50 000<sup>ème</sup>, les roches basiques correspondent à des diabases et ophites du Trias, mises en place sous forme de filons à l'intérieur du socle anté-varisque d'âge dévono-carbonifère (quartzites et marbres présentant une importante schistosité). Ces roches basiques sont souvent altérées, elles sont parfois grenues (cristaux parfois millimétriques) mais ne sont pas vésiculées. Ce travail a permis de mettre en évidence des roches magmatiques plus différenciées. La première, de teinte gris clair, aphyrique mis en place dans les marbres, et qui pourrait correspondre à une diorite par l'observation macroscopique (Fig. 8). Cela reste à vérifier par des études pétrographiques et géochimiques. La seconde correspond à une pegmatite (macrocristaux centimétriques de feldspath et de quartz). De futures analyses chimiques permettront de savoir si ces roches entretiennent des liens mais aussi de connaître leur âge.



Figure 8 : Photographie de l'affleurement LBEC15032. A l'intérieur des marbres dévono-carbonifères se sont mises en place des roches plus différenciées que les basaltes probablement de la diorite. Des études pétrographiques et géochimiques seront réalisées afin de mieux contraindre sa nature.

## Mendaur

La montagne de Mendaur est située au sud du Massif des Cincos Villas, sur le front de chevauchement sud (Fig. 3-4), il faut noter ici, le pendage important de l'ensemble de la série paléozoïque, de l'ordre de 45-60° vers le NE. La série Permienne est plus grossière qu'à la Rhune et est représentée à sa base par un grès fin rouge discordant sur des schistes lustrés, noirs d'âge Ordovicien ou Carbonifère (Fig. 5). Au sommet de la montagne de Mendaur, cette séquence permienne se termine par un conglomérat rouge, hétérogène, composé d'éléments de quartz et de grès anguleux centimétriques (Fig. 5) qui passe ensuite à un conglomérat d'âge

préssumé triasique, de même teinte et de même composition (éléments de grès et de quartz) mais composé de galets très arrondis de grès et de quartz pluridécimétriques. Cependant, aucun contact net n'a été observé entre ces deux conglomérats bien que le trias conglomératique soit considéré comme discordant sur la série sédimentaire permienne. Nous pouvons nous demander s'ils ne sont pas continus ce qui pose le problème de l'âge réel de ce conglomérat.

Les roches basiques de la Montagne de Mendaur, sont clairement intrusives dans des grès et les conglomérats (Fig. 9a) et bien préservées, peu altérées par opposition avec celles mises en place dans les pélites de la Rhune. Elles présentent, comme sur le massif d'Ibantelli, des vésicules centimétriques mais sans ou avec très peu de remplissage secondaire de carbonates. Sous le conglomérat triasique, se trouve des roches alcalines plus différenciées (Fig. 9b) qui contiennent de nombreuses enclaves centimétriques de grès et d'éléments de quartz, ce qui indique une importante assimilation crustale au cours de leur remontée vers la surface. Cette roche, gris plus clair comparés aux basaltes, pourrait-être un terme plus différencié, comme par exemple une téphrite. Des analyses pétrographiques et géochimiques permettront de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse.



Figure 9 : a) Dyke de basalte recoupant la séquence sédimentaire permienne subhorizontale, ici représentée par des grès rouges (photographie de l'affleurement LBEC15036). b) Photographie de l'affleurement LBEC15037 qui présente un débit en plaque. Cette roche, de teinte plus claire que les basaltes pourrait correspondre à une roche plus différenciée, telle qu'une téphrite.

En conclusion les observations de terrain faites dans ces régions montrent clairement le caractère intrusif exclusif de ces roches basiques d'âge Permien ou Trias. Des roches de composition intermédiaire (diorite et téphrite) ont également été observées. Des études pétrographiques et géochimiques sont nécessaires pour préciser la nature de ces roches plus différenciées qui n'avait jamais été décrite précédemment.

## 2.2 Pétrographie

Dans ce travail, seuls les échantillons collectés lors de la première mission ont fait l'objet d'une étude pétrographique et géochimique. La description pétrographique des roches basiques de la Rhune et de Yanci serait donc à compléter avec le nouvel échantillonnage de ces mêmes roches réalisé au cours de la seconde mission (Ibantelli, Arantza, Mendaur).

### La Rhune / Mtgn de Ciboure

L'observation macroscopique des sills basiques du versant ouest de la Rhune, montre que les échantillons les plus frais (LBEC14009\_010 et LBEC14014\_015) se trouvent au cœur des corps magmatiques. Les plus frais, sont sombres (gris anthracite) tandis que les plus altérés sont de teinte rougeâtre à ocre. Les intrusions sont parfois porphyriques et présentent des macro-cristaux de plagioclase longs de 3 à 5 mm. Leur minéralogie correspond à celle de basaltes, et deux types pétrographiques principaux peuvent être décrits à partir de notre échantillonnage :

#### Basaltes porphyriques à olivine et augite

Les basaltes LBEC14008\_009, LBEC14009\_010, et LBEC14014\_015 présentent une texture intergranulaire à sub-ophitique avec 10% de phénocristaux (Figs 10a, 10c et 10d). Leur mésostase, bien cristallisée, est composée de microlites de plagioclases albitisés longs de 0,1 à 0,2 mm (cristaux maclé 1 fois, absence de macle polysynthétique), d'augite titanifère moulée sur les plagioclases et de teinte rose lila en lumière naturelle, d'oxydes (5%), d'apatites (en accessoires, Fig. 10d). Les phénocristaux contenus dans la mésostase sont des plagioclases séricitisés (1-3 mm), des olivines oxydées (0,2- 1 mm), des oxydes.

#### Basaltes porphyriques à plagioclase et olivine

Les basaltes LBEC14010\_011, LBEC14012\_013, LBEC14013\_014, LBEC14022\_023, LBEC14023\_024 sont plus altérés que les échantillons précédents et ne montrent pas de texture sub-ophitique due à l'absence de clinopyroxène dans la lame ou, peut-être à son entière chloritisation. Ils sont plus riches en phénocristaux que le type précédent avec des proportions qui varient de 10 à 35% (Fig. 10b). La mésostase est de nouveau bien cristallisée et est composée de microlites de plagioclases albitisés longs de 0,2 à 0,5 mm, d'oxydes, de chlorite (Fig. 10). Les phénocristaux contenus dans la mésostase sont des plagioclases séricitisés (0,5- 3 mm), des olivines oxydées (0,2-1 mm), des Oxydes.

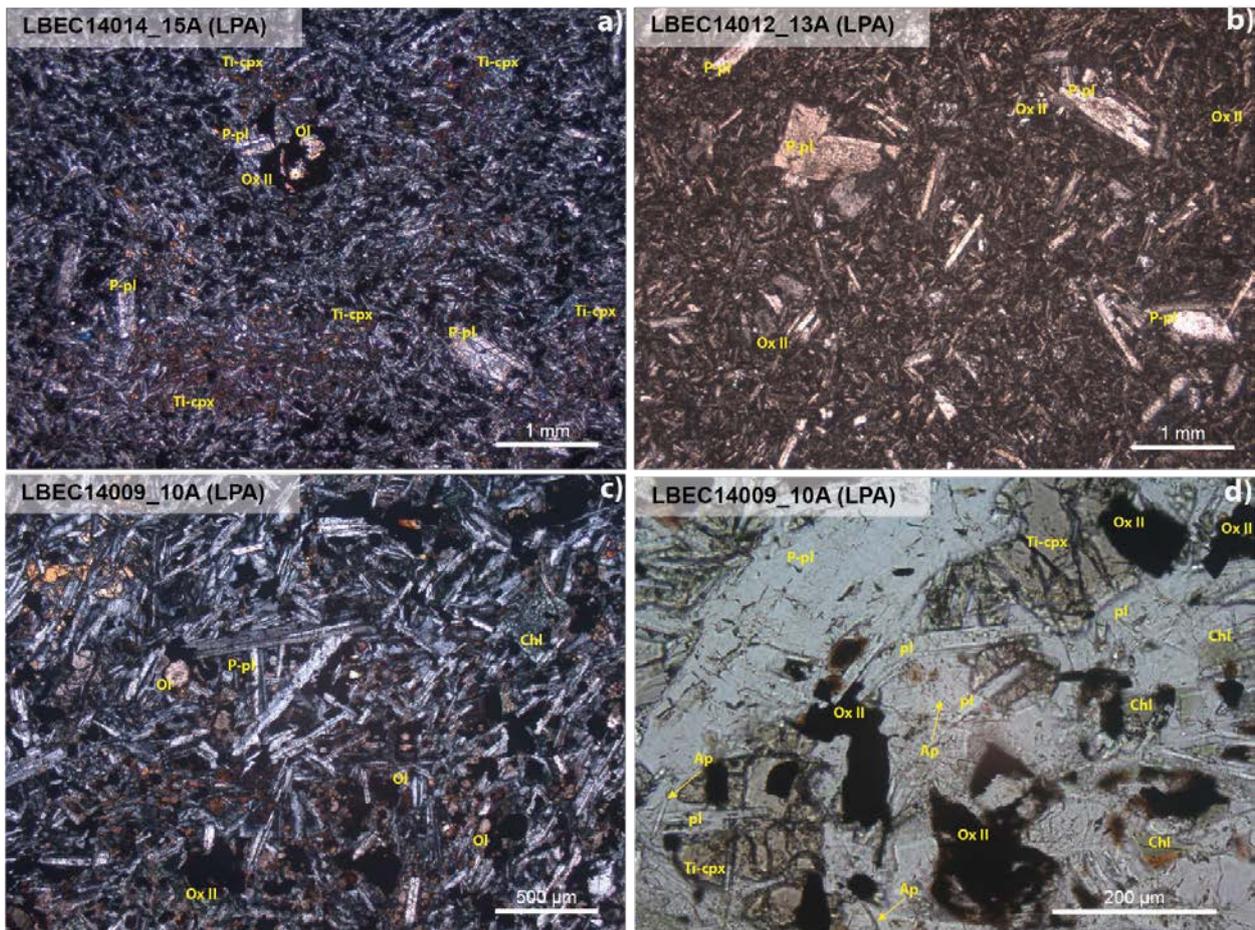


Figure 10 : a) Photographie en LPA d'un basalte porphyrique à olivine et augite (type 1) présentant une texture subophitique (échantillon LBEC14014\_15). b) Photographie en LPA d'un basalte porphyrique à plagioclase séricitisé (type 2) : exemple de l'échantillon LBEC14012\_13. c) Photographie en LPA de l'échantillon LBEC14009\_10, porphyrique à olivine et augite. Elle montre que la minéralogie est celle d'un basalte : olivine (Ol), augite (Ti-cpx), plagioclase (pl), phénocristaux de plagioclase (P-pl) avec des marqueurs d'altération : chlorite (Chl), oxydes secondaires (OxII). La texture intergranulaire à subophitique de ce basalte est caractéristique d'un refroidissement lent. d) Photographie en lumière naturelle de l'échantillon LBEC14009\_10 à plus fort grossissement montrant des cristaux d'apatite.

Ces deux types de basaltes ont subi une altération importante qui rend parfois difficile l'identification de leurs minéraux primaires (notamment dans le cas du clinopyroxène qui est souvent chloritisé). En effet, le clinopyroxène et l'olivine ont été chloritisés, l'olivine est souvent entourée par une couronne d'oxydes secondaires et est parfois carbonatée, les plagioclases sont séricitisés (Figs 11a à 11d).

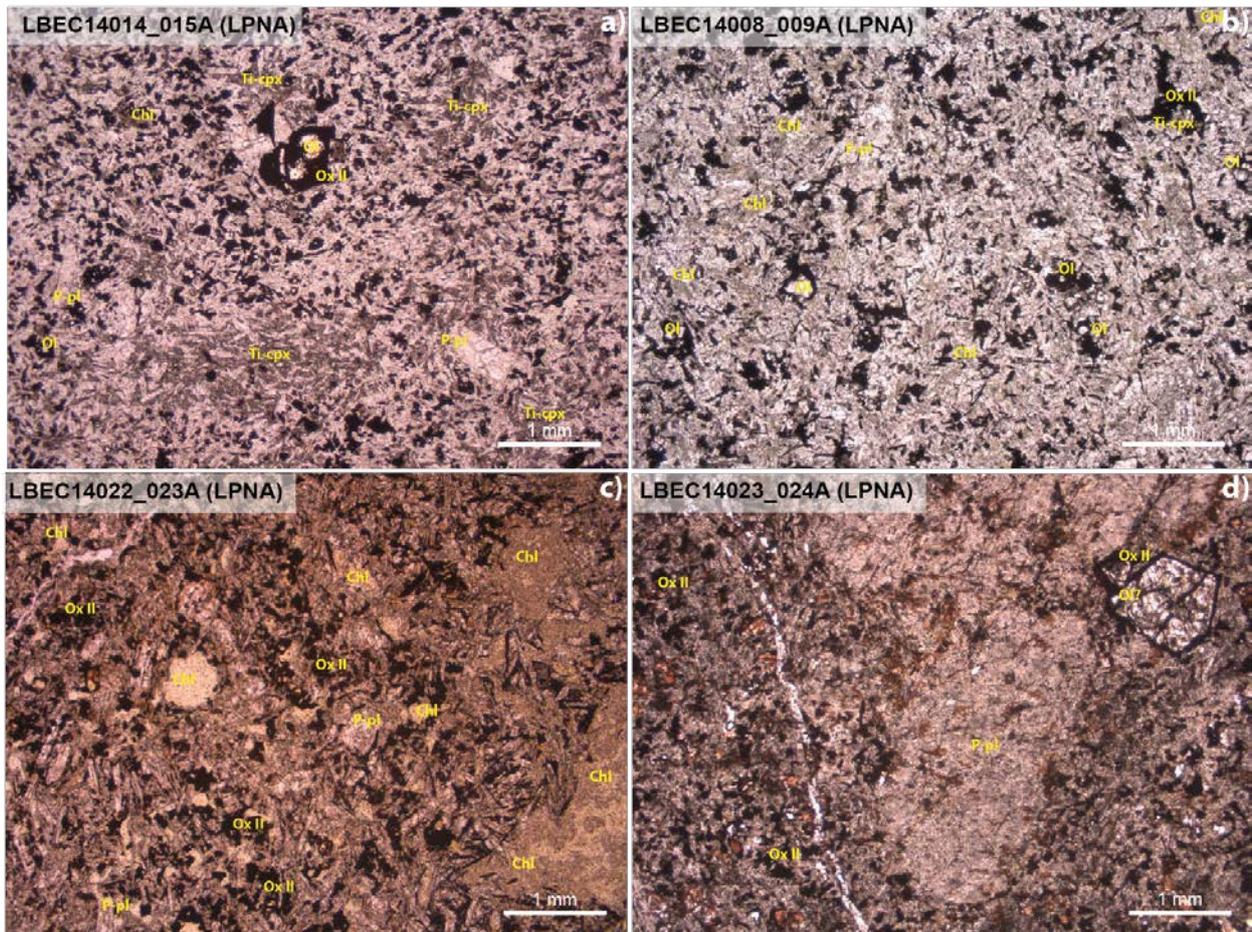


Figure 11 : a) Photographie en lumière naturelle de l'échantillon LBEC14014\_015, peu altéré. Les contacts entre les minéraux se distinguent aisément. b) Photographie en lumière naturelle de l'échantillon LBEC14008\_009, moyennement altéré. On note la présence de chlorite de teinte verdâtre fréquente mais localisée dans la lame. Les contacts entre les minéraux sont moins nets. c) et d) Photographies en lumière naturelle des échantillons LBEC14022\_023 et LBEC14023\_024, très altérés. Les contacts entre les minéraux sont plus difficiles à observer. Les lames présentent un aspect poudreux dû à la séricitisation des plagioclases. La quantité d'oxydes est plus importante ainsi que la chloritisation.

A l'échelle de la lame mince, des vésicules millimétriques peuvent également être observées (Figs 12a et 12b). Celles-ci sont remplies de carbonates dont la présence confirme microscopiquement la présence d'une circulation de fluides. Localement des xénocristaux de quartz millimétriques corrodés sont visibles, et indiquent vraisemblablement que ces roches basiques ont assimilé du matériel crustal au cours de leur migration vers la surface (Fig. 12c et 12d).

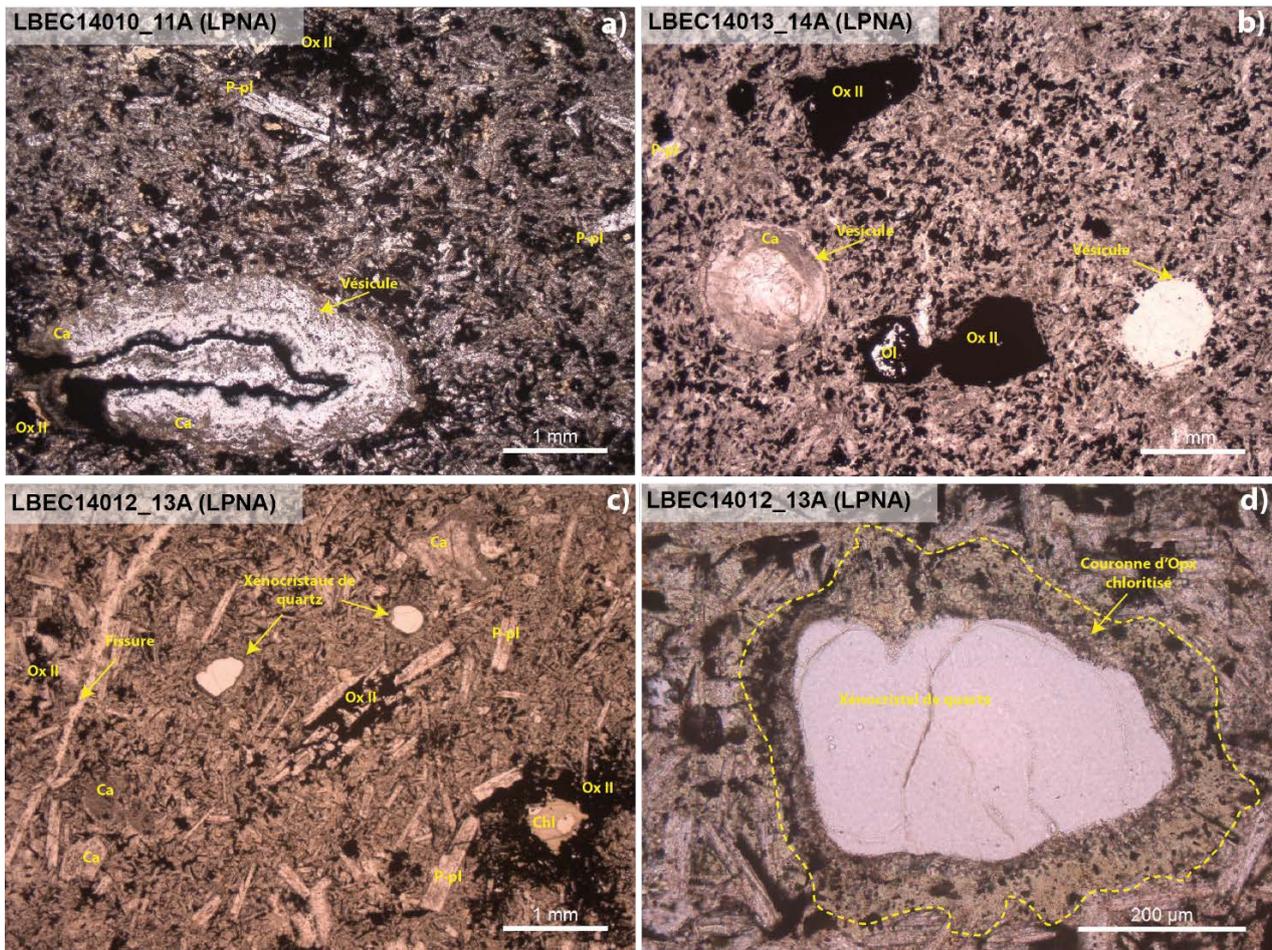


Figure 12: a) Photographie en lumière naturelle de l'échantillon LBEC14010\_11 montrant la présence d'une vésicule macroscopique (3mm) partiellement remplie de carbonate. b) Photographie en lumière naturelle de l'échantillon LBEC14013\_14. Celle-ci montre la présence de vésicules entièrement remplies de carbonate ainsi que l'oxydation de l'olivine (couronne d'oxydation et oxydation totale). c) Photographie de l'échantillon LBEC14012\_13 présentant des xénocristaux de quartz corrodés. Cela implique que ces magmas ont subi une assimilation de la croûte continentale au cours de leur remontée. On note également la présence d'oxydes localisés et de fractures qui témoignent d'une altération importante d) Photographie en lumière naturelle d'un xénocristal de quartz corrodé montrant une couronne d'orthopyroxène chloritisé.

## Yanci-Arantza

Ces échantillons (LBEC14018\_19 et LBEC14019\_20) sont très altérés ce qui rend difficile leur étude pétrographique. Celles-ci présentent, au premier ordre, une texture porphyrique avec 10 % phénocristaux. Leur minéralogie correspond, comme à la Rhune, à des basaltes (plagioclase, clinopyroxène). Il s'agit de basalte à clinopyroxène chloritisé, peut-être olivine et à phénocristaux de plagioclases. Leur mésostase est composée de microlites de plagioclases longs de 0,25 à 0,7 mm, soit légèrement plus grands que ceux de la Rhune (Fig 13), de clinopyroxène et/ou olivine chloritisée, d'oxydes. Les phénocristaux compris dans cette mésostase sont des plagioclases très séricitisés longs de 1 à 5 mm, des clinopyroxènes et/ou olivine altérés (pseudomorphoses en chlorite et épidote) et des oxydes.

Ces échantillons ne sont pas ou peu carbonatés, cependant la chloritisation dans ces basaltes est plus importante que dans ceux de la Rhune. L'altération, et notamment la chloritisation importante des basaltes de Yanci, empêchent une description exacte de leur minéralogie et de leur texture (Fig.s 11a, 11b, 11e et 11f). Par conséquent, il est impossible de savoir si ces basaltes présentent une texture ophitique puisque l'identification des minéraux magmatiques primaires et leur géométrie sont incertaines.

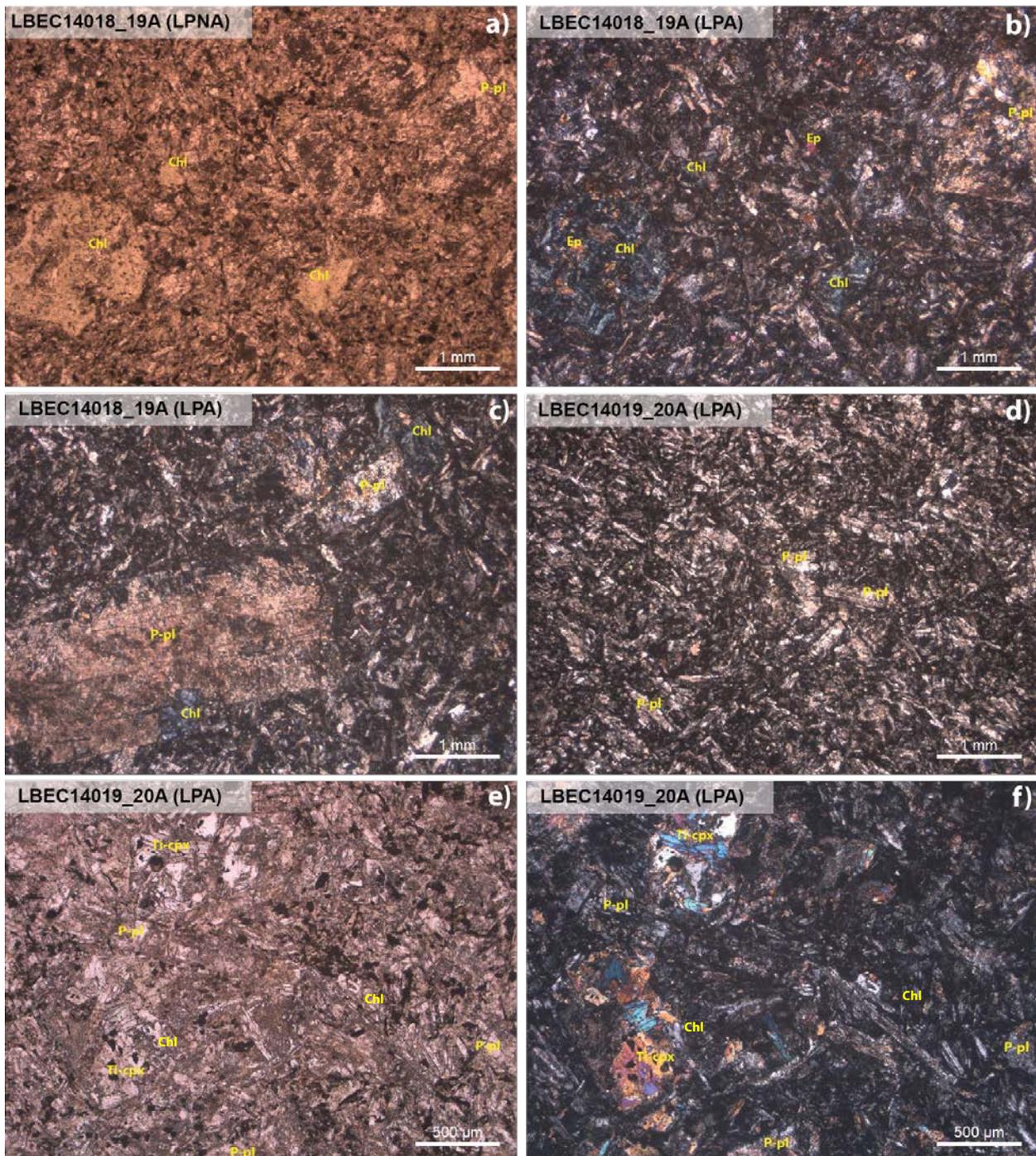


Figure 13: a) et b) Photographies en LPA (a) et LPNA (b) de l'échantillon LBEC14018\_19 fortement altéré, comme l'indique la présence de pseudomorphoses d'olivine et/ou de clinopyroxène en chlorite, la présence d'épidote (Ep), l'aspect poudreux de la lame (séricitisation des plagioclases) c) Photographie de l'échantillon LBEC14018\_19 montrant la présence d'un phénocrystal de plagioclase long de 5 mm en voie de séricitisation. On note également la forte concentration en oxydes secondaires dans cet échantillon, qui sont les témoins d'une altération importante. d) Photographie en lumière naturelle de l'échantillon LBEC14019\_20, essentiellement composée de plagioclases en

*microlites et phénocristaux longs d'environ 1 mm, soit 3 fois plus petits que ceux de l'échantillon précédent. Les plagioclases sont très séricitisés et les e) et f) Photographies en LPA et LPNA de l'échantillon LBEC14019\_20 montrant, la présence de clinopyroxène (Ti-cpx), très altérés et la présence de chlorite.*

La nature de l'encaissant (plus compétent, moins riche en eau) semble jouer un rôle prépondérant sur la préservation de ses roches basiques. En effet les roches basiques de la Rhune, comprises dans des pélites, sont très altérées et ont subi une circulation de fluides importante, contrairement aux roches basiques d'Ibantelli, mises en place dans des grès, ou bien à celles de Mendaur mises en place dans des conglomérats. Les contacts entre encaissant et roche basique sont nets à Mendaur, et ont permis d'identifier clairement un dyke recoupant les grès rouges permien (Fig. 9a) et la présence de sills. L'observation fréquente d'enclaves d'encaissant dans ces affleurements confirme que ces roches basiques se sont mises en place sous la forme d'intrusions plutôt que de coulées interstratifiées dans la séquence sédimentaire.

### **3-Analyse de la composition en éléments majeurs et en éléments traces.**

Les méthodes et protocoles d'analyses en éléments majeurs, traces et isotopie sont décrits en Annexe 2.

Dans le tableau 1 sont reportées les concentrations en éléments majeurs et en éléments-traces des échantillons de la Rhune et de Yanci. Les teneurs en SiO<sub>2</sub> des basaltes de la Rhune sont comprises entre 42,13% et 53,16% et celles de Yanci sont comprises entre 49,66 et 48,76 % en poids d'oxyde. Ces dernières sont en accord avec la composition en SiO<sub>2</sub> attendue pour des roches basiques. Ces échantillons présentent une perte au feu très élevée pour des basaltes, supérieure à 2%, et pouvant atteindre 7,77%. Celle-ci est en accord avec l'observation pétrographique montrant des évidences d'une forte altération des échantillons. Les diagrammes de Harker qui permettent de caractériser une suite magmatique et qui correspondent au % ou à la concentration en ppm de différents élément ou oxydes en fonction d'un élément traceur seront donc présentés en fonction du Thorium (Th), qui est un élément peu soluble dans les fluides géologiques, et donc peu susceptible d'avoir été mobilisé au cours de l'altération des roches. Ainsi, nous observons que les teneurs en silice montrent une certaine dispersion en fonction de Th (Fig. 14a) ce qui indique une perte en silice importante. Pour les échantillons présentant une même gamme de SiO<sub>2</sub>, les éléments les plus solubles dans les fluides, comme les alcalins et les alcalino-terreux, montrent une distribution erratique en fonction du Th (Fig. 14b et 14d). En effet, les alcalins Li, Na, K et Rb varient selon un facteur 3. Les alcalino-terreux, plus fortement mobilisés varient d'un facteur 2 à 10 pour Mg, Ca et Ba, jusqu'à un facteur 1000 pour le Sr (Table 1). En revanche, les éléments immobiles car non solubles dans les fluides tels qu'Al, Fe, Ti, les terres rares, l'U<sup>4+</sup>, et les HFSE (*High Field Strength Elements*) montrent une corrélation linéaire avec le Th (Fig 14e et 14f) et sont relativement constantes au sein des échantillons puisqu'elles varient d'un facteur 1 à 2.

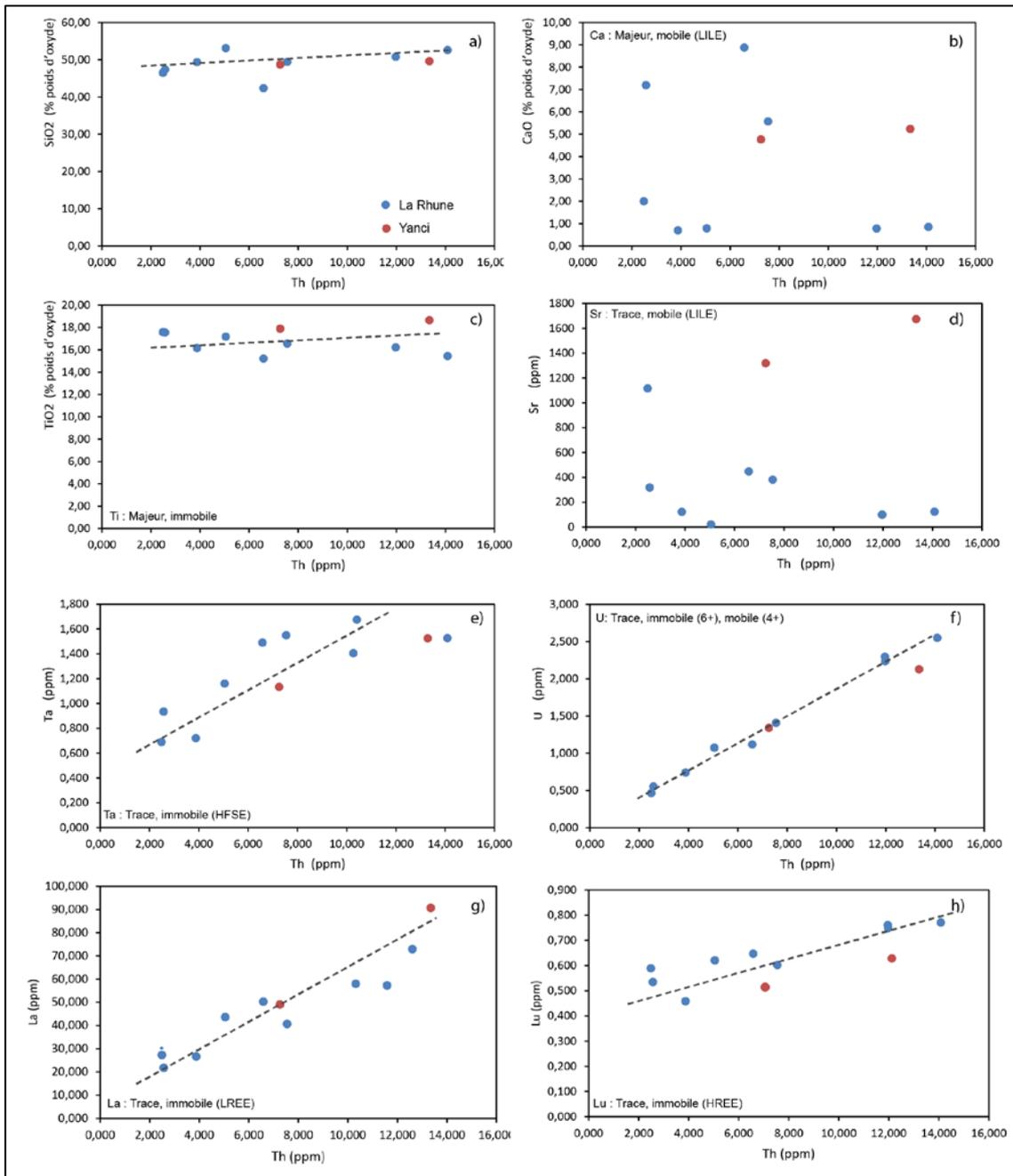


Figure 14 : Diagrammes d'Harker permettant d'étudier la mobilité des éléments. Pour cela l'élément étudié est mis en relation avec un élément non mobile : le thorium (Th). a) Silicium b) Oxyde de Calcium, c) Oxyde de Titane (TiO<sub>2</sub>), d) Strontium (Sr), e) Tantale (Ta), f) Uranium (U), g) Lantane (La), h) Lutétium (Lu).

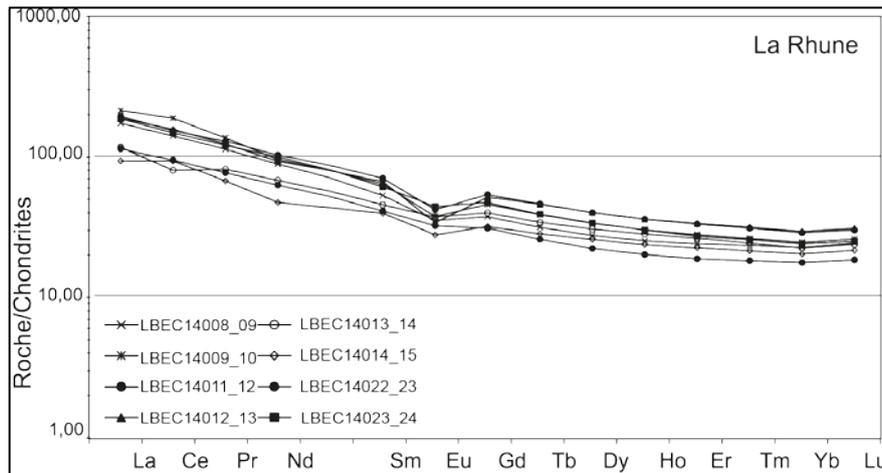
Secteur Échantillon	La Rhune									Yanci	
	LBEC14008_09	LBEC14009_10	LBEC14010_012	LBEC14012_013	LBEC14013_014	LBEC14014_015	LBEC14022_023	LBEC14023_024	LBEC14018_19	LBEC14019_020	
	Latitude Longitude										
	43°18'24,00"N 01°38'07,32"O	43°18'25,56"N 01°38'12,78"O	43°18'26,64"N 01°38'18,18"O	43°18'26,76"N 01°38'20,28"O	43°18'26,88"N 01°38'22,74"O	43°18'26,76"N 01°38'25,38"O	43°18'24,24"N 01°38'22,38"O	43°18'50,64"N 01°37'09,96"O	43°14'31,62"N 01°42'11,76"O	43°13'59,04"N 01°42'06,30"O	
SiO <sub>2</sub>	49,48	42,39	50,82	52,59	46,51	47,40	49,37	53,16	49,66	48,76	
TiO <sub>2</sub>	1,86	2,04	2,02	1,93	1,61	1,81	1,70	2,30	18,66	17,89	
CaO	5,57	8,88	0,78	0,85	2,00	7,19	0,70	0,79	5,24	4,77	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (t)	12,71	9,97	11,81	11,35	12,75	11,97	10,70	10,65	8,71	9,49	
MgO	4,18	4,30	5,51	5,37	5,36	6,48	8,67	0,88	4,79	6,71	
MnO	0,05	0,23	0,06	0,06	0,27	0,21	0,06	0,23	0,14	0,15	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	16,57	15,21	16,21	15,44	17,58	17,55	16,16	17,18	1,93	2,06	
Na <sub>2</sub> O	3,73	3,05	3,69	3,62	1,57	3,38	2,98	3,05	3,19	4,00	
K <sub>2</sub> O	1,39	1,06	4,32	3,77	6,28	0,95	3,24	2,98	3,38	1,28	
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,57	0,54	0,45	0,46	0,30	0,37	0,38	0,66	0,98	0,52	
P.F	7,07	3,03	6,00	2,94	7,77	3,96	6,80	6,00	5,05	3,00	
Total	103,18	90,71	101,68	98,37	101,98	101,28	100,75	97,88	101,72	98,63	
Li	52,31	44,98	81,47	66,84	84,73	52,70	155,60	45,71	79,40	129,31	
Be	2,28	2,26	3,35	2,99	1,40	1,74	1,58	2,11	2,25	2,72	
Sc	21,50	28,58	28,57	27,63	30,66	21,44	26,71	29,90	19,27	17,45	
V	142,47	167,02	153,85	147,51	184,70	186,21	180,49	218,67	178,82	169,87	
Cr	127,66	116,85	81,82	68,33	246,23	147,13	200,67	182,90	78,75	98,32	
Co	27,39	27,39	30,53	24,89	23,97	28,30	33,64	27,80	17,28	31,28	
Ni	66,58	34,04	20,17	20,08	20,88	36,32	62,76	67,83	9,20	48,78	
Cu	6,90	19,17	3,49	64,82	4,31	10,61	2,70	7,68	10,50	20,31	
Zn	71,48	265,92	197,81	162,85	250,87	107,14	219,11	66,78	133,34	65,73	
Ga	19,85	20,19	22,50	20,87	17,74	19,22	15,43	23,17	20,36	19,54	
Rb	26,83	16,42	58,08	48,03	64,97	12,90	23,43	55,26	103,42	55,33	
Sr	381,63	457,19	98,56	124,89	1114,89	330,62	121,75	21,41	1671,20	1329,65	
Y	39,51	46,91	55,44	59,14	48,36	35,83	30,26	50,20	36,46	1,00	
Zr	332,62	281,00	296,97	329,17	188,59	183,01	217,86	301,28	232,74	255,02	
Nb	26,25	23,00	21,24	23,08	11,58	13,06	12,65	21,44	26,53	18,57	
Mo	2,07	1,89	1,34	1,53	1,02	1,34	0,82	1,49	0,11	1,83	
Cs	1,55	2,13	2,54	3,08	2,92	1,01	4,37	5,45	1,44	5,23	
Ba	304,58	443,17	469,69	384,42	512,02	226,08	457,00	329,37	1563,68	460,36	
La	41,19	50,32	46,25	44,73	27,67	21,77	27,01	44,15	91,76	49,57	
Ce	86,00	105,67	93,14	92,74	48,60	49,65	57,43	90,96	171,31	100,98	
Pr	10,61	12,63	12,10	11,52	7,55	6,22	7,17	11,25	19,68	11,57	
Nd	40,85	45,74	48,06	43,79	31,37	23,00	29,07	46,08	73,54	42,69	
Sm	7,97	9,64	10,58	10,05	6,85	5,94	6,17	9,20	11,36	7,58	
Eu	1,97	2,11	2,36	1,90	2,09	1,56	1,80	2,48	2,73	1,95	
Gd	7,81	9,64	11,06	10,61	8,12	6,54	6,39	9,76	9,91	7,13	
Tb	1,17	1,44	1,71	1,70	1,26	1,04	0,96	1,45	1,26	1,01	
Dy	6,86	8,31	10,06	10,02	7,57	6,42	5,55	8,35	6,52	5,67	
Ho	1,40	1,67	1,99	1,99	1,57	1,31	1,12	1,67	1,23	1,12	
Er	3,92	4,53	5,40	5,46	4,23	3,64	3,07	4,45	3,20	3,01	
Yb	3,77	4,12	4,82	4,93	3,74	3,39	2,95	4,01	2,62	2,75	
Lu	0,59	0,61	0,72	0,75	0,57	0,52	0,46	0,61	0,38	0,41	
Hf	6,80	6,72	6,64	7,73	4,10	4,65	4,70	6,34	5,04	5,58	
Ta	1,55	1,49	1,35	1,53	0,69	0,93	0,72	1,16	1,33	1,13	
W	0,52	0,64	0,98	1,55	0,28	0,33	0,30	0,54	1,00	0,99	
Tl	0,10	0,05	0,26	0,21	0,16	0,06	0,09	0,36	1,00	0,50	
Pb	10,06	15,16	30,48	26,19	73,00	19,69	12,07	13,23	5,45	1,52	
Th	7,56	6,59	12,00	14,11	2,49	2,57	3,88	5,05	13,37	7,27	
U	1,41	1,12	2,23	2,55	0,47	0,55	0,74	1,07	2,13	1,34	

Table 1 : Données en éléments majeurs et éléments traces des basaltes de la Rhune et de Yanci (Massif des Cinco Villas, Pays Basque). Les concentrations en éléments majeurs (wt%) ont été mesurées par ICP-AES et les concentrations en éléments en trace (ppm) par ICP-MS. La localisation des échantillons se trouve dans la Fig. 2.

Les spectres de Terre Rares (REE) des basaltes (Fig. 15, 15a pour la Rhune et 15 b pour Yanci-Arantza) normalisés aux chondrites CI, selon Sun and McDonough (1989) sont réguliers, lisses, ce qui indique l'absence d'un fractionnement internes aux REE et présentent un enrichissement continu depuis les HREE (e.g. Yb, Lu) jusqu'aux LREE (e.g. La, Ce), avec un enrichissement en La de 100 à 250 fois les valeurs des chondrites pour les basaltes de la Rhune (Fig. 15a) et de 200 à 400 fois les chondrites pour les basaltes de Yanci (Fig. 15b). Les spectres de Yanci sont plus fractionnés que les spectres de la Rhune. Ils sont plus enrichis en LREE et plus appauvris en HREE avec des teneurs de 20 à 40 fois les valeurs des chondrites pour la Rhune et de 20 fois les valeurs des chondrites pour les basaltes de Yanci. Les spectres en HREE sont assez plats avec des rapports Gd/Yb compris entre 1,57 et 1,98 pour les basaltes de la Rhune et de 2,90 et 2,3 pour les basaltes de Yanci. Généralement, les basaltes montrent une anomalie négative en europium avec un rapport Eu/Eu\* égal à 0,58 à 0,90 pour ceux de la Rhune et de 0,83 et 0,85 pour ceux de Yanci. Cette

anomalie peut résulter de la cristallisation du plagioclase ou bien être un témoin de la contamination crustale mise en évidence par la présence de xénoctaux corrodés de quartz (Fig. 12c).

a)



b)

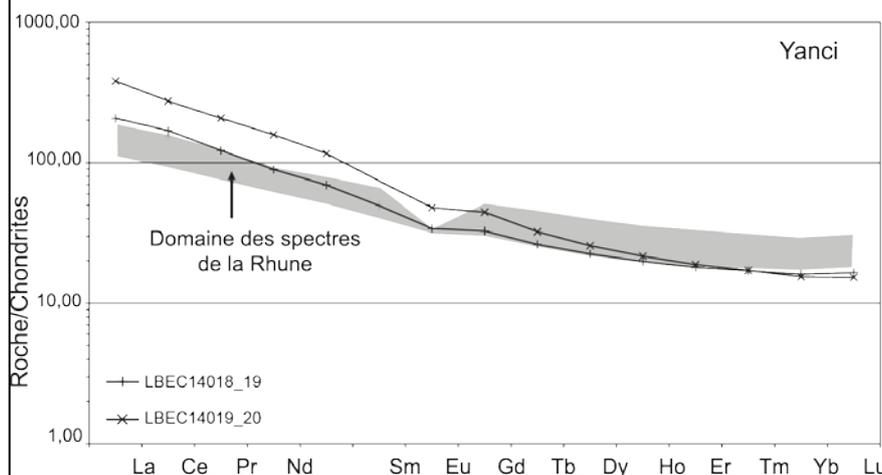


Figure 15 : Spectre des Terres Rares normalisés aux chondrites selon Sun et McDonough (1989) a) Massif de la Rhune (Massif des Cinco Villas, Pays-Basque) b) Massif de Yanci-Arantza, en gris est représenté le domaine des spectres de la Rhune.

Les spectres étendus des basaltes normalisés au manteau primitif (Fig. 16) selon Sun and McDonough (1989) montrent un enrichissement depuis les éléments les moins incompatibles (Yb, Lu) vers les éléments les plus incompatibles (LILE : Cs, Rb, Ba, Sr), avec un enrichissement et un fractionnement plus important pour les basaltes de Yanci-Arantza (Fig. 16b) par rapport à la Rhune (Fig. 16a). Les spectres de la Rhune et Yanci-Arantza présentent de fortes variations en éléments mobiles (LILE : Cs, Rb, Ba et Sr) car solubles dans les fluides. Leurs spectres montrent plusieurs anomalies en éléments traces. Une première anomalie négative en Nb, Ta par rapports à leurs éléments voisins, avec des rapports  $Ta/U$  de 0,60 à 1,69 pour les basaltes de la Rhune et plus faibles entre 0,63 et 0,85 pour les basaltes de Yanci-Arantza. Une seconde anomalie, positive en Zr et Hf par rapport au Gd et Sm, avec des rapports  $Zr/Sm$  compris entre 27,34 et 35,07, pour les basaltes de la Rhune et de 20,34 et 33,42 pour les basaltes de Yanci-Arantza.

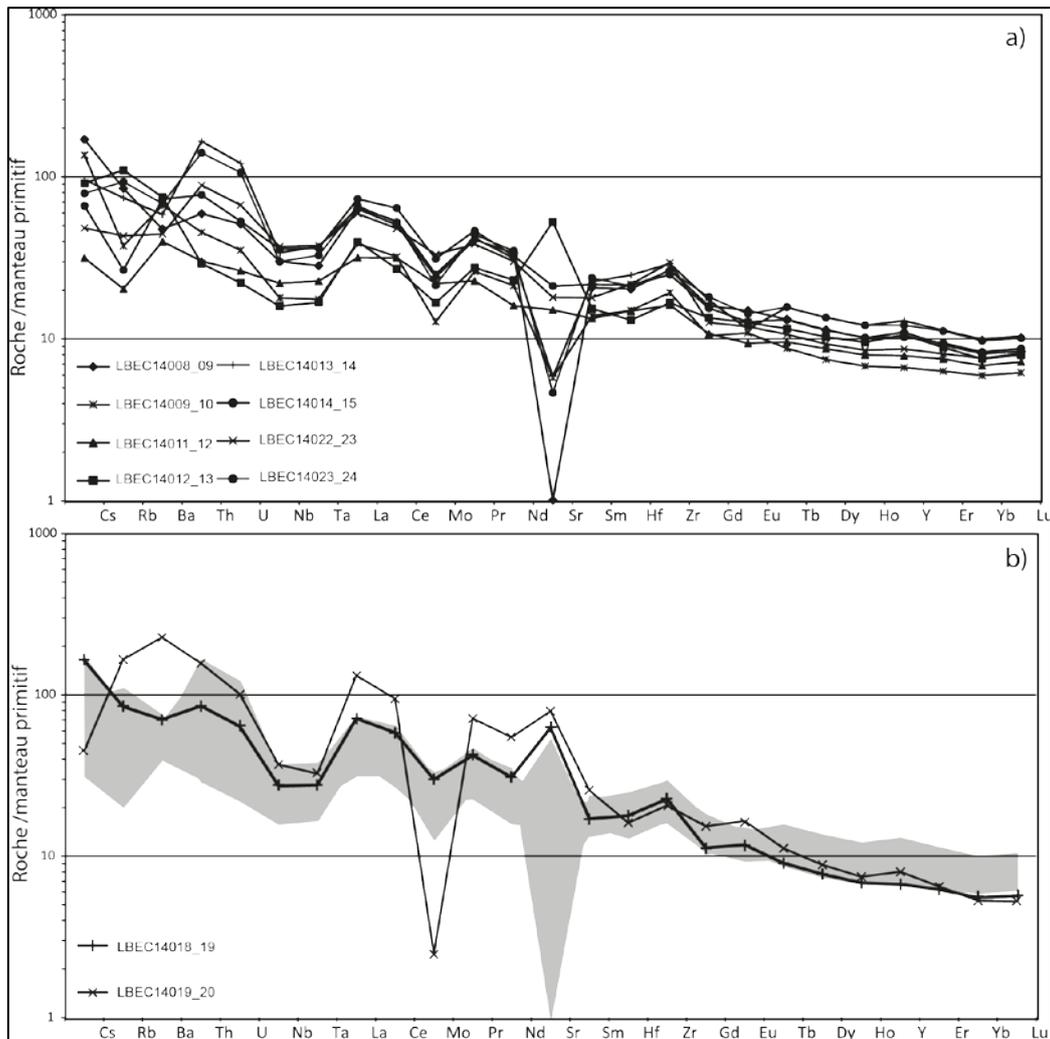


Figure 16: Spectres de terres rares étendus normalisés au manteau primitif selon Sun et McDonough (1989). a) Massif de la Rhune (Massif des Cinco Villas, Pays-Basque). b) Massif de Yanci-Arantza (Massif des Cinco Villas) en gris est représenté le domaine des spectres de la Rhune. Les concentrations normalisées en certains LILE (Large Ion Lithophile Element) : K, Rb, Cs, Sr, Ba, en terres rares : La, Ce, Pr, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Y, Er, Yb, Lu, et en certains HFSE (High Field Strength Element) : Zr, Nb, Hf, Th, U, Ta, sont reportées dans ces spectres. Les éléments y sont rangés par ordre d'incompatibilité décroissante de la gauche vers la droite. L'Eu et le Gd ont été inversés afin d'améliorer la lecture du spectre, ce qui permet d'éviter l'anomalie négative en Eu (c.f. Fig. 7).

#### 4- Analyses isotopiques $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$

Les analyses isotopiques sont présentées dans un diagramme isochrone roche totale  $^{144}\text{Nd}/^{143}\text{Nd}$  vs.  $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$  afin de déterminer à la fois l'âge des basaltes et le rapport  $^{144}\text{Nd}/^{143}\text{Nd}$  initial de la source du magma (Fig. 17). Les résultats détaillés sont présentés dans la Table.2. Les concentrations en  $^{147}\text{Sm}$  et  $^{144}\text{Nd}$  ont été calculées à partir de leurs masses isotopiques, de leurs abondances naturelles et des concentrations en Sm et Nd déterminées par ICP-MS (Table 1).

Echantillon	Sm (ppm)	Nd (ppm)	$^{147}\text{Sm}$	$^{144}\text{Nd}$	$^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$	$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$	Erreur ( $2\sigma$ )	$\epsilon\text{Nd}$ (267 Ma)	$\epsilon\text{Nd}$ (310 Ma)
LBEC14008_09	7,97	40,85	1,17	9,70	0,120451	0,512505	0,000010	-6,85	-7,36
LBEC14009_10	9,64	45,74	1,41	10,86	0,130038	0,512397	0,000008	-9,28	-9,83
LBEC14011_12	10,58	48,06	1,55	11,41	0,135892	0,512460	0,000006	-8,00	-8,58
LBEC14012_13	10,05	43,79	1,47	10,40	0,141681	0,512455	0,000008	-8,30	-8,90
LBEC14013_14	6,85	31,37	1,00	7,45	0,134724	0,512548	0,000010	-6,25	-6,82
LBEC14014_15	5,94	23,00	0,87	5,46	0,159535	0,512549	0,000010	-2,15	-2,82
LBEC14023_24	9,20	46,08	1,35	10,94	0,123278	0,512428	0,000008	-8,20	-8,72
LBEC14018_19	11,36	73,54	1,66	17,46	0,095344	0,512288	0,000006	-10,23	-10,63
LBEC14019_20	7,58	42,69	1,11	10,14	0,109536	0,512381	0,000010	-8,65	-9,11

Table 2 : Compositions isotopiques des roches basiques de la Rhune et de Yanci (Massif des Cinco Villas, Pays-Basque). Les échantillons LBEC14008\_09 à LBEC14023\_24 ont été collectés à la Rhune et les échantillons LBEC14018\_19 et LBEC14019\_20 à Yanci. Les rapports  $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$  ont été mesurés par TI-MS. La localisation des échantillons se trouve dans la Fig. 2.

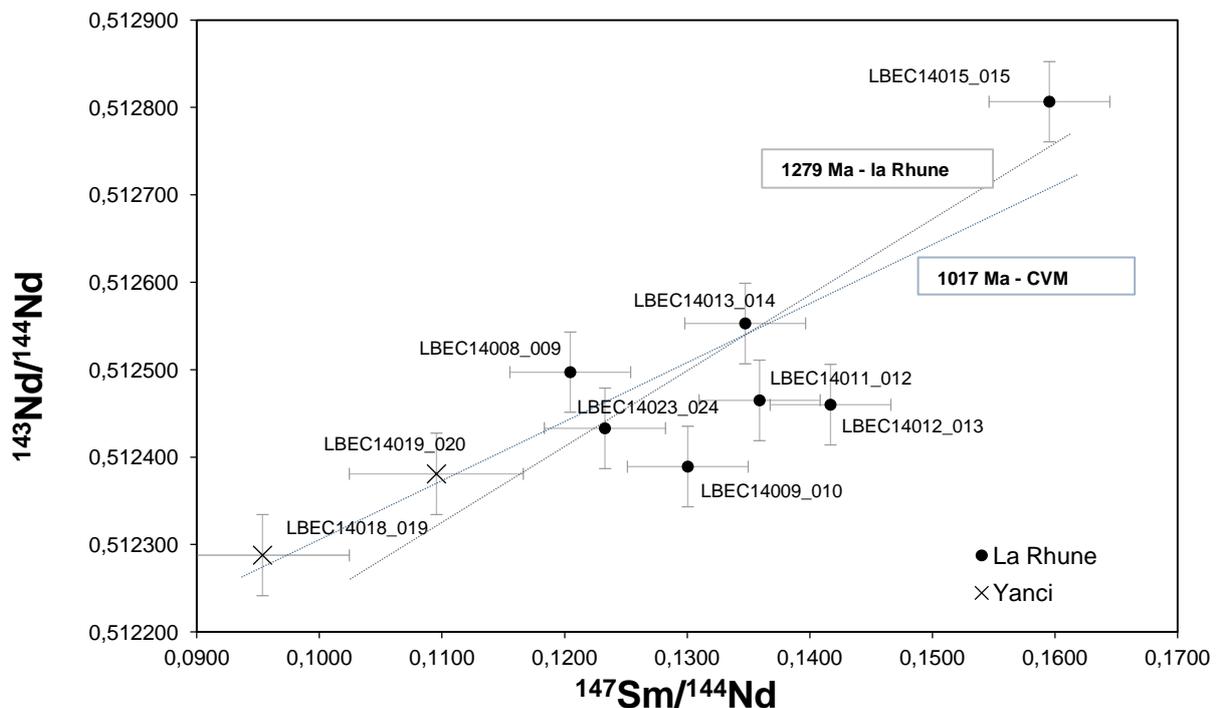


Figure 17 : Graphique  $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$  vs.  $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$  sur roche totale des basaltes de la Rhune et de Yanci-Arantza. Les barres d'erreurs sont de  $2\sigma$ . Les points noirs correspondent aux basaltes de la Rhune et les croix aux basaltes de Yanci-Arantza. La droite en gris correspond à l'isochrone obtenue pour les basaltes de la Rhune qui leur donne un âge de 1279 Ma. La droite en bleue représente l'isochrone obtenue en faisant l'hypothèse que Yanci-Arantza et la Rhune soient issus de la même source et donne un âge de 1017 Ma.

Les basaltes de la Rhune forment un agrégat de points qui rend difficile le traçage d'une isochrone (Fig. 17). Malgré cette mauvaise distribution des points, si une isochrone est tracée uniquement pour les basaltes de la Rhune, l'âge obtenu est d'environ 1279 Ma, ce qui est incompatible avec le contexte géologique connu. En supposant que les basaltes de la Rhune et Yanci-Arantza aient un âge et une source commune, une meilleure distribution des points permet de tracer une isochrone légèrement mieux contrainte. Cependant, l'âge obtenu

à 1017 Ma est de nouveau incompatible avec le contexte géologique connu. Cet âge beaucoup plus vieux que le contexte géodynamique connue pourrait provenir : (i) d'un processus de contamination crustale qui aurait pu modifier la signature initiale de la source mantellique ou (ii) de problèmes d'hétérogénéités de sources. En définitif, cette méthode de datation sur roche totale n'est donc pas adaptée à ses basaltes et une technique de datation plus appropriée devra être proposée.

## 5-Modèle de mélange et contexte géodynamique

Pour résumer, nous avons observé que les échantillons des roches basiques du Massif des Cinco Villas (MCV) se caractérisent par un remplissage de carbonates dans les vésicules, par une chloritisation importante et la carbonatation de l'olivine, par une perte au feu importante supérieure à 2%, par une distribution erratique des éléments les plus solubles dans les fluides. Ces caractéristiques impliquent que ces roches ont subi une circulation de fluides importante durant ou postérieurement à leur mise en place. Par conséquent, les concentrations initiales en éléments mobiles solubles dans les fluides ne peuvent plus être estimées. Ces éléments ne peuvent donc être utilisés pour la caractérisation chimique des sources de ces basaltes. Pour ce faire, il faut donc travailler avec les éléments non ou peu solubles dans les fluides, c'est-à-dire les REE, les HFSE et certains éléments sous leur forme oxydée ou réduite et immobiles. L'enrichissement continu depuis les HREE vers les LREE, indique que la source mantellique à l'origine de ces magmas est une source enrichie de type point-chaud (OIB) ou E-MORB (enriched-MORB), et non appauvrie de type N-MORB ou D-MORB (normal-MORB et Depleted MORB) (Figs 15 et 16). Les spectres de REE et étendus des basaltes de la Rhune sont parallèles entre eux, contrairement aux spectres de Yanci qui sont eux plus fractionnés et qui s'entrecroisent au niveau des HREE (Figs 15 et 16). Cette dernière tendance est couramment observée lorsque la source mantellique contient du grenat. Ce dernier a une forte affinité avec les HREE mais il a tendance à rester dans le résidu solide de la fusion ce qui a pour conséquence d'appauvrir le liquide de fusion en HREE par rapport aux LREE. Il est donc possible de proposer deux sources mantelliques pour les basaltes du Massif des Cinco Villas: (i) la fusion d'une source enrichie à grenat pour les basaltes de Yanci-Arantza et (ii) la fusion d'une source enrichie sans grenat pour les basaltes de la Rhune. Les spectres étendus des basaltes de la Rhune sont enrichis en éléments les plus incompatibles et présentent une anomalie positive en Zr et Hf (Fig. 16), ce qui est en accord avec une source enrichie montrée par les spectres de REE (Fig. 15). Ils montrent également une anomalie négative en Nb et Ta, qui peut-être la signature soit d'un apport crustal puisque ces éléments sont appauvris dans la croûte continentale ou soit une signature directe de la source (Fig. 16). Ceci est également cohérent avec l'étude pétrographique qui montre la présence de xénoctaux de quartz dans les basaltes du Massif de Cinco Villas (Fig. 12c). Les âges obtenus par la méthode isochrone Sm-Nd, incompatibles avec le contexte géologique local, témoignent quant à eux, soit d'une hétérogénéité de source ou soit d'une contamination crustale qui aurait pu perturber la signature isotopique des échantillons.

Afin de distinguer la signature géochimique de la source de celle de la croûte due à la contamination crustale qui a affecté ses échantillons, nous pouvons proposer plusieurs modèles de mélanges.

### 5.1 Modèles de mélange à deux termes – influence de la contamination crustale

A partir de l'analyse isotopique du Sm et Nd, Gisbert *et al.* (1994) proposent que le 1<sup>er</sup> cycle magmatique post-varisque résulte du mélange entre des liquides peralumineux issus de la fusion de la croûte continentale et d'un liquide basaltique dont l'origine, mantellique, reste mal connue. Afin d'identifier la source du liquide basaltique mise en jeu, et de connaître la part de croûte assimilée dans les roches volcaniques des Pyrénées, un premier modèle de mélange à deux termes a été réalisé (Fig. 18). Ces deux termes se composent 1- d'un liquide basaltique issu de la fusion partielle d'une source mantellique appauvrie représentatifs du manteau asthénosphérique convectif (manteau source des MORB) ou enrichie (manteau source des OIB ou E-MORB) et 2) d'un liquide peralumineux représentant le pôle crustale (la fusion de la croûte continentale génère des liquides peralumineux comme les rhyolites peralumineuses).

Le modèle (Fig. 18) est représenté dans un diagramme  $Ta/U$  vs  $SiO_2$  car le rapport  $Ta/U$  ces éléments sont tous deux identiquement incompatibles et leur rapport n'est donc pas affecté par les processus de fusion partielle ou de cristallisation fractionnée. Le rapport des liquides de fusion est donc constant et reflète celui de la source mantellique. De plus, comme la croûte continentale est appauvrie en Ta contrairement au manteau, c'est pourquoi le rapport  $Ta/U$  permet de différencier une source crustale ( $Ta/U < 1$ ), d'une source mantellique ( $Ta/U > 1$ ). En effet, les liquides basaltiques de type point chaud ou MORB, issus de la fusion du manteau, sont caractérisés par un rapport  $Ta/U$  élevé compris entre 1 et 3 et se distinguent nettement des liquides crustaux qui ont un rapport  $Ta/U$  inférieur à l'unité allant de 0,25 à 0,75. La silice est utilisée comme marqueur de différenciation des roches, même si une légère mobilité de cet élément a été mise en évidence plus haut.

Au premier ordre (Fig. 18), nous observons que les magmas du premier et du second cycle dessinent une tendance de mélange entre un pôle liquide basaltique enrichi, typique d'un point chaud (Ségard, 2013) et un pôle liquide crustal représenté par les rhyolites peralumineuses. Ces roches différenciées (dacites, rhyolites), sont plus proches du pôle crustal que les basaltes du second cycle, et présentent les mêmes rapports  $Ta/U$  que la croûte (0,25 à 0,75). L'identification d'une source mantellique enrichie est ainsi cohérente avec les spectres de REE et les spectres étendus des basaltes de la Rhune et Yanci-Arantza. Les magmas du second cycle montrent des teneurs en silice plus faibles, car moins différenciées et des rapports  $Ta/U$  de 0,5 à 2,5, ce qui signifie une influence crustale plus importante pour le premier cycle magmatique que pour le second (e.g. Bixel, 1984 ; Cabanis et Le Fur-Balouet, 1989 ; Innocent *et al.*, 1994 ; Lago *et al.*, 2004), la contamination crustale serait responsable des anomalies en Nb et Ta présentes dans les spectres étendus (Fig. 16).

Cependant la quantification du mélange magmatique (Fig. 18) montre que les andésites du premier cycle, devrait résulter d'un mélange entre un liquide basaltique avec 30 à 80% d'un liquide crustal. Mais comme, les contrastes de température et de viscosité entre ces deux magmas sont très importants, un mélange parfait entre ces liquides est difficilement à réalisable, de ce fait un mélange imparfait devrait laisser apparaître des caractéristique pétrographiques particulières comme la présence d'enclaves, ce qui n'est pas le cas pour ces laves. En effet, de rares cristaux de quartz corrodés ont été observées en lames minces (e.g. Bixel, 1984 ; Lago *et al.*, 2004).

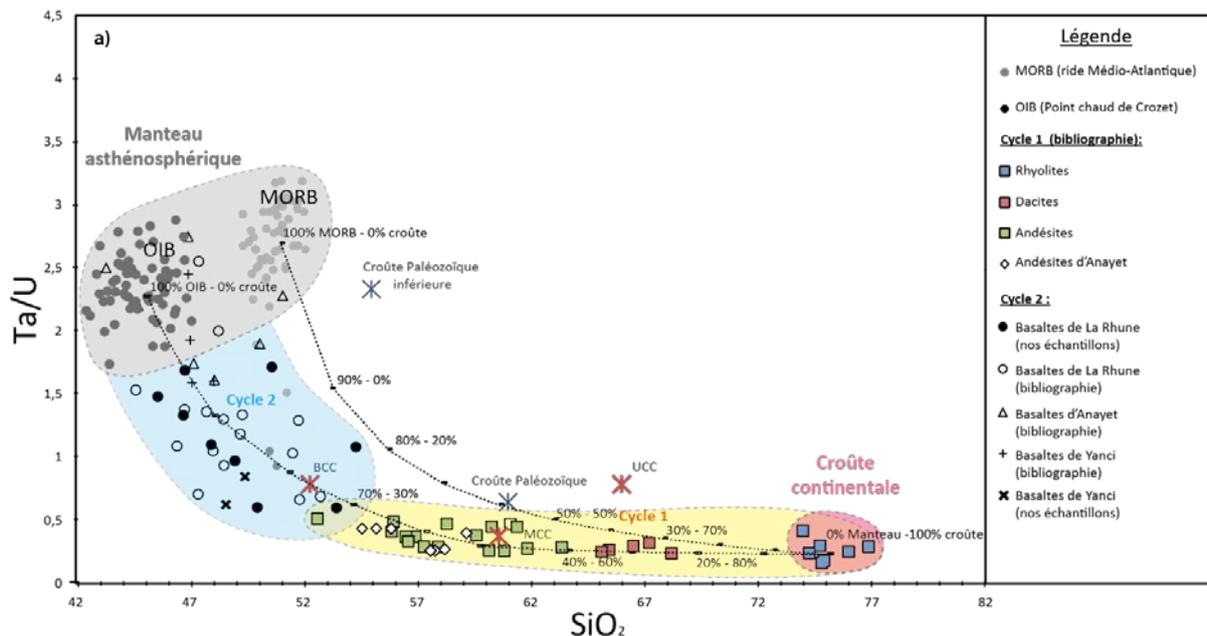


Figure 18 : Diagramme Ta/U vs. SiO<sub>2</sub> représentant les courbes de mélanges entre des liquides basaltiques issus de la fusion partielle du manteau (OIB et MORB) et de liquides acides hyper-alumineux issus de la fusion partielle de la croûte continentale supérieure. Les basaltes de type MORB sont représentés par les basaltes de la ride médio-océanique Atlantique (<http://www.earthchem.org/petdb>) et les basaltes de point chaud par les basaltes de Crozet (Ségard, 2012). Les données sur les roches du premier cycle sont celles de la Sierra del Cadi, d'Ossau et du Pont de Suert publiées par Innocent *et al.*, (1994), Lago *et al.*, (2004), Cabanis *et Le Fur-Balouet* (1989) et de Gisbert *et al.*(1994). Les données sur le second cycle sont celles de Lago *et al.* (2004), Cabanis *et Le Fur-Balouet* (1989), Innocent *et al.* (1994), Lasheras Adot *et al.* (1999a,b,c) et celles apportées par cette étude pour les basaltes de Yanci et la Rhune (Massif des Cinco Villas, Pays-Basque). Les données sur les basaltes d'Anayet sont celles d'Innocent *et al.* (1994), Lasheras Adot *et al.*, (1999a,b,c), Cabanis *et Le Fur-Balouet* (1989) et Lago *et al.* (2004). Les données sur la croûte continentale inférieure (BCC), supérieure (UCC), moyenne (MCC) et Paléozoïque sont celles de Rudnick *et Fountain* (1995).

En conclusion de ce premier modèle, l'assimilation de la croûte ou de liquides crustaux ne peut donc pas, à elle seule, être responsable de l'anomalie en Nb et Ta des spectres des roches basiques du Massif des Cinco Villas. Le modèle de mélange entre une source mantellique et une source crustale ne permet pas d'expliquer la signature géochimique des roches volcaniques fin Paléozoïque, un modèle avec au moins trois composants doit donc être proposé.

## 5.2 Mélange à trois composants – Influence des hétérogénéités de source

Le diagramme  $Ta/U$  vs.  $Th/U$  (Fig. 19) permet de distinguer les pôles mantelliques asthénosphériques, du pôle crustal (rhyolites hyper-alumineuses du cycle 1). Le Th et U étant deux éléments de même incompatibilité, leur rapport ne fractionne pas pendant les processus de fusion partielle ou de cristallisation fractionnée et nous permet d'identifier directement les sources. De même, le Ta et l'U ont quasiment la même incompatibilité et donc leur rapport n'est également pas affecté par les processus pétrogénétiques. Enfin, la croûte continentale possédant une anomalie négative en Nb et Ta, le rapport  $Ta/U$  permet de bien discriminer un pôle crustal d'un pôle mantellique. En effet, la croûte continentale moyenne (Rudnick and Fountain, 1995) présente un rapport  $Th/U$  compris entre 4 et 7, et un rapport  $Ta/Th$  faible de 0,25 à 0,75, ce qui correspond bien au domaine des rhyolites hyper-alumineuses. En revanche, les liquides mantelliques asthénosphériques présentent un rapport  $Th/U$  variant de 2 à 5, avec un rapport  $Ta/Th$  élevé de 2 à 4.

Nous pouvons observer que les roches du premier et second cycle ne s'alignent pas sur une droite de mélange reliant les liquides mantelliques asthénosphériques et les rhyolites peralumineuses (croûte continentale) (Fig. 19). Elles dessinent deux tendances distinctes qui convergent vers un troisième pôle qui montre un rapport  $Th/U$ , proche de 7 bien plus élevé que celui du manteau, et un rapport  $Ta/U$  faible, légèrement plus élevé que la croûte continentale, compris entre 0.5 et 1. Cela démontre donc que l'anomalie en Nb et Ta n'est pas uniquement liée à de la contamination crustale mais également à une hétérogénéité de sources.

Le premier cycle, représenté par les andésites, les dacites et les rhyolites peralumineuses, montre des rapports  $Ta/U$  faibles d'environ 0,5, caractéristiques de la croûte continentale, avec de fortes variations du rapport  $Th/U$ . Il est compris entre 2 et 5 pour les andésites, dacites et rhyolites d'Ossau, de Pont de Suert et de la Sierra de Cadi. Il est plus élevé pour les andésites d'Anayet qui montrent un rapport  $Th/U$  de 5 à 7. Le second cycle représenté par les basaltes du Massif des Cinco Villas et d'Anayet donne une tendance plus dispersée. Celle-ci s'étend entre un pôle mantellique asthénosphérique dont les rapports  $Th/U$  et  $Ta/U$  sont d'environ 3,5 et 3 et le troisième pôle, à très fort rapport  $Th/U$  ( $\sim 7$ ) et au rapport  $Ta/U$  plutôt faible ( $\sim 0,5$  à 1).

Les roches basiques du Massif des Cinco Villa seraient donc le résultat du mélange entre ces deux pôles. De plus, la dispersion observée dans cette tendance pourrait s'expliquer par l'assimilation crustale qui peut générer des variations dans la composition chimique des roches basiques du 1<sup>er</sup> cycle et ainsi un décalage de part et d'autre de la courbe de mélange. D'après Innocent *et al.* (1994), ce pôle pourrait être le Manteau Lithosphérique Sous-Continental (MSLC) qui serait représenté par les andésites d'Anayet. Ainsi, les basaltes du Massif des Cinco Villas seraient alors le résultat d'un mélange entre des liquides basaltiques issus de la fusion du manteau asthénosphérique et de la fusion du MLSC, les basaltes de Yanci-Arantza étant à la jonction entre les deux tendances dessinées par le cycle 1 et le cycle 2 (Fig. 19), ils peuvent être considérés comme étant le produit de fusion direct du MLSC.

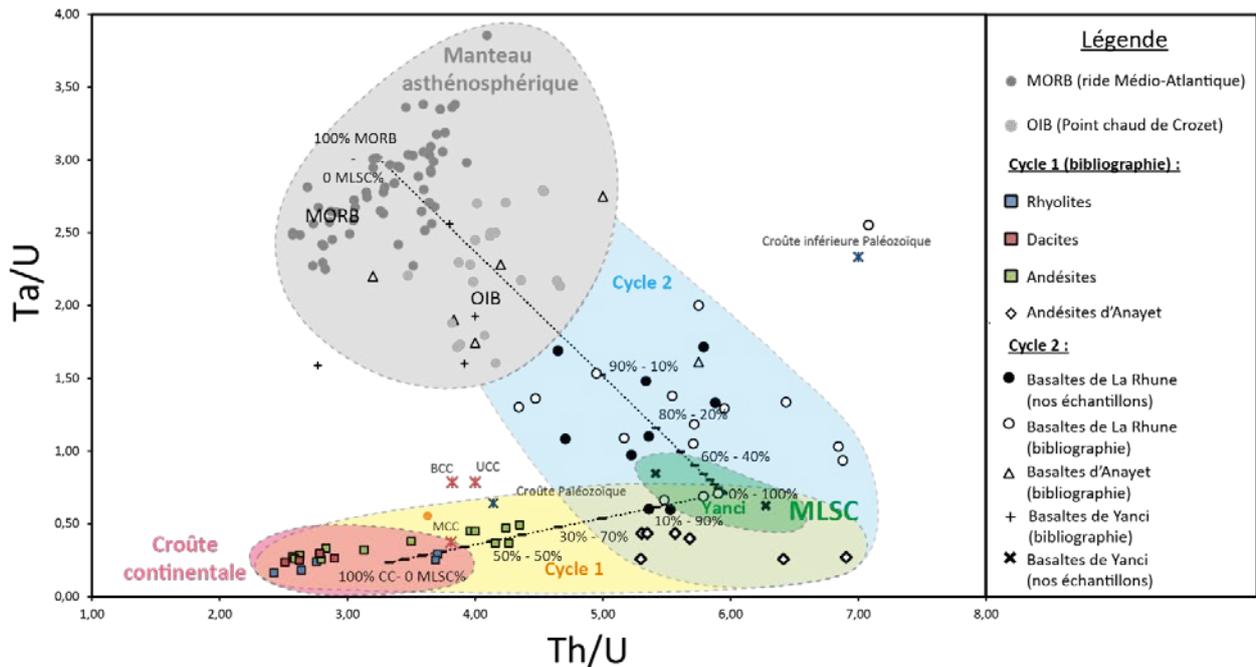


Figure 19 1: Diagramme Ta/U vs. Th/U des roches volcaniques fin Paléozoïque des Pyrénées. Les basaltes de type MORB sont représentés par les basaltes de la ride médio-océanique Atlantique (<http://www.earthchem.org/petdb>) et les basaltes de point chaud par les basaltes de Crozet (Ségar, 2013). Les données sur les roches du premier cycle sont celles de la Sierra del Cadi, d'Ossau et du Pont de Suert publiées par Innocent et al., (1994), Lago et al., (2004), Cabanis and Le Fur-Balouet (1989) et de Gisbert et al. (1994). Les données sur le second cycle sont celles de Lago et al. (2004), Cabanis and Le fur-Balouet (1989), Innocent et al. (1994), Lasheras Adot et al. (1999a,b,c) et celles apportées par cette étude pour les basaltes de Yanci et la Rhune (Massif des Cinco Villas, Pays-Basque). Les données sur les basaltes d'Anayet sont celles d'Innocent et al. (1994), Lasheras Adot et al., (1999a,b,c), Cabanis and Le Fur-Balouet (1989) et Lago et al. (2004). Les données sur la croûte continentale inférieure (BCC), supérieure (UCC), moyenne (MCC) et Paléozoïque sont celles de Rudnick and Fountain (1995).

## 5.2 Mélange à trois composants – Influence de la nature de la source

Les compositions isotopiques en éléments radiogéniques sont également utilisées pour le traçage de sources. Le rapport  $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$  a donc été utilisé afin de contraindre le modèle précédent avec des données isotopiques. Pour cela, le diagramme  $\epsilon\text{Nd}$  vs.  $\text{Th}/\text{U}$  est proposé car ce rapport dépend uniquement de la nature de la source (Fig. 20). Nous pouvons observer que le premier cycle présente des  $\epsilon\text{Nd}$  négatifs compris entre -10 et -17 et des rapports  $\text{Th}/\text{U}$  de 0,5 à 7,5, le second cycle présente des  $\epsilon\text{Nd}$  plus radiogéniques, compris entre -10 et 2 et des rapports  $\text{Th}/\text{U}$  particulièrement élevés allant de 2 à 6. Ces deux tendances, comme pour les rapports en éléments en traces, convergent vers un pôle commun présentant des rapports  $\text{Th}/\text{U}$  proche de 7 et un  $\epsilon\text{Nd}$  de -10. Les roches du premier cycle présentent des  $\epsilon\text{Nd}$  relativement constants et proches de -10 qui sont cohérents avec des signatures isotopiques de croûte continentale. Nos données  $\epsilon\text{Nd}$  sont compatibles avec le modèle de Gisbert *et al.* (1994) qui proposent que les roches du premier cycle proviennent de liquides issus de la fusion de la croûte continentale. Les andésites et les dacites ont des rapports  $\text{Th}/\text{U}$  inférieurs à l'unité et se distinguent des rhyolites hyper-alumineuses qui ont un fort rapport  $\text{Th}/\text{U}$  variant de 2,5 à 8. Les andésites et les dacites ne se superposent pas au modèle de mélange entre les

rhyolites peralumineuses et les basaltes de Yanci-Arantza – pôle commun aux deux cycles – ce qui ne permet pas de considérer les andésites comme résultant d’un mélange magmatique entre ces deux pôles (Fig. 20). Les rapports isotopiques n’étant pas influencés par les processus de fusion partielle ou de cristallisation fractionnée, deux roches de lithologie différente issues de la même source auront donc le même rapport isotopique initial. Les andésites, les dacites et les rhyolites ayant des  $\epsilon Nd$  équivalents ( $> -10$ ), il est donc possible que les rhyolites soient des termes plus différenciés issues de la même source que les andésites, ces dernières pouvant se former par la fusion de la croûte inférieure granulitique. Le caractère peralumineux de ces roches déterminé par leur teneur en grenat almandin (Gisbert *et al.*, 1994) est donc cohérent avec cette hypothèse.

Les roches du second cycle (basaltes de Yanci-Arantza, la Rhune et Anayet) (Fig 20) se superposent à une courbe de mélange faisant intervenir une source mantellique appauvrie (DMM, source des MORB) et le terme extrême défini par les basaltes de Yanci-Arantza. D’après ce modèle, les basaltes ayant un rapport  $Th/U$  supérieur à 4 sont contaminés avec moins d’1 % de manteau sous-continental. Pour un rapport  $Th/U$  supérieur à 5, les basaltes de la Rhune et Anayet présentent la même signature isotopique que les basaltes de Yanci-Arantza dès qu’ils sont mélangés avec plus de 2% de manteau sous-continental.

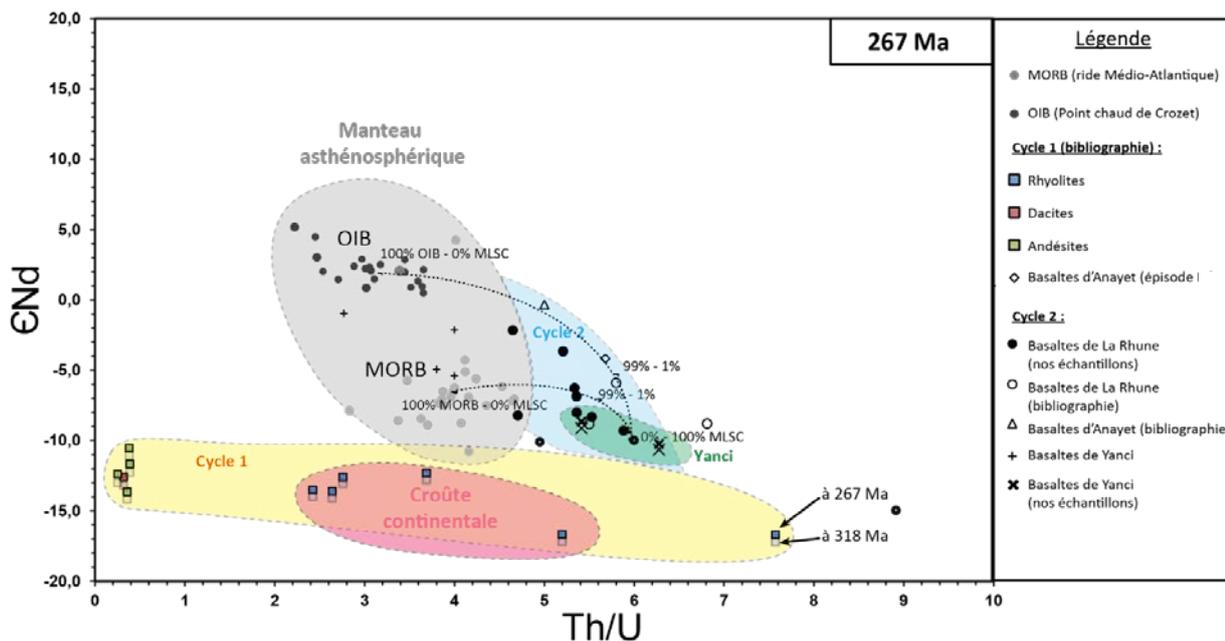


Figure 20 : Diagramme  $\epsilon Nd$  vs.  $Th/U$  des roches volcaniques fin Paléozoïque des Pyrénées. Le premier cycle est représenté par les rhyolites, dacites et andésites d'Ossau et de la Sierra del Cadi (Innocent *et al.*, 1994 ; Gisbert *et al.*, 1994) et le cycle 2 par les basaltes du Massif des Cinco Villas et d'Anayet et le pluton d'Aya (Innocent *et al.*, 1994 ; Denèle *et al.*, 2012 et cette étude). La valeur du CHUR utilisée est 0,512638 (De Paolo and Wasserburg, 1976). Les  $\epsilon Nd$  ont été calculés pour un âge de 267 Ma, âge du pluton d'Aya qui montrent de fortes similitudes avec les basaltes de la Rhune et qui sont associés au même cycle (Denèle *et al.*, 2012). Les roches du cycle 1 s'étant mises en place entre 320 et 275 Ma (Gisbert *et al.*, 1994 ; Briquieu and Innocent, 1993), les  $\epsilon Nd$  ont été recalculés pour un âge moyen de 310 Ma. B) Détail de la courbe de mélange entre les deux termes extrêmes : liquide mantellique appauvri (Deep Depleted Mantle de Workman and Hart, 2005) et manteau lithosphérique sous continental (basaltes de Yanci). Les liquides issus de la fusion du manteau sont représentés par les basaltes de la ride Médio-atlantique (N-MORB, E-MORB et D-MORB-<http://www.earthchem.org/petdb>) et par le point Chaud de Crozet (Ségar, 2013).

## 6-Discussion

Les modèles de mélange précédent (e.g. Innocent *et al.*, 1994 ; Gisbert *et al.* (1994) été basé uniquement sur les signatures isotopiques en Nd et Sr des roches volcaniques du 1<sup>er</sup> et 2<sup>nd</sup> cycle des Pyrénées sans prendre en compte les données des éléments trace. Si nous faisons l'hypothèse que les roches basiques de Yanci-Arantza représentent le Manteau Lithosphérique Sous Continental à la fin du Paléozoïque, alors ce dernier correspondrait à une source fortement appauvrie en Nb-Ta. Ce MLSC montre par compte un rapport  $Th/U$  très élevé, proche de 7, un rapport  $Ta/U$  faible allant de 0,5 à 1, comparable à celui de la croûte continentale, et un  $\epsilon Nd$  de -10, à 267 Ma. Innocent *et al.* (1994) considèrent que la composition de ce MLSC est représentée par les andésites d'Anayet. Ces dernières présentent des spectres de terres rares et étendus similaires à ceux des basaltes du Pays-Basque avec une anomalie en Nb-Ta marquée. De plus, les rapports  $Th/U$  et  $Ta/U$  des andésites d'Anayet sont du même ordre de grandeur avec un rapport  $Th/U$  de 5,5 et un rapport  $Ta/U$  de 0,4, ce qui est en accord avec les basaltes de Yanci. Cependant, pour un âge de 267 Ma, leur MLSC donne un  $\epsilon Nd$  de -4 donc, moins radiogénique. Le modèle d'Innocent *et al.* (1994) fait appel à un contexte tectonique extensif pour expliquer les deux grands cycles magmatiques des Pyrénées. Celui-ci aurait mené à la remontée de l'asthénosphère, laquelle aurait provoqué (i) l'anatexie de la croûte d'où provient le premier cycle magmatique entre 310 et 275 Ma, et (ii) la fusion du manteau lithosphérique sous continental, jusqu'à sa disparition totale au cours de l'extension entre 275 et 250 Ma.

Les modèles de mélange présentés dans cette étude suggèrent le même scénario, avec l'anatexie crustale représentée par les andésites, dacites et rhyolites du 1<sup>er</sup> cycle. Cependant, les andésites du cycle 1 ne sont pas interprétées comme résultant du mélange entre un liquide issu de la fusion de la croûte supérieure et un liquide mantellique puisque ces deux liquides présentent un trop grand contraste de viscosité et de température. Sachant que la fusion de la croûte inférieure granulitique peut générer des andésites, il est donc envisageable que les andésites du cycle 1 résultent de la fusion de la croûte inférieure et les rhyolites peralumineuses de la croûte supérieure. Les courbes de mélange tracées à partir des rapports d'éléments en trace sont en accord avec l'interprétation d'un second cycle résultant d'un mélange entre un liquide basaltique issu du Manteau Lithosphérique Sous Continental et du Manteau Asthénosphérique Convectif, source des MORB et OIB. Les modèles ont montré que les basaltes du Massif des Cinco Villa étaient des termes intermédiaires entre les liquides de fusion issus de ces deux manteaux. Cela signifierait donc qu'au moment de leur mise en place, l'épaisseur du manteau lithosphérique était suffisante pour contaminer les liquides basaltiques asthénosphériques, ceci impliquant une extension crustale modérée à la fin du Paléozoïque.

Enfin, la signature géochimique préservée dans les roches basiques du Massif des Cinco Villa et d'Anayet présente des similitudes avec le Manteau Lithosphérique Sous Continental métasomatisé par des fluides de subduction (Downes *et al.*, 2003). D'autres études sur le MLSC, réalisées sur des roches basiques du même âge, dans divers endroits de la chaîne varisque indique des magmas alcalins provenant d'une source enrichie

similaire à celle des OIB et des E-MORB, avec une anomalie négative atypique en Nb-Ta, très marquée ainsi que de la fusion du MLSC préalablement enrichi par des fluides de subduction (e.g. Gutiérrez-Alonso *et al.*, 2011 ; Perini *et al.*, 2004).

## 7-Conclusion

Notre travail a permis de confirmer que le magmatisme post-varisque du Massif des Cinco Villas (Pays-Basque) est de nature basique et montre un caractère intrusif clair et exclusif, aussi bien au niveau des affleurements (sill, dyke, bordures figées, interpénétration des magmas et de l'encaissant) que des analyses pétrographiques (textures intergranulaire à sub-ophitique couramment observées dans les intrusions magmatiques). Ce constat implique donc que ces roches basiques ne peuvent pas être utilisées comme des marqueurs stratigraphiques comme elles le sont actuellement.

Les observations pétrographiques et géochimiques montrent une altération importante provoquée par une circulation de fluides (chloritisation, carbonatation, perte au feu >2%, distribution erratiques des éléments solubles) et une importante contamination crustale (xénocristaux de quartz, enclaves de l'encaissant Permien). Les analyses en éléments majeurs et traces non solubles dans les fluides, donc pas ou peu mobilisables (REE, HFSE, U<sup>4+</sup>) montrent que les sources mantelliques à l'origine des roches basiques de la Rhune et Yanci sont toutes les deux enrichies avec une signature crustale marquée par une anomalie négative en Nb-Ta, et la présence de grenat pour les basaltes de Yanci-Arantza. Les modèles de mélanges magmatiques à deux et trois composants ont montré que la signature crustale des roches basiques du Massif de Cinco Villas ne peut être uniquement due à de la contamination crustale. Ces roches sont plutôt le produit de fusion du manteau lithosphérique sous-continentale (MLSC), avec une contribution variable du manteau asthénosphérique, source des MORB et OIB. Le MLSC, représenté par les roches basiques de Yanci dans notre étude, a permis de contraindre la composition chimique de ce manteau. Ce manteau correspond à une source enrichie avec un fort rapport  $Th/U > 6$ , une signature crustale marquée par des anomalies en Nb-Ta et un rapport  $Ta/U$  faible compris entre 0,5 et 1, ainsi qu'un  $\epsilon Nd$  proche de -10, à 267 Ma. Contamination crustale et hétérogénéités des sources sont à l'origine de l'impossibilité de proposer un âge sur roche totale par la méthode Sm-Nd.

Un fait marquant, d'un point de vue pétrologique et aussi d'un point de vue géochimique (voir Annexe 1) les basaltes de la Rhune se rapproche fortement du magmatisme doléritique du Trias (e.g. Rossi *et al.*, 2003) ce qui renforce 1- la nécessité de proposer un âge absolu pour les roches magmatiques du Massif des Cinco Villas, 2- de proposer des âges systématiques pour les ophites et 3- de poursuivre l'analyse géochimique sur les roches magmatiques pour affiner le lien de parenté entre les différentes séries magmatiques post-varisques.

## 8-Références bibliographiques

- Averbuch, O., & Piromallo, C. (2012). Is there a remnant Variscan subducted slab in the mantle beneath the Paris basin? Implications for the late Variscan lithospheric delamination process and the Paris basin formation. *Tectonophysics*, 558, 70-83.
- Bates, 1989 ; Palaeomagnetic evidence for rotations and deformation in the Nogueras Zone, Central Southern Pyrenees, Spain. *Journal of the Geological Society*, 146(3), 459-476.
- Bixel, F. (1984). Le magmatisme stéphano-permien des Pyrénées. *Thesis, Université de Toulouse*.
- Bixel, F., & Lucas, C. (1983). Magmatisme, tectonique et sédimentation dans les fossés stéphano-permiens des Pyrénées occidentales. *Revue de géologie dynamique et de géographie physique*, 24(4), 329-342.
- Bixel, F., & Lucas, C. (1987). Approche géodynamique du Permien et du Trias des Pyrénées dans le cadre du Sud-Ouest Europeen. *Journal of Iberian geology*, (11), 57-82.
- Briqueu, L., & Innocent, C. (1993). U-Pb dating and Sr and Nd isotope characteristics of Permian volcanism in the western Pyrenees; the Ossau and Anayet massif. *CR Acad. Sci. Paris*, 319, 623-628.
- Cabanis, B & Le Fur-Balouet, S. (1989). Les magmatismes stéphano-permiens des Pyrénées marqueurs de l'évolution géodynamique de la chaîne : apport de la géochimie des éléments en traces. *Bulletin des Centres de Recherches Exploration – Production Elf-Aquitaine*, 13, 105-130.
- Cogné, J. P. (1987). Paleomagnetic direction obtained by strain removal in the Pyrenean Permian redbeds at the “Col du Somport”(France). *Earth and planetary science letters*, 85(1), 162-172.
- Cotten, J., Le Dez, A., Bau, M., Caroff, M., Maury, R. C., Dulski, P., ... & Brousse, R. (1995). Origin of anomalous rare-earth element and yttrium enrichments in subaerially exposed basalts: evidence from French Polynesia. *Chemical Geology*, 119(1), 115-138.
- Denèle, Y., Paquette, J. L., Olivier, P., & Barbey, P. (2012). Permian granites in the Pyrenees: the Aya pluton (Basque Country). *Terra Nova*, 24(2), 105-113.
- DePaolo, D. J., & Wasserburg, G. J. (1976). Inferences about magma sources and mantle structure from variations of  $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ . *Geophysical Research Letters*, 3(12), 743-746.
- Doblas, M., Oyarzun, R., Lopez-Ruiz, J., Cebria, J. M., Youbi, N., Mahecha, V., ... & Cabanis, B. (1998). Permo-Carboniferous volcanism in Europe and northwest Africa: a superplume exhaust valve in the centre of Pangaea?. *Journal of African Earth Sciences*, 26(1), 89-99.
- Downes, H. (2001). Formation and modification of the shallow sub-continental lithospheric mantle: a review of geochemical evidence from ultramafic xenolith suites and tectonically emplaced ultramafic massifs of western and central Europe. *Journal of Petrology*, 42(1), 233-250.
- Féménias, O., Coussaert, N., Bingen, B., Whitehouse, M., Mercier, J. C. C., & Demaiffe, D. (2003). A Permian underplating event in late-to post-orogenic tectonic setting. Evidence from the mafic-ultramafic layered xenoliths from Beaunit (French Massif Central). *Chemical Geology*, 199(3), 293-315.
- Gilbert, J. S., Bickle, M. J., & Chapman, H. J. (1994). The origin of Pyrenean Hercynian volcanic rocks (France-Spain): REE and Sm/Nd isotope constraints. *Chemical geology*, 111(1), 207-226.
- Gutiérrez-Alonso, G., Murphy, J. B., Fernández-Suárez, J., Weil, A. B., Franco, M. P., & Gonzalo, J. C. (2011). Lithospheric delamination in the core of Pangea: Sm-Nd insights from the Iberian mantle. *Geology*, 39(2), 155-158.
- Heeremans, M., Timmerman, M. J., Kirstein, L. A., & Faleide, J. I. (2004). New constraints on the timing of late Carboniferous-early Permian volcanism in the central North Sea. *Geological Society, London, Special Publications*, 223(1), 177-193.
- Hoffmann, U., Breiter, C., Breiter, K., Sergeev, S., Stanek, K., & Tichomirowa, M. (2013). Carboniferous-Permian volcanic evolution in Central Europe—U/Pb ages of volcanic rocks in Saxony (Germany) and northern Bohemia (Czech Republic). *International Journal of Earth Sciences*, 102(1), 73-99.
- Innocent, C., Briqueu, L., & Cabanis, B. (1994). Sr-Nd isotope and trace-element geochemistry of late Variscan volcanism in the Pyrenees: Magmatism in post-orogenic extension?. *Tectonophysics*, 238(1), 161-181.

- Izquierdo-Llavall, E., Casas-Sainz, A., Oliva-Urcia, B., & Scholger, R. (2014). Palaeomagnetism and magnetic fabrics of the Late Palaeozoic volcanism in the Castejón-Laspaúles basin (Central Pyrenees). Implications for palaeoflow directions and basin configuration. *Geological Magazine*, 151(05), 777-797.
- Kroner, U., & Romer, R. L. (2013). Two plates—many subduction zones: the Variscan orogeny reconsidered. *Gondwana Research*, 24(1), 298-329.
- Lago, M., Arranz, E., Pocovi, A., Galé, C., & Gil-Imaz, A. (2004). Permian magmatism and basin dynamics in the southern Pyrenees: a record of the transition from late Variscan transtension to early Alpine extension. *Geological Society, London, Special Publications*, 223(1), 439-464.
- Lasheras Adot, E. L., San José, M. L., Bellés, J. G., & Yagüe, E. A. (1999a). Emplazamiento de sills y diques del Pérmico superior en el Macizo de Cinco Villas (Pirineo N avarro). *Geogaceta*, (25), 123-126.
- Lasheras Adot, E. L., San José, M. L., Bellés, J. G., & Yagüe, E. A. (1999b). Geoquímica del magmatismo, Pérmico superior, del Macizo de Cinco Villas (Pirineo Navarro). *Geogaceta*, (25), 119-122.
- Lasheras Adot, E. L., San José, M. L., Bellés, J. G., & Yagüe, E. A. (1999c). Petrología de diques doleríticos y basaltos, Pérmico superior, en el Macizo de Cinco Villas (Pirineo Navarro). *Geogaceta*, (25), 115-118.
- Martí, J. (1991). Caldera-like structures related to Permo-Carboniferous volcanism of the Catalan Pyrenees (NE Spain). *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 45(3), 173-186.
- Matte, P. (1986). Tectonics and plate tectonics model for the Variscan belt of Europe. *Tectonophysics*, 126(2), 329-374.
- Matte, P. (2001). The Variscan collage and orogeny (480–290 Ma) and the tectonic definition of the Armorica microplate: a review. *Terra nova*, 13(2), 122-128.
- Mikova, J., & Denkova, P. (2007). Modified chromatographic separation scheme for Sr and Nd isotope analysis in geological silicate samples. *Journal of Geosciences*, 52(3-4), 221-226.
- Neumann, E. R., Wilson, M., Heeremans, M., Spencer, E. A., Obst, K., Timmerman, M. J., & Kirstein, L. (2004). Carboniferous-Permian rifting and magmatism in southern Scandinavia, the North Sea and northern Germany: a review. *Geological Society, London, Special Publications*, 223(1), 11-40.
- Oliva-Urcia, B., Pueyo, E. L., Larrasoña, J. C., Casas, A. M., Román-Berdiel, T., Van der Voo, R., & Scholger, R. (2012). New and revisited paleomagnetic data from Permian–Triassic red beds: Two kinematic domains in the west-central Pyrenees. *Tectonophysics*, 522, 158-175.
- Perini, G., Cebria, J. M., López-Ruiz, J., & Doblas, M. (2004). Carboniferous-Permian mafic magmatism in the Variscan belt of Spain and France: implications for mantle sources. *Geological Society, London, Special Publications*, 223(1), 415-438.
- Pochat, S., Van Den Driessche, J. 2011. Filling sequence in Late Paleozoic continental basins: A chimera of climate change? A new light shed given by the Graissessac-Lodève basin. *Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.* 302: 170-186.
- Rudnick, R. L., & Fountain, D. M. (1995). Nature and composition of the continental crust: a lower crustal perspective. *Reviews of Gephysics-Richmond Virginia Then Washington-*, 33, 267-267.
- Rossi, P., Cocherie, A., Fanning, C. M., & Ternet, Y. (2003). Datation U/Pb sur zircons des dolérites tholéitiques pyrénéennes (ophites) à la limite Trias–Jurassique et relations avec les tufs volcaniques dits «infra-liasiques» nord-pyrénéens. *Comptes Rendus Geoscience*, 335(15), 1071-1080.
- Schott, J. J., & Peres, A. (1988). Paleomagnetism of Permo-Triassic red beds in the western Pyrenees: evidence for strong clockwise rotations of the Paleozoic units. *Tectonophysics*, 156(1), 75-88.
- Segard, M. (2013). Pétrogenèse des laves de l'île de la Possession (archipel de Crozet) et implications pour les hétérogénéités lithologiques des sources de points chauds (*Doctoral dissertation*, Université de Nantes).
- Soula, J. C., Lucas, C., & Bessiere, G. (1979). Genesis and evolution of Permian and Triassic basins in the Pyrenees by regional simple shear acting on older Variscan structures: field evidence and experimental models. *Tectonophysics*, 58(3), T1-T9.
- Sun, S. S., & McDonough, W. F. (1989). Chemical and isotopic systematics of oceanic basalts: implications for mantle composition and processes. *Geological Society, London, Special Publications*, 42(1), 313-345.

- Timmerman, M. J. (2004). Timing, geodynamic setting and character of Permo-Carboniferous magmatism in the foreland of the Variscan Orogen, NW Europe. *Geological Society, London, Special Publications*, 223(1), 41-74.
- Upton, B. G. J., Stephenson, D., Smedley, P. M., Wallis, S. M., & Fitton, J. G. (2004). Carboniferous and Permian magmatism in Scotland. *Geological Society, London, Special Publications*, 223(1), 195-218.
- Van Wees, J. D., Stephenson, R. A., Ziegler, P. A., Bayer, U., McCann, T., Dadlez, R., ... & Scheck, M. (2000). On the origin of the southern Permian Basin, Central Europe. *Marine and Petroleum Geology*, 17(1), 43-59.
- Wilson, M., Neumann, E. R., Davies, G. R., Timmerman, M. J., Heeremans, M., & Larsen, B. T. (2004). Permo-Carboniferous magmatism and rifting in Europe: introduction. *Geological Society, London, Special Publications*, 223(1), 1-10.
- Workman, R. K., & Hart, S. R. (2005). Major and trace element composition of the depleted MORB mantle (DMM). *Earth and Planetary Science Letters*, 231(1), 53-72.

## **ANNEXES 1 : Commentaires sur les ophites, comparaison avec les basaltes de la Rhune**

Trois ophites ont été échantillonnées au cours de la première mission de terrain (octobre 2014) : deux dans le massif d'Urdos (LBEC14003\_004 et LBEC14004\_005) et une dans le Massif d'Alcurrunz (LBEC14015\_016). Cet échantillonnage a permis d'en faire l'étude pétrographique et d'acquérir de nouvelles données géochimiques qui sont présentées dans ce chapitre. Ce jeu de données sera à compléter avec celui des ophites de Sare (LBEC15029\_020 et LBEC14030\_021), collectées lors de la seconde mission de terrain. Les ophites collectées sont de teinte grise à noire. Elles contiennent des macrocristaux noirs de clinopyroxène et montrent parfois un reflet verdâtre lié à leur altération, altération légère comparée aux basaltes de la Rhune et de Yanci-Arantza. Elles présentent une texture porphyrique avec 5 à 10 % de phénocristaux, compris dans une mésoastase microlitique. Les phénocristaux de clinopyroxène contiennent des microcristaux rectangulaires et trapus de plagioclase, ce qui est caractéristique des textures ophitiques (Fig 21). Leur minéralogie correspond à des basaltes (plagioclase, clinopyroxène). Leur mésostase est composée de microlites de plagioclases longs de 0,5 à 1 mm, soit 5 à 10 fois plus grands que ceux de la Rhune, de clinopyroxène en microcristaux (0,2-1 mm), d'oxydes, de chlorite due à l'altération du plagioclase. Les phénocristaux compris dans cette mésostase sont des clinopyroxène (augite) en macrocristaux (1-5 mm) et oxydes

### **Analyses en éléments majeurs et traces**

Dans la Table 3 sont reportées les concentrations en éléments majeurs et en éléments-traces. Les teneurs en SiO<sub>2</sub> des basaltes de la Rhune sont respectivement 50,98% et 49,91% en poids d'oxyde. Comme pour les basaltes de la Rhune et de Yanci-Arantza, leur composition en SiO<sub>2</sub> est en accord avec celle attendue pour des roches basiques. Les ophites présentent des pertes nulle pour les ophites d'Urdos et de 2,97%, pour Alcurrunz, cohérent avec l'étude pétrographique qui ne montre pas d'altération majeure (chloritisation, carbonatation, oxydation). Les spectres REE (Fig. 23) des ophites normalisés aux chondrites CI selon Sun et McDonough (1989) sont réguliers, lisses; il n'y a donc pas de fractionnement interne aux REE. Les spectres présentent un enrichissement continu depuis les HREE (e.g. Yb, Lu) jusqu'aux LREE (e.g. La, Ce), avec un enrichissement en La de 30 fois les valeurs des chondrites (Sun et McDonough, 1989). Les spectres en HREE sont assez plats avec des rapports Gd/Yb de 1,72 et 1,75 pour les ophites d'Urdos et d'Alcurrunz, respectivement. Les ophites ont un rapport Eu/Eu\* de 0,98 et 0,94, soit très proches de 1, donc aucune anomalie significative en europium, par opposition avec les basaltes de la Rhune et Yanci.

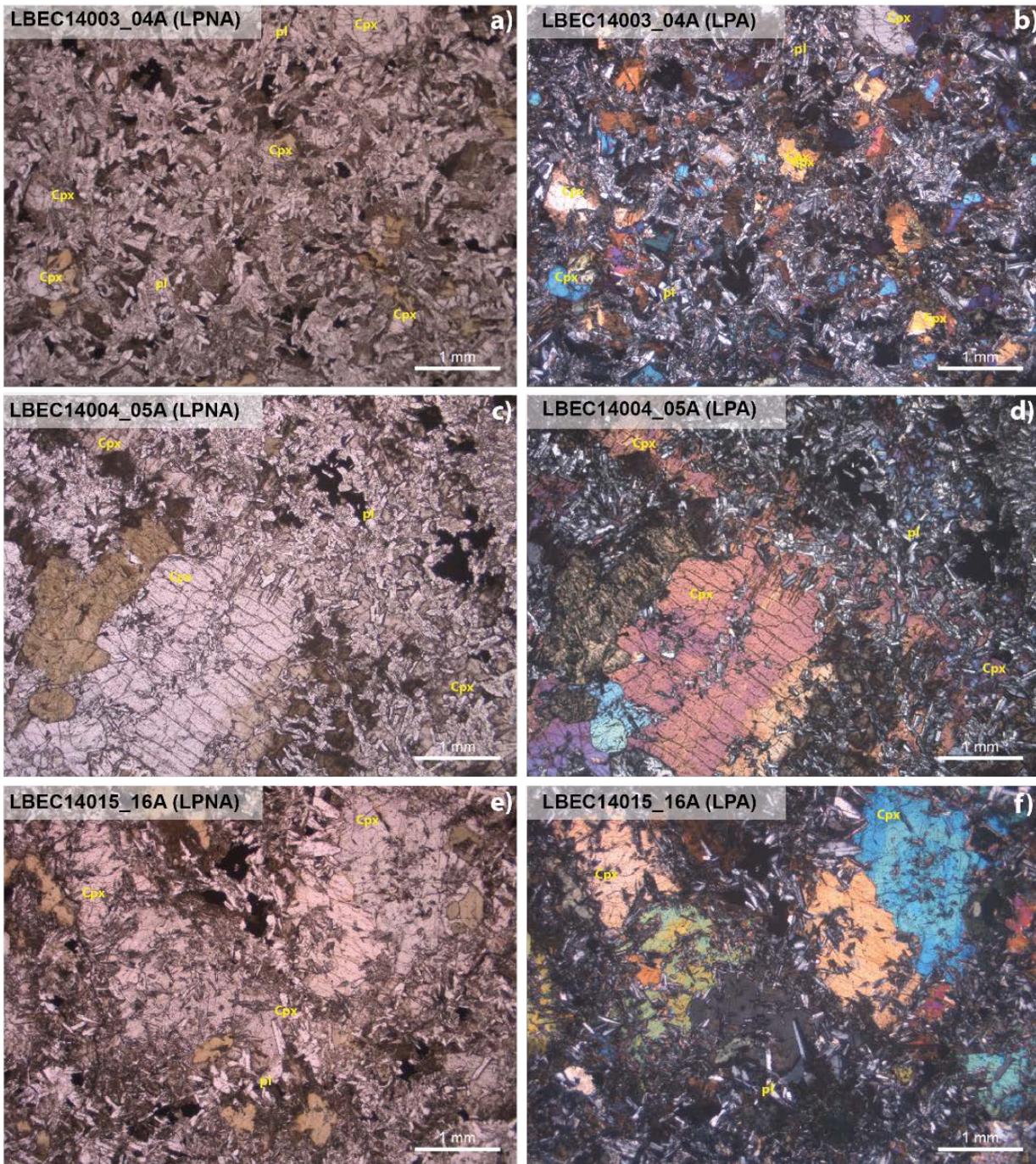


Figure 21: a) et b) Photographies en LPA et LPNA de l'échantillon LBEC14003\_04. b) et c) Photographies en LPA et LPNA de l'échantillon LBEC14004\_05. A noter que pour un même massif les phénocristaux de clinopyroxène peuvent être plurimillimétriques. Photographies en LPA et LPNA de l'échantillon LBEC14015\_16.

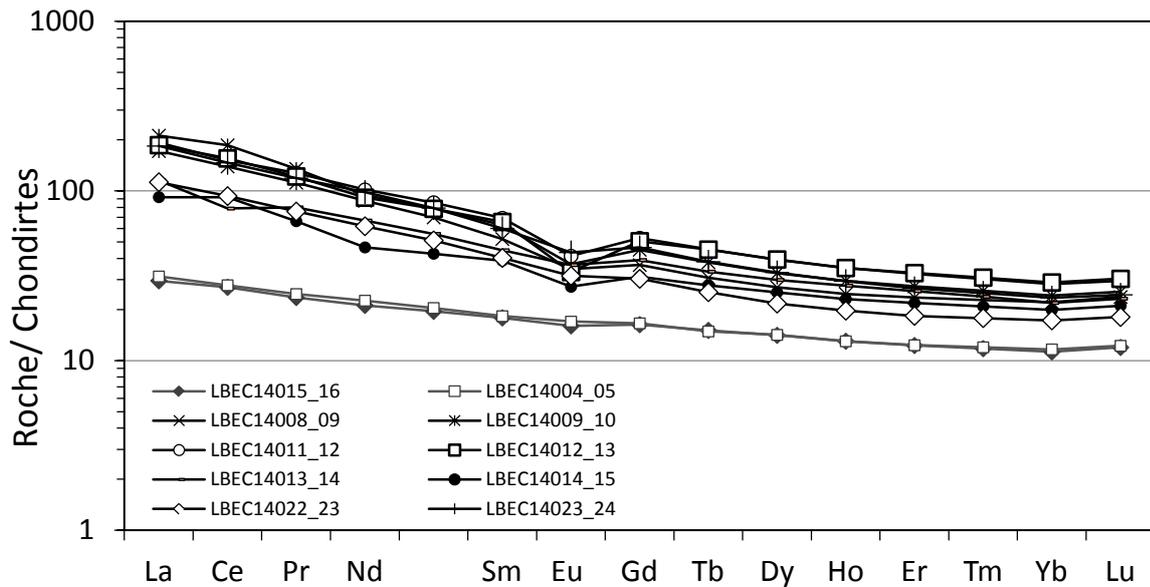


Figure 22 : Spectres de terres rares des basaltes de la Rhune (noir) et des ophiolites des Massifs d'Urdo et d'Alcurrunz normalisés aux chondrites de Sun et McDonough (1989).

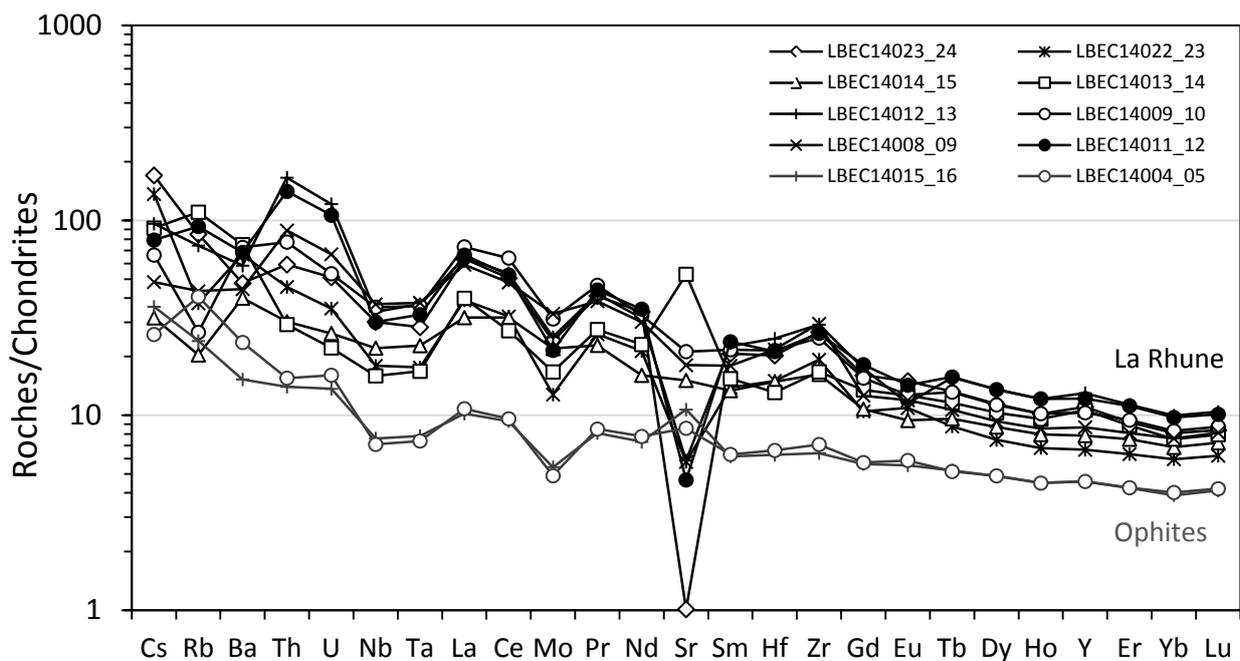


Figure 23 : Spectres de terres rares étendus des basaltes de la Rhune (noirs) et des ophiolites des Massifs d'Urdo et d'Alcurrunz normalisés au manteau primitif de Sun et McDonough (1989). Les éléments sont rangés par ordre d'incompatibilité décroissante de la gauche vers la droite

Les spectres étendus des ophiolites (Fig. 22) normalisés au manteau primitif selon Sun et McDonough (1989) montrent un enrichissement depuis les éléments les moins incompatibles (Yb, Lu) vers les éléments les plus incompatibles (LILE : Cs, Rb, Ba, Sr). Les ophiolites présentent des variations en éléments mobiles (LILE : Cs, Rb, Ba et Sr) qui sont solubles dans les fluides. Cette variation peut être due à l'altération ou à des circulations de fluides qui auraient mobilisé ces éléments, cependant peu visible d'un point de vue macroscopique. Les ophiolites présentent également une anomalie négative en Nb, Ta par rapports à leurs

éléments voisins, avec des rapports  $Ta/U$  de 0,90 à 1,12 ainsi qu'une légère anomalie positive en Zr et Hf par rapport au Gd et Sm, avec des rapports  $Zr/Sm$  de 1,12 et 1,04.

Les spectres de REE des ophites d'Urdos et d'Alcurrunz, montrent un enrichissement continu depuis les HREE vers les LREE, ce qui est caractéristique des magmas alcalins et indique que la source mantellique à l'origine de ces magmas est une source enrichie de type point-chaud ou E-MORB, et non appauvrie de type N-MORB ou D-MORB (Fig 21). Les spectres étendus des ophites d'Urdos et d'Alcurrunz montrent également une anomalie négative en Nb et Ta, atypique pour des magmas alcalins. Cette anomalie peut-être la signature d'un apport crustal puisque ces éléments sont appauvris dans la croûte continentale ou bien la signature de la source de ces magmas (Fig. 22).

### Comparaison avec les roches magmatiques de la Rhune

Les spectres de REE de la Rhune et les spectres des ophites d'Urdos et d'Alcurrunz montrent les mêmes tendances (Figs 21 et 22), avec :

- Un enrichissement continu en terres rares, caractéristique des magmas alcalins. Cependant, les spectres de la Rhune sont plus concentrés en éléments traces et plus fractionnés. En effet, les rapports  $La/Lu$  sont compris entre 4,39 et 8,37, pour les basaltes de la Rhune et sont respectivement de 2,57 et 2,48 pour les ophites d'Urdos et d'Alcurrunz. De plus, les spectres de REE et étendus sont parallèles entre eux.
- Une anomalie marquée en Nb-Ta. Les rapports  $Ta/U$  caractérisant la profondeur de cette anomalie est de 0,50 et 1,12 pour les ophites, soit du même ordre de grandeur que celle des basaltes de la Rhune dont les rapports  $Ta/U$  sont compris entre 0,60 et 1,69.
- Une légère anomalie en Zr et Hf. Le rapport  $Zr/Hf$  permettant de quantifier cette anomalie, montre de plus, que celle des ophites est du même ordre de grandeur que celle des basaltes de la Rhune. Les ophites présentent effectivement des rapports  $Zr/Sm$  de 1,12 et 1,04, et les basaltes de la Rhune des rapports  $Zr/Sm$  compris entre 1,08 et 1,64.

Les spectres des ophites semblent donc être la reproduction des spectres des basaltes de la Rhune mais moins fractionnés et moins concentrés en éléments traces. Ces similitudes mènent à penser que ces roches basiques partagent la même source, mais ayant subi des taux de fusion partielle différents. Cela implique que les ophites ont cristallisé à partir du mélange entre un liquide basaltique issu de la fusion du manteau asthénosphérique et lithosphérique sous-continentale. Dans ce cas, les magmas à partir desquels les ophites ont cristallisé, moins concentrées en éléments incompatibles (REE, LILE et HFSE), auraient été générés avec un plus fort taux de fusion partielle en comparaison à ceux de la Rhune. Cependant, le rapport  $Th/U$ , utilisé pour le traçage de source, est de 3,91 et de 4,15 pour les ophites d'Urdos et d'Alcurrunz. Leurs rapports  $Th/U$  sont donc proches de celui du manteau asthénosphérique dont le rapport est compris entre 2,5 et 4,5. Le rapport  $Th/U$  du manteau lithosphérique sous-continentale, proposé dans cette étude, étant supérieur à 6, si

les ophites résultent du mélange entre des liquides basaltiques issus de ces deux sources mantelliques, alors la proportion de liquide asthénosphérique serait majoritaire. Cela semble cohérent avec un contexte tectonique en extension, qui entraîne la remontée de l'asthénosphère, et qui est plus généralisé au cours du Mésozoïque. Enfin, les rapports  $Ta/U$  des ophites sont proches de ceux de la croûte continentale (0,25 à 0,75) avec des valeurs égales à 0,50 et 1,12, et sont cohérents avec un modèle de mélange entre plusieurs sources, puisque le rapport  $Ta/U$  des liquides basaltiques issus de la fusion de l'asthénosphère est compris entre 1,5 et 3,5.

*Table 3 : Données en éléments majeurs et éléments traces des ophites des Massif d'Urdos et d'Alcurnunz. Les concentrations en éléments majeurs (wt%) ont été mesurées par ICP-AES et les concentrations en éléments en trace (ppm) par ICP-MS. La localisation des échantillons se trouve dans la Fig. 2.*

Échantillon	Ophite d'Urdos	Ophite d'Alcurnunz
	LBEC14004_005	LBEC14015_016
Latitude	43°12'18,90"N	43°13'17,58"N
Longitude	01°19'53,94"O	01°29'18,60"O
SiO <sub>2</sub>	50,98	49,91
TiO <sub>2</sub>	0,95	0,97
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15,26	14,51
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (t)	10,86	10,30
MnO	0,18	0,17
MgO	6,83	7,29
CaO	11,69	11,35
Na <sub>2</sub> O	1,78	1,96
K <sub>2</sub> O	0,74	0,48
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,11	0,11
P.F	0,00	2,97
Total	99,38	100,02
Li	0,74	0,48
Be	0,11	0,11
Sc	36,34	39,69
V	253,49	277,13
Cr	166,49	211,55
Co	42,68	39,99
Ni	70,45	84,86
Cu	130,83	145,37
Zn	105,05	58,65
Ga	16,56	16,34
Rb	25,77	15,28
Sr	181,04	225,73
Y	20,83	20,81
Zr	79,34	71,62
Nb	5,06	5,43
Mo	0,31	0,34
Cs	0,83	1,15
Ba	165,28	106,79
La	7,43	7,01
Ce	17,03	16,56
Pr	2,35	2,24
Nd	10,55	9,89
Sm	2,80	2,73
Eu	0,99	0,93
Gd	3,41	3,35
Tb	0,56	0,56
Dy	3,60	3,58
Ho	0,74	0,74
Er	2,04	2,03
Yb	1,98	1,91
Lu	0,31	0,30
Hf	2,04	1,94
Ta	0,30	0,32
W	0,22	0,20
Tl	0,08	0,06
Pb	1,89	2,08
Th	1,32	1,19
U	0,34	0,29
Ta/U	0,90	1,12
Th/U	3,91	4,15

## **Annexe 2 : Protocole et méthode analytique utilisé pour l'acquisition de la concentration en éléments majeurs, traces et composition isotopique (Sm et Nd).**

Les analyses en éléments majeurs, en éléments trace et des isotopes du néodyme présentées dans ce rapport ont été effectuées sur 8 échantillons dont 6 provenant du Massif de la Rhune et 2 de Yanci (Fig. 2). Les analyses ont été réalisées sur les parties internes les plus fraîches des échantillons collectés. La pulvérisation des échantillons en poudre s'est faite par l'utilisation successive d'un broyeur à mâchoire, pour transformer la roche en granulats, puis d'un broyeur à bille d'agate pour le transformer en poudre fine.

### **Méthode analytique**

#### **Analyses des éléments majeurs (LPG Nantes)**

Le protocole analytique utilisé pour réaliser les analyses en éléments majeurs suit la méthode décrite par Cotten *et al.*, (1995). Une masse de 250 mg de poudre d'échantillon est dissoute dans des béchers en à l'aide d'un mélange d'acides composé d'1 ml d'acide nitrique HNO<sub>3</sub>-16N et de 3 ml d'acide fluorhydrique HF-23N. L'échantillon mis en solution est ensuite dilué 400 fois en ajoutant une solution de standard interne, composée de germanium (Ge) et de cobalt (Co), et en complétant à 100 g à l'aide d'une solution d'H<sub>3</sub>BO concentrée à 20 g/l. Cette dernière a pour fonction de neutraliser l'HF en excès et de dissoudre les éventuels fluorures qui peuvent précipiter. L'ajout de standard interne dans nos échantillons et roches standards nous permet de corriger de la dérive instrumentale au cours de la séance analytique. La solution finale prête pour analyse à une acidité de 1% et contient 3 ppm de cobalt et de germanium. Les solutions finales ont été analysées à l'aide d'un ICP-AES *Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry*. Deux blancs de chimie ont été réalisés pour évaluer la contamination apportée par les réactifs et l'ensemble de la procédure de chimie. Les concentrations en éléments majeurs ont été déterminées en établissant une droite d'étalonnage externe à partir des standards internationaux BE-N, BIR-1, BHVO-2, JB-2 et W-2a qui présentent une matrice proche de nos échantillons. Les résultats des échantillons analysés sont reportés dans la table 1.

#### **Analyses des éléments en trace (LPG Nantes)**

Une masse de 50 mg de poudre est attaquée dans des béchers en téflon de 7 ml, avec 1 ml d'HNO<sub>3</sub> et 14 gouttes (~ 0.5 ml) d'acide fluorhydrique HF-23N, portés à 120 °C pendant 12 heures. Les solutions sont ensuite évaporées à 110 °C jusqu'à obtention de résidus secs, puis repris à chaud avec 1 ml HNO<sub>3</sub>-16N, 12 heures à 110 °C. Une seconde étape d'évaporation est réalisée à 110°C, pendant 12 heures afin d'obtenir de nouveau un résidu sec. Le résidu est alors remis en solution avec 4 ml d'HNO<sub>3</sub> 4N dans les mêmes conditions que l'étape précédente (110 °C, pendant 12 heures). L'étape de dilution au 1/5000<sup>ème</sup> est réalisée dans des flacons de HDPE de 250 ml. La solution finale obtenue contient l'échantillon mis en solution dans 50 g de solution d'HNO<sub>3</sub> 5% contenant 50 ppb de germanium et 20 ppb de rhénium (Rh), d'indium (In) de thallium (Ta) et de bismuth (Bi), utilisés comme standards internes afin de corriger d'éventuels effets de matrice et de dérive instrumentale. La dilution s'achève par l'ajout d'eau ultra-pure dans chaque flacon afin

d'atteindre 250 mg de solution finale. Ainsi, chaque solution aura une acidité finale d'HNO<sub>3</sub> égale à 1% et des standards internes concentrés à 10 ppb pour le Ge et concentrés à 4 ppb pour le Rh, In, Ta et Bi. Les analyses en éléments traces de la solution finale ont été faites sur un ICP-MS quadripôle *Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometer*. Deux blancs de chimie ont également été faits afin de quantifier d'éventuelles contaminations extérieures liées aux réactifs ou à la manipulation elle-même. Un duplicat a également été effectué pour l'analyse en éléments en trace afin d'évaluer la reproductibilité des analyses. Celle-ci peut varier en fonction de l'homogénéité des poudres d'échantillons et de la procédure de chimie. La droite d'étalonnage a été établie en utilisant les standards internationaux BE-N, BHVO-2, DNC-1, W-2A, JB-2 et BIR-1a. Pour l'analyse des éléments en trace, un des isotopes de l'élément que l'on souhaite étudié est analysés au spectromètre. Les isotopes choisis sont ceux qui présentent de fortes abondances naturelles et qui interfèrent le moins avec le détecteur de l'ICP-MS. L'analyseur de l'ICP-MS étant fonction du rapport masse/charge, des interférences liées aux ions doublement chargés et à la production d'oxydes peuvent se produire au niveau du détecteur et générer des erreurs dans la mesure des concentrations. Afin de s'affranchir du biais lié à la production d'oxydes, une solution élémentaire de référence dont les concentrations en terres rares (facilement oxydables et ionisables) sont connues, est analysée avant et après chaque série d'analyses.

### **Analyses isotopiques <sup>143</sup>Nd – <sup>144</sup>Nd (LPG Nantes et IUEM)**

Les isotopes d'un élément sont des nucléides ayant un nombre de neutrons propre à chacun mais un nombre de protons identiques. Dans le cas du Néodyme, l'écart de masse entre le <sup>143</sup>Nd et le <sup>144</sup>Nd étant très faible par rapport à la masse totale de l'élément, aucun effet de fractionnement ne se produit entre les deux isotopes au cours des processus de fusion partielle et de cristallisation fractionnée. Le rapport <sup>143</sup>Nd/<sup>144</sup>Nd permet donc de tracer la source des magmas. De plus, du fait de la faible solubilité du Néodyme, le rapport <sup>143</sup>Nd/<sup>144</sup>Nd est également insensible à l'altération. En plus du rapport <sup>143</sup>Nd/<sup>144</sup>Nd qui permet de tracer la source des magmas, le système d'isotopes radiogéniques <sup>147</sup>Sm – <sup>143</sup>Nd est une méthode couramment utilisée pour la datation des roches anciennes compte tenu de sa très longue période de demi-vie ( $t_{1/2} = 1.06 \times 10^{11}$  ans).

L'analyse de rapports isotopiques nécessite d'isoler l'élément que l'on cherche à analyser afin d'éviter les interférences de masse avec d'autres éléments. La séparation d'éléments chimiques est effectuée par chromatographie solide – liquide réalisée à l'aide de résines échangeuses d'ions en milieu acide. Cette méthode permet d'isoler les éléments en jouant sur leurs affinités avec la résine sur laquelle ils peuvent se fixer ou passer sans interactions selon l'acidité du milieu.

Les échantillons nécessitent d'être mis en solution avant toute séparation élémentaire par chromatographie. La mise en solution des poudres d'échantillon a été réalisée en attaquant une masse de  $120 \pm 5$  mg d'échantillon dans des béchers en téflon par un mélange d'acide composé de 1,5 ml de HNO<sub>3</sub>-8N et de 1,5 ml d'HF-16N, puis chauffé à 110°C pendant 14 heures. Les solutions d'échantillon ont ensuite été évaporées à 110 °C pendant 8 heures afin d'obtenir un résidu sec. Les protocoles de séparation isotopique peuvent alors être appliqués aux échantillons.

Pour isoler le néodyme, les fractions de terres rares et de strontium doivent être retirées des solutions de poudre d'échantillon. Son isolation a été faite par le passage successif de la solution sur trois colonnes aux propriétés différentes (dans l'ordre : Sr-Spec, TRU-Spec et Ln-Spec). Sr-Spec permet de séparer le strontium des terres rares et du rubidium, TRU-Spec permet d'isoler les terres rares des autres cations, et Ln-Spec de séparer le néodyme des terres rares.

La première séparation (colonne Sr-Spec) débute par l'attaque du résidu sec (obtenu après attaque à l' $\text{HNO}_3$ -8N et HF-16N et évaporation des 120 mg d'échantillon) dans 1 ml d' $\text{HNO}_3$ -3N. L'échantillon est ensuite passé 20 minutes aux ultrasons afin d'optimiser la mise en solution du résidu sec, puis 20 minutes dans une centrifugeuse. La centrifugeuse permet de séparer les potentiels fluorures formés par l'acide. Après avoir été rincée à l'eau ultra-pure, la résine de la colonne est conditionnée avec 1 ml d' $\text{HNO}_3$ -3N. L'échantillon est ensuite chargé et une première fraction contenant les terres rares et le rubidium (conditionnés dans le  $\text{HNO}_3$ -3N) est obtenue en ajoutant à trois reprises 250  $\mu\text{l}$  d' $\text{HNO}_3$ -3N. Les fractions sont ensuite mises à évaporées à 100 °C pendant 10 heures.

La deuxième s'effectue sur la colonne TRU-Spec. La fraction contenant les terres rares et le rubidium obtenue par la colonne Sr-Spec est dissoute dans 0,5 ml d' $\text{HNO}_3$ -1N, puis exposée aux ultra-sons et passée à la centrifugeuse 20 minutes. La résine est d'abord nettoyée avec 1 ml d'acide chlorhydrique (HCl) 1N puis conditionnée avec 250  $\mu\text{l}$  d' $\text{HNO}_3$ -1N. Une fois l'échantillon chargé, l'élution des cations autres que les terres rares débute en ajoutant à trois reprises 250  $\mu\text{l}$  d' $\text{HNO}_3$ -1N. La collecte des terres rares est réalisée en ajoutant à trois reprises 250  $\mu\text{l}$  d'HCl-1N. Les fractions sont ensuite évaporées à 100 °C pendant 18 heures.

La dernière séparation (Ln-Spec) est basée sur le protocole de Mikova and Denkova (2007). La dimension des colonnes du LPG Nantes étant légèrement différente de celles décrites dans le protocole, j'ai travaillé sur leur calibration. Le résidu sec contenant les terres rares, est dissout dans 100  $\mu\text{l}$  d'HCl-0,20M. Comme précédemment, il est passé aux ultra-sons et à la centrifugeuse pendant 20 minutes. La colonne est d'abord rincée avec 1 ml d'eau ultra-pure puis 5 ml d'HCl-0,20M. L'échantillon est ensuite chargé avec 100  $\mu\text{l}$  d'HCl-0,2M. L'élution des terres rares légères a été réalisée en ajoutant à onze reprises 500  $\mu\text{l}$  d'HCl-0,20M et celle du Nd en ajoutant à six reprises 500  $\mu\text{l}$  d'HCl-0,30M. La fraction de Nd conditionnée dans l'HCl-0,30M est obtenue après 10 heures de manipulation. Elle est ensuite mise à évaporer à 100 °C jusqu'à obtention d'un résidu sec. Deux blancs de chimie ont été réalisés pour contrôler la propreté de la procédure de chimie jusqu'aux analyses. Ils ont été spiké avec 70  $\mu\text{l}$  de  $^{148}\text{Nd}$  concentré à 0,02302 ppm, puis mis à évaporer à 60°C pendant 10 heures.

Les compositions isotopiques du Nd ont été mesurées par un TI-MS (I.U.E.M). Une masse finale de Nd de 500 ng comprise dans 1  $\mu\text{l}$  d'eau ultra pure a été déposée sur un filament de rhénium (Re) pur, auparavant dégazé et chauffé sous-vide. Les rapports isotopiques du Nd mesurés ont été automatiquement normalisés au rapport  $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0,7219$  par le spectromètre. Les standards internationaux utilisés pour la calibration des données sont La Jolla et JNdi. 50 ppm de Nd compris dans 1  $\mu\text{l}$  a été déposé sur filament de Re pour la Jolla et 50 ppm de Nd dilué dans 2  $\mu\text{l}$  pour JNdi. Les rapports isotopiques du Nd ont été acquis en faisant la

moyenne de 10 blocs comprenant chacun 100 à 200 données. Les erreurs sur les blancs de chimie sont de 20 et 26 pg. Les moyennes sur le standard la Jolla est de  $0,511857 \pm 4$  (n=3,  $2\sigma$ ) et  $0,512099 \pm 6$  pour JNdi (n=2,  $2\sigma$ ). L'échantillon AMI-14-12 a été dilué afin d'estimer la reproductibilité des analyses. Les rapports isotopiques des échantillons n'ont pas été normalisés à un standard puisque les résultats obtenus sur la Jolla sont compris dans sa barre d'erreur et ne nécessite donc pas de correction (<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>).