

UNIVERSITE PARIS-SUD





Calage biostratigraphique et chemostratigraphique de séries continentales et marines du Paléocène en contexte précoce de bassin d'avant pays dans le domaine Nord-Pyrénéen

Rapport de Stage de M2 BSRP

Oriane Nguyen-Thuyet Février 2016 – Juillet 2016



Encadrants : Corinne Loisy ; Sophie Leleu ; Florence Quesnel ; Christine Fléhoc ; Adrien Maufrangeas

Remerciements :

Tout d'abord je tiens à remercier mes encadrantes, Corinne Loisy, Sophie Leleu et Florence Quesnel, pour m'avoir permis de réaliser ce stage.

Merci pour leurs pédagogie, leur conseils, leur soutien et leur aide durant toute la durée de ce stage, et pour leur bonne humeur et leur optimisme, y compris sur le terrain malgré le vent et le mauvais temps.

Merci pour le temps passé à m'aider, me conseiller et me soutenir lors de la rédaction de ce mémoire, et pour m'avoir permis d'apprendre pleins de choses grâce à leurs grandes compétences et leur disponibilité.

Je tiens également à remercier Christine Flhéoc pour la réalisation des analyses géochimiques au BRGM.

Merci également à Adrien pour son soutien, sa patience et son aide apportée durant ces derniers mois, ainsi que pour sa bonne humeur lors de nos séances de laboratoire.

Merci aussi à Constance pour son aide précieuse et pour avoir égayé nos séances de laboratoire par des discussions passionnantes.

Enfin, merci à toute l'équipe de l'ENSEGID pour leur accueil chaleureux au sein de cette structure.

Résumé :

Les objectifs de ce mémoire s'inscrivent dans la thématique générale du Projet RGF-Pyrénées du BRGM.

Afin de mieux comprendre l'enregistrement sédimentaire des phases précoces de cette chaîne orogénique, ce travail a pour objectif l'amélioration stratigraphique des séries Paléocène du Bassin Nord-pyrénéen. Les coupes du Mas d'Azil (Ariège) et de Lairière (Aude) de 500 mètres d'épaisseur ont été étudiées, un calage à l'aide des variations isotopiques du C a été réalisé dans les séries continentales de la coupe de Lairière sur 79 échantillons et finalement une tentative de corrélations stratigraphiques des séries continentales à marines est présentée.

Ainsi ce travail se base sur une analyse sédimentologique, une étude biostratigraphique et la mise en œuvre d'un outil géochimique comme méthode de corrélation.

L'étude s'attache particulièrement à l'affinage stratigraphique des faciès continentaux, et la potentielle mise en évidence du Sélandien, ainsi que la mise en évidence d'évènements hyperthermiques. Notamment, le maximum thermique du Paléocène - Eocène (PETM) se manifeste grâce à une excursion négative du $\delta^{13}C_{org}$.

Abstract :

This master thesis is part of the RGF-Pyrenees program funded by the BRGM

This study aims to get a better understanding of the sedimentary dynamics during early orogenic belt building of the Pyrenees. This work was carried out in the North Pyrenean Basin on the Palaeocene units at Mas d'Azil section (Ariège) and Lairière (Aude) section in France. This work consisted in (1) a sedimentological analysis, (2) sampling and measuring of organic carbon isotopes on terrestrial facies at Lairière, (3) proposing a correlation panel between terrestrial and marine sequences during the Paleocene This study was based on sedimentology, biostratigraphy and chemostratigraphy and a paleoenvironmental reconstruction is suggested together with the stratigraphic correlations.

The main outcome of the study is the refined stratigraphy in the terrestrial facies and potentially the recognition of the Selandian stage and of the base of the Palaeocene-Eocene Thermal Maximum through its $\delta^{13}C_{org}$ negative excursion in fluvial deposits.

Table des matières :

Introduction	
I) Présentation de la structure d'accueil	
II) Objectifs et objets d'étude	
1) Contexte et objectifs de l'étude	
2) Contextes tectonique et stratigraphique gén	éral des Pyrénées 4
3) Présentation du site d'étude	
a) Localisation	
b) Contexte géologique des Corbières et des	Petites Pyrénées durant le Paléocène5
III) Outils et Méthodes utilisés	
1) Etudes Sédimentologiques	
a) Etude pétrographique macroscopique de	deux coupes (Lairière et Mas d'Azil) 10
b) Etude pétrographique microscopique de	deux coupes (Lairière et Mas d'Azil) 10
2) Analyse du δ^{13} C de la matière organique (c	pupe de Lairière)10
3) Etudes biostratigraphiques	
a) Etude de palynomorphes, dinoflagellés e	t foraminifères sur la coupe de Lairière11
b) Etude de foraminifères sur la coupe du M	las d'Azil 11
IV) Etude sédimentologique	
 Etude sédimentologique des faciès macrosc 12 	opiques et microscopiques de la coupe de Lairière
2) Etude sédimentologique des microfaciès de	la coupe du Mas d'Azil 17
3) Interprétation des environnements de dépôt	s 19
V) Géochimie sur les isotopes du carbone de la	n matière organique sur la coupe de Lairière 21
1) Généralités	
a) Le signal isotopique du carbone au Paléo	cène 21
b) δ^{13} C minéral et δ^{13} C organique	
a) Principe des variations des valeurs isotop	iques du $\delta^{13}C_{org}$ au cours du temps
2) Résultats géochimiques sur la coupe de Lairiè	re
VI) Interprétations stratigraphiques (intégration des géochimiques)	s données sédimentologiques, biostratigraphiques et
1) Interprétations sédimentologiques, stratigra	phiques et géochimiques de la coupe de Lairière. 25
a) Interprétation des grandes transgressions m	arines
b) Interprétations des analyses géochimiques .	
2) Interprétations sédimentologique et stratigr	aphique de la coupe du Mas d'Azil
a) Placement des Biozones	
b) Placement des grandes transgressions et	égressions marines
3) Corrélations stratigraphiques et séquentielle	es entre les Corbières et les Petites Pyrénées 37
Conclusion :	
Liste bibliographique :	
Annexes :	
Lexique :	
Table des figures :	

Introduction

Ce stage s'intègre dans le cadre du projet RGF-Pyrénées.

Un intérêt particulier est porté sur les zones de bassin d'avant-pays (et notamment à celui du Nord des Pyrénées), afin de comprendre les mécanismes tectono-sédimentaires syn-orogéniques.

La chaîne pyrénéenne est une zone d'étude adaptée, sans contrainte particulière, pour comprendre la formation et l'évolution d'une chaîne de montagne. La période du Paléocène est particulièrement intéressante dans l'histoire tectonique et sédimentologique des Pyrénées, car elle se situe aux prémices de l'orogénèse. Cette étude porte sur la région des Petites Pyrénées et des Corbières. Ces 2 zones montrent de nombreuses variations paléogéographiques durant le Paléocène avec une prédominance des faciès marins à l'Ouest et une prédominance des faciès continentaux à l'Est. Ceci rend la corrélation entre les différentes régions difficiles. Cette étude porte sur 2 coupes. Celle de Lairière est située dans les Corbières et celle du Mas d'Azil dans les Petites Pyrénées.

L'objectif de ce stage est donc la corrélation biostratigraphique et chemostratigraphique entre séries continentales et marines au Paléocène, dans le contexte précoce de Bassin d'Avant Pays Nord Pyrénéen, à l'aide de divers outils.

Pour cela un couplage de plusieurs compétences est nécessaire. Ces compétences sont : - La sédimentologie, avec l'étude de faciès macro et microscopiques aboutissant à une synthèse paléogéographique et séquentielle ;

- La géochimie, avec une étude des variations du δ^{13} C de la matière organique permettant de réaliser une chemostratigraphie. Cette méthode novatrice, encore peu utilisée, permettra de retrouver des évènements climatiques globaux et la limite de certains étages ;

- La biostratigraphie, avec l'étude réalisée sur les foraminifères benthiques, ainsi que les palynomorphes, apportant des données supplémentaires permettant la corrélation stratigraphique.

Afin de présenter ce travail, ce mémoire se définit en plusieurs parties.

La première partie présente le site d'accueil où ces 6 mois de stage de fin d'étude ont été réalisés. La seconde partie replace l'étude dans le contexte géologique et paléoenvironnemental. La troisième partie présente les outils utilisés et la méthode suivie lors de ce travail. La quatrième partie présente l'étude sédimentologique réalisée sur les coupes de Lairière et du Mas d'Azil. La cinquième partie présente l'étude géochimique réalisée sur la coupe de Lairière. La sixième partie présente les interprétations stratigraphiques et l'intégration des données sédimentologiques, géochimiques et biostratigraphiques. Enfin, ce mémoire se termine par une conclusion.

I) Présentation de la structure d'accueil

Ce stage se déroule au sein du laboratoire de l'EA 4592 « Géoressources et Environnement » de l'ENSEGID-Bordeaux INP (Ecole Nationale Supérieur en Environnement, Géoressources et Ingénierie du Développement Durable).

Ce laboratoire est constitué d'une équipe de vingt-six enseignants-chercheurs. L'objectif scientifique de l'équipe avec laquelle j'ai effectué mon stage consiste à caractériser, à quantifier et à modéliser les différents processus qui sont à l'origine de l'architecture et de l'hétérogénéité des systèmes sédimentaires et des réservoirs, ainsi que les mécanismes de transferts et d'interaction des fluides associés (transferts hydrodynamiques, thermiques, gaz, etc.).

Le but est d'optimiser l'exploration, puis la gestion des Géoressources dans les bassins sédimentaires.

II) Objectifs et objets d'étude

1) Contexte et objectifs de l'étude

Contexte de l'étude

Cette étude s'inscrit dans le Chantier « RGF-Pyrénées» mené par le BRGM et ses partenaires. Le RGF (Référentiel Géologique de France) est le nouveau programme de « connaissance géologique » du territoire mis en place par le BRGM dans le cadre de sa mission de Service Géologique National. Le RGF-Pyrénées a pour but l'étude approfondie des structures et des processus géologiques relatifs à cette chaîne de montagne, ainsi que de mettre à niveau toutes les données et les cartes géologiques de la zone étudiée, afin de pouvoir réaliser des modèles géologiques 3D à différentes échelles. Cela permettra de compléter et d'améliorer les connaissances actuelles, afin d'optimiser les recherches en eau, géoressources minérales ou encore d'améliorer la connaissance des risques naturels liés aux chaînes de montagnes.

Par ailleurs, ce travail, vient en appui à la thèse d'Adrien Maufrangeas, doctorant en deuxième année à l'ENSEGID. Cette thèse a pour but de comprendre les caractéristiques de la dynamique de la sédimentation au Paléocène en contexte d'orogène précoce dans le Bassin Nord-Pyrénéen. Cette étude est réalisée sur des dépôts mixtes silicoclastiques et carbonatés du Paléocène du bassin d'avant-pays Nord-Pyrénéen. Les objectifs scientifiques de cette thèse sont plus précisément de :

- caractériser les séquences de dépôts paléocènes dans le bassin d'avant-pays précoce des Pyrénées depuis le domaine marin jusqu'aux domaines continentaux ;

- définir des zones majeures de piège avant la plateforme carbonatée pour reconstruire les bassins et leurs environnements de dépôts, avec un soin particulier pour reconstruire la morphologie côtière et d'identifier les zones émergées ;

- caractériser les oscillations du niveau marin et leur expression dans les séquences sédimentaires continentales (études sédimentologiques) et distinguer la part de la dynamique tectonique de celle des variations climatiques et eustatiques dans la sédimentation du Bassin Nord-Pyrénéen ;

- se focaliser sur une tranche de temps restreinte (Paléocène) permettant de développer des études à haute résolution, nécessaires pour mieux comprendre à termes les propriétés des réservoirs de ce bassin d'avant-pays.

Problématique scientifique générale et objectifs du stage

La dynamique sédimentaire et la paléogéographie du Paléocène nord-pyrénéen sont complexes, avec des changements latéraux de faciès nombreux et spatialement rapides en domaine continental (dans les Corbières, Aude) et la relation avec le domaine marin est peu connue ; de plus la stratigraphie du Paléocène a changé depuis une vingtaine d'années et un recalage des séries est nécessaire. Pour reconstruire l'architecture du bassin et sa paléogéographie lors de cet intervalle, améliorer la stratigraphie s'avère crucial. Or, en domaine continental, définir la stratigraphie à haute résolution représente un défi. Faire le lien stratigraphique entre domaines continentaux et marins en est un autre, tout aussi compliqué. Des études plus ou moins récentes ont commencé à s'atteler à cette tâche dans le domaine continental en appliquant des méthodes diverses : biostratigraphie associée à de la magnétostratigraphie au Danien (Galbrun, 1997) ou à de la chemostratigraphie en utilisant le carbone organique (${}^{13}C_{org}$) (Yans et al., 2014) à l'Eocène inférieur, sans oublier les travaux sur le versant sud des Pyrénées (Domingo et al, 2009 ; Pujalte et al., 2014).

L'objectif de ce stage est de réaliser des corrélations à haute résolution entre deux coupes (une à tendance continentale et l'autre à tendance marine) dans le Paléocène nord-pyrénéen en mesurant les rapports isotopiques du Carbone de la matière organique dispersée et en utilisant des calages plus classiques offerts par la biostratigraphie. Le travail pour ce stage s'est fait sur deux coupes complètes dans le Paléocène : (1) Lairière, dans les Corbières, qui présente essentiellement des faciès continentaux (presque 500 m d'épaisseur) et sur laquelle des lames minces ont été étudiées, ainsi que des analyses isotopiques (sur le carbone de la matière organique) ont été réalisés pendant ce travail de stage, (2) Le Mas d'Azil en Ariège qui présente essentiellement des faciès marins (400 m d'épaisseur) et dont les lames minces ont été étudiées pendant ce stage.

2) Contextes tectonique et stratigraphique général des Pyrénées

La chaîne pyrénéenne s'étend sur une longueur approximative de 430 km, depuis l'océan Atlantique (Golfe de Gascogne) à l'Ouest jusqu'à la Mer Méditerranée à l'Est.

Les Pyrénées sont subdivisées en différentes unités structurales (Canérot, 2009) (Fig. 2).

- « La Haute Chaîne Primaire » représente la zone centrale de la chaîne et comporte les plus hauts sommets. Les roches constituant cette unité structurale sont essentiellement des roches sédimentaires ou magmatiques d'âge Paléozoïque, qui ont été affectées par l'orogénèse calédonienne et hercynienne et qui ont été partiellement métamorphisées. Ces roches constituent un socle, qui peut être parfois recouvert de sédiments plus récents.
- « La Zone Nord-Pyrénéenne » est caractérisée par des terrains post-hercyniens, essentiellement des roches du Trias au Crétacé Inferieur, recouvrant le socle et ayant subi une forte déformation. La «Faille Nord Pyrénéenne» (FNP), accident majeur de cette unité, sépare cette dernière de la Haute Chaîne Primaire.
- « La Zone Sous-Pyrénéenne » est constituée de terrains du Crétacé supérieur et du Paléogène. Elle est constituée par des plissements, en transition avec le Bassin d'Avant-Pays Aquitain peu déformé. Le «Chevauchement Frontal Nord-Pyrénéen» (CFNP) sépare ce système de la Zone Nord Pyrénéenne.
- « La Zone Sud-Pyrénéenne », sur le versant espagnol, est essentiellement formée de matériels d'âge Mésozoïque et Tertiaire déplacés par de grands chevauchements. Plus au Sud, s'étend le Bassin d'Avant Pays de l'Ebre.

Résultant de la collision entre les plaques Europe et Ibérie, cette chaîne montagneuse commence son orogénèse il y a 84 Ma entre la fin du Santonien et le début du Campanien, quand l'Ibérie change de direction en effectuant une rotation sénestre (Fig. 1). Ceci provoque une convergence oblique et le rapprochement, puis la collision, des deux plaques lithosphériques, engendrant l'orogénèse pyrénéenne, ainsi que la formation du Golfe de Gascogne. La limite entre ces deux plaques correspond actuellement à la Faille Nord-Pyrénéenne (Choukroune, et al., 1973).



Figure 1 : Image de l'évolution du domaine plissé des Pyrénées en relation avec les déplacements relatifs de la plaque Ibérie et de la plaque Europe (Choukroune et al., 1973).

A.- Entre Trias et Crétacé supérieur. B.- A la fin du Crétacé. C.- A l'Eocène moyen. D.- A l'Eocène supérieur - Oligocène

~ 4 ~

La majorité des auteurs s'accorde sur le fait que l'orogénèse pyrénéenne peut se diviser en trois épisodes tectono-sédimentaires différents (Vergés et al., 2002 ; Pujalte et al., 2014) :

- Un premier épisode de tectonique importante à la limite Santonien-Campanien, jusqu'à la base du Paléocène.

- Puis un épisode de quiescence tectonique au Paléocène, en particulier pendant le Danien et le Sélandien qui enregistrent un brusque ralentissement de la subsidence (Ford et al., 2016). Cet intervalle est malgré tout marqué par une forte accumulation de sédiments. L'origine de cette puissante formation sédimentaire serait due à des changements eustatiques du niveau marin, eux-mêmes dues à d'importants changements climatiques.

- Enfin, la subsidence s'accélère de nouveau au Thanétien, puis à l'Eocène (Gély et Sztràkos, 2000). Le maximum de compression s'effectue entre l'Eocène et la base de l'Oligocène. L'élévation des Pyrénées atteint alors sa plus grande ampleur. Suite à ce fort événement de surrection, un intervalle plus calme jusqu'au Chattien scelle la tectonique pyrénéenne (Gély et Sztràkos, 2000).

3) Présentation du site d'étude

a) Localisation

La zone d'étude se situe dans le Bassin d'Avant Pays Nord-Pyrénéen et plus particulièrement dans les départements de l'Aude et de l'Ariège. La coupe de Lairière, majoritairement constituée de faciès continentaux, se situe dans les Corbières (Aude). La coupe du Mas d'Azil, majoritairement constituée de faciès marins, est située dans les Petites Pyrénées (Ariège) (Fig. 2).



Figure 2 : Schéma structural des Pyrénées et localisation des zones d'études (Canérot, 2009) Légende : CFNP : Chevauchement Frontal Nord-Pyrénéen ; FNI : Faille Nord-Ibérique ; CFSP : Chevauchement Frontal Sud-Pyrénéen

b) Contexte géologique des Corbières et des Petites Pyrénées durant le Paléocène

Les Petites Pyrénées (situées à l'Ouest de la zone d'étude) et les Corbières (situées à l'Est de la zone d'étude) appartiennent à la zone sous-pyrénéenne. Des dépôts sédimentaires datés du Paléocène à l'Eocène inférieur sont observables. Ces séries furent déjà bien décrites par Plaziat (1966), Tambareau (1972, 1995) ou encore Villatte (1962). Ces études ont permis au travers des nombreuses données sédimentologiques et biostratigraphiques l'établissement d'une stratigraphie robuste. Cependant les déterminations et les limites internationales des étages stratigraphiques ont été redéfinies récemment et certaines sont encore discutées (Fig. 3).

En particulier le Sélandien devient un étage entre le Danien et le Thanétien sur les chartes internationales seulement en 1995 (Berggren et al, 1995; Gradstein et al., 2004, 2012). Les publications antérieures ne citent donc pas cet étage. A ce jour, le Paléocène est subdivisé en trois étages successifs : le Danien (base à 66 Ma), le Sélandien (base à 61,6 Ma) et le Thanétien (base à 59,2 Ma). Certains étages ne font plus partie de la charte stratigraphique internationale, mais ont été beaucoup utilisés par les anciens auteurs et ont une valeur régionale. Ils sont issus de descriptions de faciès sédimentaires régionaux, en particulier le Vitrollien était fréquemment utilisé dans cette région et dans le Bassin du Sud-Est. La base du Vitrollien se situe à la base du Paléocène, mais sa limite supérieure n'est pas bien déterminée, elle se situerait aux alentours de la base du Thanétien (Fig. 3). Le Vitrollien est désormais utilisé pour décrire un faciès (alternance de siltites rouges de plaine d'inondation et de dépôts de chenaux gréseux et de carbonates lacustres), plutôt qu'un âge (lithostratigraphie vs chronostratigraphie).



Figure 3 : Récapitulatif des équivalences entre charte stratigraphique internationale et étages litho-stratigraphiques caractéristiques des Corbières, ainsi que les courbes globales lissées des variations eustatiques, des températures et du $\delta^{13}C$ (Thèse Maufrangeas, voir charte plus détaillée en annexe 3)

Le Paléocène est une époque où la tectonique pyrénéenne connaît une activité plus faible (Ford et al., 2016). Cependant, la tectonique en système compressif est toujours active et se manifeste par la surrection de la chaîne pyrénéenne. Cela provoque une subsidence, qui accentue et module les variations eustatiques. Ces variations eustatiques créent de nombreuses fluctuations bathymétriques au cours du Paléocène (Christophoul et al., 2003 ; Pujalte et al., 2014 ; Gély et Sztràkos, 2000).

Dans les Corbières, à partir du Danien, les faciès marins se font de plus en plus rares au profit de faciès continentaux. Cependant, plusieurs événements transgressifs importants d'Ouest en Est au cours du Paléocène ont été observés et notés T1, T2, T3 et T4 (Tambareau et al., 1995). La base de l'Ilerdien est ensuite représentée par une grande transgression marine T5 et forme un niveau repère dans toute la zone d'étude.

Parmi les cinq transgressions majeures observées (Tambareau, et al., 1995), la transgression T1 définit la base du Danien, la transgression T2, la base du Thanétien, la transgression T3, le milieu du Thanétien, la transgression T4, la partie supérieure du Thanétien, et la transgression T5, la base de l'Ilerdien. C'est cette transgression T5 qui permet de repérer la base de l'Ilerdien qui marque le passage entre le Paléocène et l'Eocène (Fig. 4).



Figure 4 : Principales formations stratigraphiques du Paléocène et de l'Ilerdien sur le versant Nord pyrénéen à l'Est du plateau de Lannemazan (Tambareau et al., 1995)

i) Paléoenvironnnement et stratigraphie des Petites Pyrénées

Les Petites Pyrénées présentent principalement des faciès marins peu profonds de type lagunaire ou de plate-forme interne protégée, bien que des faciès de plate-forme externe puissent être observés. La diversité en microplanctons, foraminifères, ostracodes et mollusques a permis à Tambareau (1972), Villatte (1962), Plaziat (1966) et à d'autres auteurs de déterminer des biozones caractéristiques et d'établir les limites entres les étages.

Le Danien est essentiellement continental (Tambareau, 1995). La base du Danien est marquée par une transgression marine (T1). Les dépôts caractéristiques sont donc de type plate-forme carbonatée. Cependant, cette transgression étant limitée à l'Ouest, la partie la plus à l'Est des Petites Pyrénées n'est pas affectée par cette transgression.

La base du Thanétien est marquée par une transgression marine (T2 de Tambareau et al., 1995) assez importante, qui permet le dépôt de sédiments marins de plate-forme carbonatée et de barrière récifale.

Ces transgressions majeures permettent la mise en place de faciès marins durant la majeure partie du Thanétien. Cependant, les variations eustatiques étant nombreuses, des alternances (spatiales et temporelles) entre des faciès marins et continentaux ont lieu (Tambareau, et al., 1995 ; Plaziat, 1981) (Fig. 4 et Fig. 5).

ii) Paléoenvironnement et stratigraphie des Corbières

Les Corbières présentent principalement des faciès continentaux de type fluviatile, lacustre ou de plaine d'inondation.

Dans cette région, le Danien s'apparente aux faciès du Vitrollien (faciès très rouges à ocre, caractérisés principalement par des chenaux et des plaines d'inondation colonisées par les *microcodium*). La transgression T1 n'a pas atteint cette région. La transgression T2 marque le passage entre les faciès du Vitrollien et les dépôts du Thanétien.

Le Thanétien est lui aussi majoritairement représenté par des faciès continentaux. Cependant, les transgressions T2, T3 et T4 ont atteint cette région. Des dépôts marins de type lagunaire ou plateforme interne se sont déposés de manière sporadique. Cela engendre donc l'alternance de faciès marins et continentaux. (Tambareau, et al., 1995 et Plaziat, 1981) (Fig. 4 et Fig. 5).



Figure 5.1 : Carte paléogéographique du Dano-Montien (Plaziat, 1981) 1 = Sédiments fluviatiles sableux 2 = Faciès fluviatile du Vitrollien 3 = Faciès de plate-forme dolomitisée 4 = Faciès de bassin

Figure 5.2 : Carte paléogéographique du Thanétien (Plaziat, 1981) T = Localisation du fossile Vidaliellagerundensis

- 1 = Sédimentation continentale
- 2 = Région envahie par la mer durant la fin du Thanétien
- *3* = *Sédiment de plate-forme sableuse*
- 4 = Plateforme avec faciès de récif
- 5 = Faciès de bassin
- Figure 5.3 : Carte paléogéographique du début du Sparnacien (Plaziat, 1981) 1 = Région affectée par la transgression de la base du Sparnacien a = Limite est des foraminifères planctoniques b = Limite est des Alvéolines c = Brachiopodes
- d = Operculines
- 2 = Prédominance de plaine d'inondation et de mudstone sableux
- 3 = Prédominence de sables
- 4 = Chenaux remplis de galets
- 5 = Lac
- g = Limite ouest de Physa columnaris
- h = Charophytes

III) Outils et Méthodes utilisés

1) Etudes Sédimentologiques

Une étude sédimentologique a pu être réalisée, sur les coupes de Lairière et du Mas d'Azil. Ces deux coupes ont été préalablement levées par Adrien Maufrangeas durant sa première année de thèse.

Lors de la campagne de terrain effectuée début mars 2016, ces deux coupes ont été étudiées et un échantillonnage de 79 échantillons a été réalisé sur la coupe de Lairière (de presque 500 mètres d'épaisseur) pour effectuer les analyses palynologiques et l'analyse du $\delta^{13}C_{org}$ (variation du rapport isotopique du carbone sur la matière organique dispersée).

a) Etude pétrographique macroscopique de deux coupes (Lairière et Mas d'Azil)

Une étude pétrographique et sédimentologique macroscopique de Lairière et du Mas d'Azil a été réalisée. Le but est de définir et d'analyser les faciès caractéristiques des deux coupes, afin de déterminer les analyses qui pourraient être pertinentes à réaliser.

- Sur la coupe de Lairière, cette première étude a permis de mettre en évidence des faciès continentaux contenant de la matière organique (MO). Certains faciès présentent des débris macroscopiques de feuilles ou de mini charbons de bois. Ces éléments ont donc confirmé la possibilité de réaliser des analyses géochimiques et palynologiques. La présence de feuilles fossilisées induit en effet la probable présence de pollen et spores.
- La coupe du Mas d'Azil quant à elle présente des faciès très majoritairement calcaires (marin et lacustre) de couleur très claire. Sur le terrain, aucun indice ne laisse présager la présence de matière organique en quantité suffisante. Dans ces faciès marins, les marqueurs biostratigraphiques sont des foraminifères et non des pollens et des spores.

De ce fait, la décision fut prise de ne pas réaliser d'analyse géochimique sur le carbone organique ou d'analyses palynologiques sur cette coupe.

b) Etude pétrographique microscopique de deux coupes (Lairière et Mas d'Azil)

Lors de ses campagnes de terrain précédentes, Adrien Maufrangeas a pu échantillonner tout au long des coupes de Lairière et du Mas d'Azil dans le but de réaliser des séries de lames minces en vue d'une étude pétrographique.

Vingt-neuf lames provenant de Lairière et soixante-deux lames provenant du Mas d'Azil ont été étudiées durant ce stage. L'étude des lames minces permet d'accéder à des informations complémentaires à l'étude des paléoenvironnements et l'étude stratigraphie des coupes.

2) Analyse du δ^{13} C de la matière organique (coupe de Lairière)

La coupe de Lairière, levée par Adrien Maufrangeas, s'étend du sommet du Crétacé à la base de l'Eocène et mesure près de 500 mètres d'épaisseur, en outre elle présente suffisamment de matière organique piégée dans les sédiments pour la réalisation d'analyse du δ^{13} C de la matière organique.

Soixante-sept échantillons ont été prélevés et nommés LA-04 pour les analyses isotopiques et palynologiques. Une seconde petite coupe fut réalisée dans le Thanétien supérieur et douze échantillons prélevés et nommés LA-05 pour les analyses isotopiques et palynologiques.

Pour l'analyse du δ^{13} C sur la matière organique, les échantillons ont subi une préparation longue et rigoureuse (six semaine de travail en laboratoire) qui a été mise au point lors des thèses de Magioncalda (2004) à Mons et de Storme (2013) à Namur et dont les étapes de préparation sont résumées ainsi (protocole complet en Annexe n°1) :

1. Nettoyage de l'échantillon à la scie afin d'obtenir une roche entièrement saine. Puis, broyage de la roche pour obtenir une poudre fine.

2. Mesure du taux de carbonate pour chaque échantillon en vue de réaliser une décarbonatation. Cette mesure se fait grâce à un calcimètre Bernard. Le principe est d'introduire dans une fiole une masse connue de roche ainsi que de l'acide en excès. Le dégazage produit par la réaction fait bouger le niveau d'eau contenue dans une burette reliée à la fiole. Par lecture des volumes avant / après réaction et une suite de calculs, il est possible d'en déduire le taux de carbonates contenus dans l'échantillon.

3. Décarbonatation. Cela consiste à détruire tout le carbone minéral présent dans l'échantillon. Pour cela une masse connue d'échantillon est placée dans un bécher avec 100 ml d'acide en excès. Après 1h l'échantillon est rincé jusqu'à rétablissement d'un pH neutre.

La décarbonatation est nécessaire afin d'éliminer tout le carbone minéral de la roche (pour éviter toute interférence entre le δ^{13} C minéral et le δ^{13} C organique).

4. Une fois l'échantillon totalement décarbonaté, mesure du TOC (Total Organic Carbone, COT en Français). Il est nécessaire que l'échantillon contienne au moins 0.07% de matière organique pour ensuite obtenir une mesure fiable du δ^{13} C. Le TOC a été mesuré au BRGM à Orléans sur un analyseur C-S Horiba Emia 820V par Marine Respaut.

5. Mesure du δ^{13} C avec un analyseur flash EA 1112 (Thermo) couplé à un spectromètre de masse en flux continu delta V plus Thermo réalisée par Christine Fléhoc du BRGM d'Orléans.

3) Etudes biostratigraphiques

L'étude biostratigraphique consiste en particulier à l'échantillonnage pour trouver des palynomorphes et tenter de caler la coupe de Lairière et les faciès continentaux sur des âges établis. Ensuite l'association de plusieurs marqueurs biostratigraphiques, incluant des foraminifères dans les unités marines, permet de caler les coupes entres elles.

a) Etude de palynomorphes, dinoflagellés et foraminifères sur la coupe de Lairière

La coupe de Lairière étant majoritairement continentale, les palynomorphes (pollen, spores et dinoflagellés) sont les marqueurs convenables pour réaliser une étude biostratigraphique.

Lors de la campagne de terrain début mars 2016, trente-neuf échantillons ont été prélevés sur la coupe de Lairière en vue de réaliser des lames palynologiques dédiées à l'étude des palynomorphes par Florence Quesnel du BRGM.

Des dinoflagellés ont été repérés dans certaines de ces lames, six lames sur les douze comprenant des dinoflagellés ont donc été sélectionnées (lames les plus riches en dinoflagellés et situées à des points stratégiques de la coupe) par Alina Iakovleva.

Sur les lames minces, certains foraminifères sont présents, ces marqueurs biostratigraphiques permettent l'élaboration des biozones et des paléoenvironnements.

b) Etude de foraminifères sur la coupe du Mas d'Azil

Sur la coupe du Mas d'Azil majoritairement marine, les foraminifères repérés dans les lames minces sont les seuls marqueurs biostratigraphiques utilisables.

Avec l'aide de paléontologues spécialistes du Paléogène des Pyrénées, Mr. Baceta et Mr. Tosquella, certains foraminifères ont pu être déterminés avec précision. Ceci aide à retrouver les limites des différentes biozones établies par Tambareau et al. (1995).

IV) Etude sédimentologique

1) Etude sédimentologique des faciès macroscopiques et microscopiques de la coupe de Lairière

Une étude sédimentologique de la coupe de Lairière a été réalisée. Les faciès macroscopiques et microscopiques furent étudiés, ce qui a permis une interprétation sédimentologique. La coupe de Lairière est représentée environ à 90% par des faciès de types continentaux dont lacustre et à 10% par des faciès de type marin.

• Faciès de siltites argileuses

Description : Ce faciès se caractérise par une alternance entre des bancs de siltites argileuses (de couleur rouge ou ocre) et des bancs fins de calcaires ou de grès (Fig. 6 : A et B).

Les siltites argileuses sont composées d'argiles et de grains de quartz infra-millimétriques. Dans certains bancs, des structures de calcite de type « *microcodium* » peuvent être observées.

Les bancs silto-argileux sont plus épais que les bancs de calcaires ou de grès tabulaires, ils peuvent atteindre jusqu'à 3 m d'épaisseur, alors que les grès et calcaires ne dépassent pas 1,5 m d'épaisseur. La couleur rouge ou ocre peut être modifiée par la présence de marmorisation jaune, orange ou blanche et des nodules centimétriques blancs carbonatés peuvent également être présents (faciès de paléosols de type calcrètes). De plus, ces silts argileux sont carbonatés. Ce type de faciès abonde dans le Vitrollien.

Interprétation : Ces silts argileux ont une origine continentale et ont subi beaucoup de pédogénèse (nodules carbonatés, rhizoconcrétions, marmorisation et précipitation de carbonates en zone vadose). Ces faciès témoignent d'un environnement de dépôts de plaine d'inondation (Freytet, 1970).

• Faciès de paléosols

Description : Ce faciès est un sous-faciès des siltites argileuses. Les siltites argileuses présentent souvent des marmorisations et contiennent plus ou moins de nodules carbonatés. Les nodules sont soit dispersés, soit abondants, soit coalescents. Quand les nodules sont coalescents, ils forment un banc à structures verticales. Certains nodules ont une forme allongée (rhizoconcrétions).

Interprétation : Marmorisations et nodules carbonatés sont caractéristiques de phénomènes pédogénétiques. (Fig. 6 : E et H). La coalescence des nodules définit le stade d'évolution du paléosol. Plus ils sont coalescents, plus le stade du paléosol est avancé ou mature. Les paléosols sont présents tout au long de la coupe de Lairière. Ils témoignent de la formation répétitive de sols dans la plaine d'inondation au cours du temps (Freytet, 1970).

• Faciès à microcodium

Description : Ce faciès est caractérisé par l'importante présence de structures de calcite de type « *microcodium* », qui ne permet plus de distinguer le dépôt sédimentaire primaire. Ce faciès forme des bancs tabulaires de 1 à 2 m d'épaisseur au sein du faciès de siltite argileuse. Ces *microcodium* sont accompagnés d'une matrice composée de siltites argileuses principalement. Des grains silicoclastiques peuvent aussi y être rencontrés (Fig. 6 : G).

Microcodium : Assemblage en épi de petits prismes calcaires, connu notamment dans les sédiments du Crétacé supérieur à l'Eocène, et dont l'origine serait organique (calcification de filaments de champignons dans des paléosols ; Foucault et Raoult, 1988).

En lame mince :

Ce faciès montre des calci-arénites à *microcodium* ou des silts carbonatés à *microcodium* (Fig. 7 : A). <u>Eléments figurés :</u> les grains observés dans ces faciès sont principalement les *microcodium*. Ces *microcodiums* peuvent être entiers (en forme d'épis constitués de petits prismes avec un trou au centre de la structure) ou sous forme de fragments. Des grains silicoclastiques (principalement des quartz) peuvent être observés sur certaines lames.

<u>Matrice :</u> le liant est de type micritique.

Interprétation : Ce faciès s'est formé dans une plaine d'inondation (Freytet, 1970).

• Faciès de lentilles gréseuses

Description : Ces faciès sont représentés par des grès fins, plutôt gris ; la matrice est calcaire et les éléments figurés sont très majoritairement des quartz et des éléments silicoclastiques, avec peu ou pas d'autres éléments figurés (Fig. 6 : C et D). Pour certains bancs gréseux, des traces de matière organique (débris de feuilles, mini charbons de bois et végétaux) ont été retrouvés. La taille des bancs gréseux varie, mais elle ne dépasse pas (sauf exception) 2,5 m d'épaisseur. (Fig. 6 : F). Les bancs ont une base érosive et forment des lentilles de plusieurs centaines de mètres d'extension. Ils présentent une taille de grain globalement granodécroissante vers le haut et passent de manière graduelle au faciès de siltites argileuses en sommet de banc.

En lame mince :

Ce faciès est principalement caractérisé par des arénites à éléments calcaires (Fig. 7 : C). <u>Eléments figurés :</u> les grains de quartz sont très largement majoritaires, des mudclasts sont aussi présents, des fragments calcaires de type *microcodium* (remaniés) ont été occasionnellement observés. La présence de *microcodium* et l'absence de toute autre coquille démontre un milieu continental. <u>Matrice :</u> le liant est de type micritique.

Interprétation : Ces faciès sont représentatifs d'un environnement de dépôt de type fluviatile. Ce sont des dépôts de chenaux (Plaziat, 1966).

• Faciès de lentilles conglomératiques

Description : Ces conglomérats présentent des éléments arrondis relativement bien triés et une matrice silto-calcaire (Fig. 6 : I). Les éléments figurés varient du galet au gravier (majoritairement de type calcaire). L'épaisseur de ces bancs varie de 20 cm à 2 m. La base est érosive et des lentilles de grès peuvent être intégrées à ces lentilles conglomératiques. Ces conglomérats présentent une granoclassement, qui peut être croissant ou décroissant selon les bancs.

Interprétation : Ces faciès sont représentatifs d'un environnement de dépôt de type fluviatile, avec un courant important (Plaziat, 1966).

• Faciès de grès hétérolithiques

Description : Les grès hétérolithiques sont plutôt fins, composés de quartz, de débris végétaux et de foraminifères de type Milioles pour la majorité. Ils forment un banc tabulaire de 1 m d'épaisseur formé de nombreuses stratifications obliques centimétriques.

En lame mince :

Ce faciès est caractérisé par des arénites à éléments à la fois silico-clastiques et calcaires comportant des éléments indiquant une influence marine (Fig. 7 : E et F).

<u>Eléments figurés :</u> les principaux grains sont des quartz, mais des foraminifères (Milioles majoritairement) et coquilles de bivalves sont aussi présents.

Milioles et bivalves indiquent un environnement de dépôt marin peu profond.

<u>Matrice :</u> le liant est de type micritique.

Interprétation : Ces grès se sont probablement déposés dans un environnement de type « embouchure », où les éléments sont amenés par la rivière, remaniés par des courants de houle et de tempête et où l'eau était marine puisque les Milioles y vivaient.

• Faciès mudstone carbonaté

Description : Ce faciès est caractérisé par des calcaires fins de type mudstone de couleur gris clair ou gris très sombre. Ils forment des bancs de 1 m à 3 m d'épaisseur. Ils contiennent parfois des débris de coquilles fines blanches et des charophytes.

En lame mince :

<u>Eléments figurés :</u> Les grains biogéniques observés sont des fragments de coquilles d'ostracodes ainsi que des charophytes. Les tiges des charophytes (sous différentes coupes) ou les oogones de charophytes (gyrogonites) peuvent être observés. Les grains non biogéniques sont principalement des mudclasts et des péloïdes (Fig. 7 : B). Ostracodes et charophytes confirment l'interprétation d'un milieu lacustre.

Matrice : Le liant est de type micritique.

Interprétation : Ces dépôts sont de type lacustre. La présence d'organismes fossiles comme les charophytes permet de reconnaître et distinguer les calcaires marins des calcaires lacustres (Plaziat, 1966).

• Faciès carbonaté à Milioles

Description : Ce faciès correspond à des calcaires de type mudstone et grainstone, comportant des coquilles d'organismes marins, notamment de foraminifères et de mollusques. Des grains de quartz sont toujours présents, mais jamais prédominants. Il forme des bancs de 20 cm à 1 m d'épaisseur, pouvant aller jusqu'à 2 m exceptionnellement.

En lame mince :

Ce faciès est caractérisé par des wackestone à Milioles, wackestone bioclastique, packstone à Milioles, packstone bioclastiques, grainstone à Milioles (Fig. 7 : D).

<u>Eléments figurés</u>: les principaux grains sont des Milioles, des bivalves, des gastéropodes. Plus rarement, des brachiopodes, des spicules d'oursin, des algues vertes, des alvéolines, des *Globorotalia* et des foraminifères bi-sériés. Des serpules sont aussi observables.

Matrice : le liant est de type micritique, microsparitique ou sparitique selon les bancs.

Interprétation : Ces calcaires sont des dépôts marins dans un environnement de plateforme très calme à faible bathymétrie (Plaziat, 1966).



Figure 6 : Photographies illustrant les différents faciès macroscopiques représentatifs de la coupe de Lairière
A : alternances marno-calcaires rouges et orange du Vitrollien ; B : Faciès de siltites argileuses et banc de grès ;
C et D : Bancs de grès ; E : Paléosol à nodules calcaires ; F : Banc de grès assez riche en matière organique ; G : Faciès à microcodium ; H : Banc de grès marmorisé ; I : Conglomérat



Figure 7 : Photographies illustrant les différents faciès microscopiques de la coupe de Lairière
 A : Calci-arénite à microcodium (faciès de plaine d'inondation) ; B : wackestone (faciès lacustre) ; C : Calci-arénite (faciès de chenaux gréseux) ; D : Grainstone (faciès marin proximal) ; E : Calci-arénite (faciès de barre d'embouchure avec dominance continentale) ; F : Grainstone (faciès de barre d'embouchure avec dominance marine)

Les faciès énumérés ci-dessus sont caractéristiques de la coupe de Lairière. Il existe d'autres faciès qui sont intermédiaires entre ces faciès types.

2) Etude sédimentologique des microfaciès de la coupe du Mas d'Azil

L'interprétation sédimentologique est établie à partir de l'étude des lames minces, ainsi que le Log du Mas d'Azil levé par Adrien Maufrangeas.

• Faciès à *microcodium*

• Faciès mudstone carbonaté

Ces deux faciès sont similaires à ceux rencontrés sur la coupe de Lairière et ont donc déjà été décrits et illustrés au paragraphe précédent et dans les Fig. 8 : A et B. Ce sont des dépôts de milieu continental.

• Faciès de mudstone bioclastique

Description : Ce faciès est constitué de mudstone, parfois wackestone, riche en bioclastes et algues vertes (Figure. 8 : C).

<u>Eléments figurés :</u> composé essentiellement de coquilles de bivalves et de gastéropodes ou de bryozoaires. Des Dasycladacées (algues vertes) peuvent être associées à ce faciès.

<u>Matrice :</u> la matrice est faite de micrite.

Interprétation : Ce wackestone à coquilles est caractéristique d'un milieu marin ; il nécessite un milieu calme pour son développement, ce sont des dépôts de faible hydrodynamisme. Ce faciès s'est probablement déposé dans un milieu marin plutôt fermé de type lagon (Tambareau, 1972).

• Faciès de packstone bioclastique

Description : Ce faciès est composé de packstone majoritairement, bien que quelques wackestone et grainstone ou rudstone (lorsque les éléments figurés mesurent plus de 2 mm) ont pu être décrits (Fig. 8 : D).

<u>Eléments figurés :</u> composés de fragments de coquilles de bivalves et de gastéropodes, de foraminifères, de Dasycladacées, de fragments d'échinodermes, de bryozoaires, parfois quelques algues rouges (de type Mélobésiées) peuvent être présentes, ou même des fragments de *microcodium* provenant du continent.

Matrice : la matrice est composée de micrite ou de sparite.

Interprétation : Les éléments tels que les algues vertes indiquent un milieu protégé et assez calme, tandis que la présence de foraminifères indique un milieu marin plus distal que le lagon. Ce faciès est interprété comme correspondant à des dépôts de plateforme interne avec un hydrodynamisme qui peut varier de faible (pour la partie la plus proximale avec des wackestone-packstone et algues vertes) à fort (pour la partie la plus distale avec des grainstones sans algue verte et quelques petites algues rouges) (Tambareau, 1972).

Faciès rencontrés similaires, caractéristiques d'un même milieu de dépôt : wackestone-grainstonerudstone à bioclastes.

• Faciès de rudstone à coraux

Description : Rudstone dont les éléments figurés les plus abondants et caractéristiques sont des coraux, soit entiers soit en fragments (Fig. 8 : E). Sur le terrain, ce faciès forme des bancs très épais (jusqu'à 3 m d'épaisseur).

<u>Eléments figurés :</u> les coraux peuvent être accompagnés de foraminifères, échinodermes ou autres organismes. La forte énergie aux abords de la barrière récifale permet la formation d'algues rouges. <u>Matrice :</u> la matrice est le plus souvent un mélange entre micrite et sparite.

Interprétation. Ce faciès est caractéristique d'une barrière récifale. En lame mince, il est difficile de savoir si les coraux sont en place ou non, d'où l'importance des observations lors des levers pour l'interprétation. La barrière récifale est un milieu caractérisé par une très haute énergie. Cependant, il y a une accentuation de l'énergie côté offshore et une diminution de l'énergie côté lagon. Cela se déduit de la présence de coraux et d'algues rouges qui sont tous deux des organismes dont la croissance nécessite une forte énergie (Tambareau, 1972).



Figure 8 : Photographies illustrant les différents faciès microscopiques de la coupe du Mas d'Azil
A : Calci-arénite à microcodium (Faciès de plaine d'inondation) ; B : Wackestone (faciès lacustre) ; C : Wackestone (Faciès de lagon) ; D : Rudstone (faciès de plateforme interne) ; E : Rudstone (faciès de barrière récifale) ; F : Pack-Grainstone (faciès de plateforme externe)

• Faciès de rudstone à bioclastes et mélobésiées

Description : Ce faciès est caractérisé par des rudstones riches en bioclates et algues rouges de type Mélobésiées (Fig. 8 : F).

<u>Eléments Figurés :</u> ces faciès comprennent beaucoup de foraminifères et d'algues rouges (souvent entières et de grandes taille). En plus petite quantité, des échinodermes, pellets ou péloïdes sont présents.

Matrice : la matrice est principalement micritique.

Interprétation ; Ce faciès correspond à des dépôts de plateforme externe. Ce milieu présente une énergie moyenne à haute, pour permettre la formation d'algues rouges. Mais la présence de ces algues entières démontre que le milieu permet aux algues de rester entières et de ne pas être cassées, d'où l'énergie moyenne.

Faciès rencontrés similaires, caractéristiques d'un même milieu de dépôt : wackestone-packstonegrainstone à bioclastes et Mélobésiées (Tambareau, 1972).

3) Interprétation des environnements de dépôts

• Coupe de Lairière (Fig.9)

L'étude sédimentologique a permis de déterminer cinq environnements de dépôt caractéristiques (Fig. 9). S'ajoute à ces derniers l'environnement palustre, non observé, ni sur le terrain, ni sur les lames minces, mais observé par Adrien Maufrangeas lors du lever du Log de Lairière.

Environnements de dépôt :

- F1 : Environnement de dépôt fluviatile
- F2 : Environnement de dépôt de plaine d'inondation
- F3 : Environnement de dépôt lacustre
- F4 : Environnement de dépôt palustre
- F5 : Environnement de dépôt d'embouchure
- F6 : Environnement de dépôt marin
 - Coupe du Mas d'Azil (Fig. 9)

L'étude sédimentologique a permis de déterminer six environnements de dépôt caractéristiques. S'ajoutent à ces derniers, l'environnement palustre et l'environnement intertidal, observés par Adrien Maufrangeas lors du lever du Log du Mas d'Azil.

Environnements de dépôt :

- F1 : Environnement de plaine d'inondation
- F2 : Environnement lacustre
- F3 : Environnement palustre
- F4 : Environnement intertidal
- F5 : Environnement de lagon
- F6 : Environnement de plateforme interne
- F7 : Environnement de récif corallien
- F8 : Environnement de plateforme externe

L'attribution de ces environnements à chaque banc sédimentaire représenté sur le Log permet de reconstituer l'évolution des milieux de dépôt.



Figure 9 : Bloc diagramme représentatif de la paléogéographie de la zone d'étude lors du Thanétien moyen

V) Géochimie sur les isotopes du carbone de la matière organique sur la coupe de Lairière

1) Généralités

a) Le signal isotopique du carbone au Paléocène

Le Paléocène d'une durée environ 10 Ma est une époque marquée par de nombreux évènements climatiques et pendant laquelle les cycles globaux du carbone montrent des variations importantes. Les changements climatiques influent sur la teneur en CO_2 des réservoirs atmosphérique et océanique (Zachos et al ., 2001). Ainsi au cours du Paléocène, les océans et l'atmosphère montrent des évolutions marquées de la signature isotopique ($\delta^{13}C$), avec plusieurs cycles reconnaissables globalement en milieu marin.

Durant le Paléocène, cinq grands événements climatiques majeurs sont recensés (Westerhold et al. 2011; Storme, 2013). Ils sont marqués par des excursions isotopiques du carbone ou Carbon Isotopic Excursion (CIE) en Anglais : le LLDE (Large Latest Danian Event), le DSTE (Danian / Selandian Transition Event), le ELPE (Early Late Paleocene Event), le MPBE (Mid Paleocene Biotic Event) et le PETM (Paleocene/Eocene Thermal Maximum) (Storme, 2013). Ce dernier est un évènement hyperthermique (hyperthermal event) particulièrement important et bref (170 000 ans), qui est largement étudié et marqué par une augmentation drastique des températures de plus de 5°C en moins de 10 ka (Zachos et al. 2008), il sera suivi par l'optimum climatique de l'Eocène inférieur (Early Eocene Climatic Optimum : EECO), qui sera plus long (entre 53 et 50 Ma).

Ces grands évènements marqués par des variations du δ^{13} C offrent un outil chemostratigraphique global. En effet, ces variations isotopiques se retrouvent à la fois dans les sédiments marins et continentaux (Koch et al., 1992 ; Storme, 2013). Cela fait donc de l'isotopie du carbone un bon moyen de corrélation pour les coupes comprenant des sédiments à la fois marins et continentaux et d'épaisseurs différentes.

b) δ^{13} C minéral et δ^{13} C organique

La mesure isotopique du carbone peut être réalisée sur le carbone minéral, un $\delta^{13}C_{carb}$ est alors obtenu, ou sur le carbone organique, un $\delta^{13}C_{org}$ est alors obtenu.

Le signal isotopique du carbone minéral est une mesure largement utilisée. Cependant, le signal isotopique des carbonates marins et continentaux peut présenter des différences, en particulier à cause de la diagénèse, qui affecte souvent les carbonates. De plus en milieu continental, il n'est pas toujours aisé de trouver des carbonates pour faire les mesures, même si beaucoup d'études ont utilisé dans le passé les nodules carbonatés de paléosols (Koch et al., 1992 ; Cojan et al., 2000 ; Bowen et al, 2001 ; Magioncalda et al., 2004).

Le $\delta^{13}C_{org}$ quant à lui, permet un calage plus précis entre milieu continental et marin, car le signal isotopique de la matière organique, majoritairement issu des masses continentales, est généralement identique (Storme, 2013). La matière organique étant présente dans ces différents milieux, la présence de carbonates n'est pas forcément nécessaire pour pouvoir réaliser des mesures. Ceci élargit la gamme de faciès disponibles pour obtenir des résultats exploitables. De plus les phénomènes de diagénèse n'affectent pas le signal isotopique de la matière organique.

Le $\delta^{13}C_{org}$ et le $\delta^{13}C_{carb}$ peuvent être comparés pour des corrélations, car même si le signal est différent, ils suivent les mêmes tendances et les mêmes variations (Storme, 2013).

Dans cette étude, le choix s'est porté sur le $\delta^{13}C_{org}$ et non pas sur le $\delta^{13}C_{carb}$ pour l'ensemble de ces raisons.

a) Principe des variations des valeurs isotopiques du $\delta^{13}C_{org}$ au cours du temps

Le signal du $\delta^{13}C_{org}$ varie au cours du temps suivant des paramètres identifiables. Ainsi, pour interpréter les variations des courbes isotopiques obtenues sur une ou plusieurs coupes étudiées, la première étape est de comprendre les paramètres globaux et locaux qui contrôlent le signal isotopique, pour ensuite essayer de corréler les excursions « significatives » régionalement. Comprendre les processus qui influencent ou perturbent le cycle du carbone et modifient le signal isotopique est donc nécessaire.

Le carbone organique représente tout le carbone qui forme la biomasse (ex : protéines, lipides, glucides... sont constitués de carbone organique). Le carbone organique est synthétisé par les plantes autotrophes photosynthétiques. Lors de la photosynthèse, les plantes terrestres absorbent des molécules de CO_2 contenues dans l'atmosphère, les plantes d'eau douce absorbent le CO_2 dissous dans l'eau (à l'équilibre avec le CO_2 atmosphérique), et les plantes marines utilisent le bicarbonate dissous dans l'eau. Cela permet de créer un glucide (constitué de carbone organique) et d'autres molécules. Lors de cette photosynthèse, le fractionnement isotopique du carbone va être influencé en partie par la composition du CO_2 environnemental disponible et la température (Kump et Arthur, 1999).

En prenant en compte uniquement l'environnement de la plante (terrestre, eau douce ou marine), les plantes terrestres et d'eau douce auront un même $\delta^{13}C_{org}$ (car soumise à un CO₂ de même composition isotopique). Les plantes marines auront quant à elles un $\delta^{13}C_{org}$ plus positif (jusqu'à +7‰), car le bicarbonate est enrichi en ¹³C par rapport à l'atmosphère (Meyers, 1992; 1997).

Au Paléocène, seule les plantes de type C3 sont présentes (les plantes C4 apparaissent au Miocène). Les termes C3 et C4 définissent une voie métabolique de fixation du carbone. Le type C4 est une évolution du type C3, qui se trouve chez certaines plantes de plusieurs familles, et permet une meilleure résistance à la sécheresse et au manque de luminosité. Les plantes en C3 discriminent plus le ¹³C lors de leur photosynthèse que celles en C4 (Hayes, 1993). Les valeurs du δ^{13} C varient aussi en fonction de la partie de la plante qui stocke le carbone (graine, bois, feuille) et du type de molécules qui stockent le carbone (lignine, cellulose, protéines, sucres...) (Garel, 2013).

Notons par ailleurs que si, après production, la matière organique est longtemps exposée à la dégradation bactérienne aérobie, elle va s'appauvrir en ¹³C (Tyson, 1995). Pour les algues, la température provoque un fort fractionnement isotopique et une diminution de l'absorption du ¹³C (Meyers, 1992).

Durant le Paléocène et l'Eocène, il y a une forte activité volcanique, essentiellement dans la province volcanique du Nord Atlantique (Knox, 1996). Les épisodes hyperthermiques comme le PETM, sont dus à un dégazage intensif de CO₂ dans l'atmosphère dû à ce volcanisme (Storme, 2013), ainsi qu'à une remobilisation du ¹²C des hydrates de méthane des sédiments océaniques dans les eaux océaniques (Dickens et al., 1995). Cette libération massive de gaz à effet de serre provoque une augmentation des températures et une diminution abrupte et prononcée du ratio ¹³C/¹²C dans les carbonates et la matière organique (Kennett & Stott, 1991 ; Zachos et al., 2001 ; McInerney & Wing, 2011). Ceci a comme conséquence l'abaissement de 2,5 à 7 ‰ du δ^{13} C (le δ^{13} C atteint des valeurs très négatives, jusqu'à -32 ‰ pour le $\delta^{13}C_{org}$). Au contraire, un refroidissement coïncide avec une remontée du δ^{13} C (valeurs plus positives : Zachos et al., 2001 , 2008).

Au Paléocène/Eocène, le niveau marin est très haut avec plusieurs transgressions importantes, les gaz à effet de serre abondent dans l'atmosphère et le climat est particulièrement chaud (il n'y a pas de glaciers aux pôles). Comprendre les interactions entre biosphère et géosphère/atmosphère de cette époque n'est pas aisé (Sprong et al., 2008). Tous les mécanismes qui entrent en jeu dans le fractionnement isotopique des plantes ne sont vraisemblablement pas connus.

Toutefois, en premier lieu, ce sont les variations dans le cycle du carbone global (ou local) dans l'atmosphère et l'océan qui permettent d'expliquer les variations du $\delta^{13}C_{org}$. Le fractionnement dû aux mécanismes internes des plantes influence la tendance, mais reste de second ordre.

2) Résultats géochimiques sur la coupe de Lairière

• Résultats TOC (Total Organic Carbon) (Fig.10)

Les mesures du TOC montrent que les échantillons ont des valeurs suffisantes en matière organique pour que les analyses des isotopes du carbone soient suffisamment fiables (TOC > 0,07 ‰). Pour LA-04 seuls 7 échantillons (LA-04-83,5 m/93,5 m/99 m/104 m/409 m/421 m/444 m/447 m) présentent des taux faibles (entre 0.07 % pour 83,5 m et 447 m et 0.1% pour 421 m). Pour LA-05, seul 1 échantillon (LA-05-28 m) présente un TOC faible de 0,09 ‰.

Pour LA-04 le TOC varie de 5,99 ‰ à 187 m (maximum) à 0,07 ‰ à 83,5 m et 93,5 m (minimum). Pour LA-05 le TOC varie de 4,60 ‰ à 1,5 m (maximum) à 0,09% à 28 m (minimum).

• Résultats isotopie du carbone de la matière organique $\delta^{13}C_{org}$ (Fig. 10)

Les analyses isotopiques sur le carbone organique au spectromètre de masse ont permis l'élaboration d'une courbe isotopique du $\delta^{13}C_{org}$ (Fig. 10).

Sur cette courbe le δ^{13} C_{org} varie de -20,6 ‰ à 171,5 m (maximum) à -29,1‰ à 187 m (minimum).

Les résultats semblent cohérents, des grandes tendances se dessinent et aucun point anormal n'est observé, ce qui suggère qu'il n'y a pas eu de contamination des échantillons lors de la préparation pour les analyses. Seul un échantillon de LA 05 (77 m) est à -19,6 ‰, et présente donc une valeur anormale par rapport aux autres et aux valeurs attendues dans le Paléogène inférieur.

Pour la suite de l'étude, le choix a été fait de se concentrer uniquement sur les résultats de la coupe LA-04. La coupe LA-05 est néanmoins présentée en Annexe 4.



Légende des Log de Lairière et du Mas d'Azil pour les Figures 10 ; 11 ; 12 ; 15



Figure 10 : A : Résultats des analyses isotopiques sur le carbone de la matière organique sur la coupe de Lairière ; B : Interprétation des résultats isotopiques de la coupe de Lairière

 $\sim 24 \sim$

VI) Interprétations stratigraphiques (intégration des données sédimentologiques, biostratigraphiques et géochimiques)

1) Interprétations sédimentologiques, stratigraphiques et géochimiques de la coupe de Lairière

L'interprétation intègre les données sédimentologiques, stratigraphiques et géochimiques et se base donc sur l'étude des lames minces, du Log, des analyses géochimiques, ainsi qu'une étude bibliographique.

Une tentative d'interprétation séquentielle est donnée dans ce travail en se basant sur les grandes transgressions régionales et les données sédimentaires et paléoenvironnementales récoltées.

Enfin, les analyses géochimiques comparées à celles de la littérature permettront d'appuyer toutes ces données pour replacer les étages du Paléocène sur la coupe (Fig. 12).

a) Interprétation des grandes transgressions marines

Tambareau et al. (1995) décrivent un certain nombre de grandes transgressions marines (de cycles d'ordre 3) au Paléocène. Une des difficultés de ce travail a été de replacer ces transgressions qui ne sont pas datées précisément en Ma et sont répertoriées sur une échelle stratigraphique obsolète (le Sélandien n'étant pas utilisé) et une terminologie basée sur les unités stratigraphiques locales.

A l'aide de la bibliographie et des variations de paléoenvironnements observées, certaines transgressions et régressions peuvent néanmoins être replacées. Les interprétations ne se basent donc que sur les variations de faciès et les caractéristiques spatio-temporelles des transgressions décrites dans la bibliographie (Fig. 11).

Les différentes transgressions seront donc énumérées et placées sur la coupe en fonction du métrage et non des étages géologiques.

La transgression T1, malgré qu'elle ne soit pas assez puissante pour permettre la formation d'un milieu marin est observable sur la coupe de Lairière : le maximum transgressif se situe à \approx 43 m avec la formation de bancs lacustres.

Suite à T1, vient une régression représentée par l'accroissement graduel de faciès riches en chenaux gréseux et conglomératiques, de \approx 43 m à \approx 111 m (maximum régressif à \approx 111 m).

La transgression T2, comme la T1, ne permet pas la formation d'un milieu marin, mais est observable par des changements dans les faciès continentaux. Avec une évolution d'un environnement de chenaux conglomératiques vers un environnement de plaine d'inondation, cette T2 s'étend de \approx 111 m à \approx 137 m (maximum transgressif à \approx 137 m).

Suite à T2, une petite régression s'exprime par le passage d'un environnement de plaine d'inondation à un environnement riche en chenaux fluviatiles de \approx 137 m à \approx 150 m (maximum régressif à \approx 150 m).

La transgression T3 se situe entre ≈ 150 m et ≈ 174 m, avec la présence de bancs marins. Les bancs marins sont encadrés par des bancs continentaux, ce qui permet de placer le maximum de cette transgression (maximum transgressif à ≈ 174 m).

Suite à T3, vient une grande régression de \approx 174 m à \approx 337 m (maximum régressif à \approx 337 m).

La transgression T4 se situe entre \approx 337 m et \approx 362 m, avec l'évolution d'un environnement continental vers un environnement marin (maximum transgressif à \approx 362 m).

Suite à T4, vient une régression de \approx 362 m à \approx 375 m (maximum régressif à \approx 375 m).

La transgression T5 commence à \approx 375 m avec la mise en place progressive d'un environnement marin. Le passage à l'environnement marin marque la limite entre le Thanétien et l'Ilerdien.

b) Interprétations des analyses géochimiques

Les analyses géochimiques ont permis la mise en évidence de plusieurs variations dans le $\delta^{13}C_{org}$ et le TOC (Fig. 10).

Grâce aux travaux de Storme (2013), Yans et al. (2014), Cojan et al. (2000) et d'autres auteurs, la corrélation des courbes isotopiques aide à l'interprétation de ces variations (Fig. 10 et 12).

Cela permet la mise en évidence d'événements hyperthermiques, ainsi que de proposer de positionner les limites entre les étages stratigraphiques tels que définis dans la dernière charte stratigraphique internationale (Gradstein et al., 2012) actuellement en vigueur.

En partant de la base de la coupe, le premier événement rencontré est la **limite Crétacé –** Paléogène.

Cependant deux hypothèses sont émises pour le placement de cette limite K-P :

Hypothèse 1 : La limite K-P est représentée par une excursion négative dans le $\delta^{13}C_{org}$ et $\delta^{13}C_{carb}$ (Storme, 2013 ; Cojan, 2010 ; Domingo et al., 2007). Le signal isotopique du carbone organique présente une petite excursion négative de 40 m à 50 m, suivie d'une grosse excursion négative de 50 m à 60 m. La première hypothèse est donc que ces deux excursions négatives correspondraient à l'excursion négative qui accompagne la limite K-P.

Hypothèse 2 : Les anciens auteurs (Plaziat, 1966) placent la limite K-P dans des marnes (à 23 m) situées juste au-dessous de gros bancs calcaires lacustres dont la base se situe à 39 m, car des coquilles d'œuf de dinosaures ont été retrouvées dans ces marnes. Le manque de données isotopiques entre 2 m et 39 m ne nous permet pas de situer correctement la limite dans cet intervalle. Dans cette hypothèse, le pic négatif observé entre 50 m et 60 m correspondrait alors à un pic négatif du Danien observé par Storme (2013) à Zumaia.

Pour trancher entre ces deux hypothèses, un affinage des données isotopiques entre 0 et 40 m est nécessaire.

Le LLDE (Large Latest Danian Event) est un événement marqué par une excursion négative vers la fin du Danien du $\delta^{13}C_{org}$ à Zumaia (Storme, 2013). Sur la courbe réalisée à Lairière, le LLDE se trouve entre 80 et 99 m.

Le **DSTE** (Danian Selandien Transition Event) est un événement englobant la limite Danien – Sélandien. Cet événement se découpe en deux parties présentant des tendances inversées, la partie inférieure à la limite Danien – Sélandien et la partie supérieure à la limite Danien – Sélandien à Zumaia (Storme, 2013).

La partie inférieure est représentée par des valeurs du $\delta^{13}C_{org}$ suivant une tendance vers le négatif et des valeurs du TOC présentant une augmentation.

La limite Danien - Sélandien se situe au moment où ces tendances s'inversent.

La partie supérieure de cet intervalle répond à des valeurs de $\delta^{13}C_{org}$ suivant une tendance positive, et un TOC présentant des valeurs qui diminuent.

Sur notre courbe de Lairière, le DSTE se trouve sur un intervalle entre 105 et 156 m et la limite Danien – Sélandien se trouverait alors à 125 m.

Le **STTE** (Selandien Thanetian Transition Event) est un événement marquant la limite entre le Sélandien et le Thanétien. Cet événement est caractérisé par une grande excursion négative du $\delta^{13}C_{org}$ et une grande augmentation du TOC dans les sédiments à Zumaia (Storme, 2013). Ce grand pic négatif du $\delta^{13}C_{org}$ et l'augmentation du TOC se retrouvent dans nos données isotopiques. Ainsi, la STTE peut être placée de 175 à 192 m, et la limite Sélandien – Thanétien à 192 m à Lairière.

Le **MTIM** (Mid Thanetian Isotope Maximum) n'est pas un événement, mais une petite excursion positive et surtout une inversion entre des tendances positives (avant le MTIM) et des tendances négatives (après le MTIM) à Zumaia et sur la plupart des courbes isotopiques du carbone dans le monde. Le MTIM se trouve à 284 m sur la courbe isotopique de Lairière.

Le **PETM** (Paleocene Eocene Thermal Maximum) est un évènement hyperthermique, marquant une augmentation de la température globale. Cet évènement est marqué par de grands changements dans le cycle du carbone et notamment par une grande excursion négative du δ^{13} Ccarb et δ^{13} Corg (Zachos et al, 2001, 2008 ; Magioncalda, 2004 ; Storme, 2013; Yans, et al., 2014; Schmitz et Pujalte, 2014). Deux hypothèses peuvent être émises sur la durée et la manifestation du signal du δ^{13} Corg à Lairière durant le PETM.

Hypothése 1 : Le PETM présente une grande excursion négative (ici de 376 m à 434 m), puis une recovery (retour aux valeurs antérieures à la CIE) (ici de 434 m jusqu'au haut de la coupe).

Hypothèse 2 : Le PETM présenterait deux grandes excursions négatives du $\delta^{13}C_{org}$, séparées par une transition aux valeurs plus positives comme en Belgique, en Angleterre, dans le Bassin de Paris ou au Cap d'Ailly (données inédites, Quesnel, comm. pers) et comme envisageable aussi à Albas (Yans et al., 2014). Sur notre courbe isotopique de Lairière, seule la première excursion négative apparait (de 376 m à 434 m), ainsi qu'une partie de la zone de transition (de 434 m au haut de la coupe). L'hypothèse est donc émise ici qu'une seconde excursion négative serait présente au-dessus de la fin de cette coupe.

Pour trancher entre ces deux hypothèses, un nouvel échantillonnage serait nécessaire en vue de nouvelles analyses sur une distance de 100 m environ au-dessus de la fin de cette coupe.

La base du PETM permet tout de même de placer la limite Thanétien – Yprésien à 376 m.

Les variations dans le $\delta^{13}C_{org}$ reflètent des variations dans le cycle du carbone. Le $\delta^{13}C_{org}$ n'est pas un 'proxy' pour retracer l'évolution des températures. C'est le $\delta^{18}O$ qui permet de remonter aux températures (pourvu qu'aucun paramètre ou processus comme la diagenèse n'ait modifié le signal). Toutefois l'utilisation couplée des deux proxies a montré le lien entre les gaz à effets de serre et les évènements hyperthermiques et des interprétations environnementales peuvent être faites (Zachos et al, 2001 ; Westerhold, et al., 2011).

Grâce à de nombreuses données isotopiques sur la plupart des continents et dans presque tous les océans dans le monde, le PETM est décrit comme un évènement global bref (170 000 ans), et chaud, marqué par de nombreuses émissions volcaniques. Cela impacte le cycle du carbone en engendrant des valeurs négatives dans le $\delta^{13}C_{org}$ (Storme, 2013 ; Westerhold, et al., 2011 ; Yans et al., 2014). Or cet évènement hyperthermique se marque dans les courbes du $\delta^{18}O$ et coïncide exactement avec une excursion isotopique en oxygène tout aussi marquée dans les courbes du $\delta^{13}C$.

Par déduction, on peut proposer qu'un pic négatif de $\delta^{13}C_{org}$ reflète un réchauffement climatique. Cette théorie peut être appuyée par le fait que lors d'un réchauffement, une augmentation des gaz à effet de serre est observée, ce qui implique une augmentation du ¹²C dans l'atmosphère et donc une diminution du rapport ¹³C/¹²C dans l'atmosphère et donc dans la matière organique (Zachos et al., 2001). Un autre effet du réchauffement sur le cycle du carbone est que les plantes vont privilégier la fixation du ¹²C lors de la photosynthèse au profit du ¹³C, ce qui provoque un accroissement dans la tendance négative des valeurs du $\delta^{13}C_{org}$.

En conclusion, en se basant sur des travaux antérieurs, les excursions négatives peuvent s'apparenter à un réchauffement climatique, et les excursions positives à un refroidissement climatique. L'évolution climatique des Corbières pourrait donc être reconstituée comme suit :

Le Danien est marqué par des variations climatiques notamment avec le LLDE qui s'apparente à un intervalle de climat tropical.

La partie inférieure du DSTE (base du DSTE / Limite Danien – Sélandien) est un intervalle chaud de climat tropical, elle est suivie d'un intervalle marqué par un refroidissement qui s'exprime par un passage d'un climat tropical à subtropical, qui est la partie supérieure du DSTE (Limite Danien – Sélandien / sommet du DSTE).

Le début du Sélandien est marqué par un climat de type subtropical qui va évoluer vers un climat tropical, pour atteindre un maximum de température à la limite Sélandien – Thanétien. Cet événement hyperthermique est le STTE.

Juste après le STTE, un refroidissement est observé durant la première moitié du Thanétien qui est marqué par un climat à tendance plus subtropicale. A partir du MTIM, la tendance s'inverse et un réchauffement est observé, poussant plus vers un climat tropical.

Enfin, la base du PETM marque un accroissement des températures et la mise en place d'un climat très chaud tropical.

Globalement, le Paléocène est une période chaude à tendances saisonnière sèche, le climat allant graduellement de la base du Paléocène à l'Eocène vers un climat de plus en plus chaud et humide.

Il conviendrait cependant de raffiner ces tendances générales avec d'autres données, paléontologiques (flore et faune) ou isotopiques (rapports D/H mesurés sur les *n*-alcanes permettant de reconstituer l'évolution des conditions hydrologiques, ex. Garel et al., 2014).



Figure 11 : Log de Lairère, concentration des éléments constitutifs dans les lames minces et interprétation des différents environnements de dépôts

ÈS	F6
ás	
tril dation ouchure par les lames minces ★ Echinoderme ∳ Bryozoaire ★ Corall > pellets ← Biotaste V/V Bioturbation ★ Libhobast	
Microcodium Erosion WW Karstification MA-01=sample	



Figure 11 : Log de Lairère, concentration des éléments constitutifs dans les lames minces et interprétation des différents environnements de dépôts

		C		Conti	nontal		Intermédiaire	Marin
		y c I	F1	F2	F3	F4	F5	F6
		e s	<u> </u>		- 	+	<u>Î</u>	Ť
		C y c i i i		Conti F2	nental F3	F4	F5	Marin F6
	e bation racks							
e bation racks	, 							



Figure 11 : Log de Lairère, concentration des éléments constitutifs dans les lames minces et interprétation des différents environnements de dépôts



Figure 12: Corrélation entre différentes courbes isotopiques de la région des Pyrénnées sur le $\delta^{13}C_{org}$ et le $\delta^{13}C_{org}$ et TOC de Lairière **B**: courbe isotopique du $\delta^{13}C_{org}$ réalisée à Zumaia (Storme, 2013); **C**: Courbe isotopique du $\delta^{13}C_{org}$, du TOC et du CaCO₃ réalisées à Albas - Le Clot (Yans et al. 2014); **D**: Courbe isotopique du $\delta^{13}C_{carb}$ réalisée à Berganuy sur les nodules carbonatés des paléosols et courbe $\delta^{18}O$ (Schmitz et Pujalte, 2014); **E**: Courbe isotopique du $\delta^{13}C_{carb}$ réalisée à Fontllonga sur des calcaires, des marnes et des paléosols et courbe $\delta^{18}O$ (Domingo, et al. 2016); **G**: Carte paléogéographique de la zone d'étude modifié à partir de Schmitz et Pujalte, 2014

2) Interprétations sédimentologique et stratigraphique de la coupe du Mas d'Azil

L'interprétation sédimentologique et stratigraphique se base sur l'étude des lames minces, du Log, des analyses biostratigraphiques, ainsi qu'une étude bibliographique (Fig. 15).

a) Placement des Biozones

Les Biozones constituent des éléments clés permettant de caler une coupe. La coupe du Mas d'Azil a été beaucoup étudiée auparavant. Les Biozones sont donc bien connues et précises.

Pour cet exercice, la bibliographie est indispensable, notamment les publications de Serra-Kiel et al. (1998) et Scheibner et al. (2005).

Ces Biozones se démarquent par la présence et le développement de certains foraminifères. Certains de ces foraminifères sont présents dans les lames étudiées et permettent de replacer les Biozones SBZ3 et SBZ4 (Fig. 15).

• SBZ3

La SBZ3 s'étend de la partie supérieure du Sélandien à la partie supérieure du Thanétien. Les foraminifères présents dans les lames et caractéristiques de cette biozone sont : *Fallotella alavensis* (Fig. 13 : A), *Miscellanea yvettae* (Fig. 13 : B), *Ranikothalia bermudezi* (Fig. 13 : C). Ici c'est la présence de *Ranikothalia* dans la lame MA-03-14 à 146 m, qui marque la base de la SBZ3. Cette SBZ3 s'étend donc de 146 m à 281 m (base de la SBZ4). Les *Fallotella* se trouvent dans la lame MA-03-32 à 225 m et *Mescellanea yvettae* dans les lames MA-03-25/26/30/36/38 respectivement à

196 m, 197 m, 208 m, 270 m et 278 m. Cela montre la continuité de la SBZ3 jusqu'à la SBZ4.





Figure 13 : Photographies illustrant certains foraminifères caractéristiques de la SBZ3
A : Fallotella ; B : Miscellanea yvettae ; C : Ranikothalia

• SBZ4

La SBZ4 s'étend de la partie très supérieure du Thanétien à la limite Thanétien-Yprésien.

Des foraminifères caractéristiques de cette biozone, seule *Alveolina levis* a pu être identifiée dans la lame MA-03-39 à 281 m (Fig. 14 : A et B), ce qui permet de placer la base de la SBZ4 et donc le sommet de SBZ3. Le sommet de la SBZ4 est placé à 344 m, à la limite Thanétien-Yprésien.



Figure 14 : Photographie illustrant Alveolina levis caractéristique de la SBZ4 A : Section axiale (an bas à gauche) et section subaxiale (en haut à droite) ; B : Section subéquatoriale

b) Placement des grandes transgressions et régressions marines

Tambareau et al. (1995) et Tambareau (1972) décrivent un certain nombre de grandes transgressions marines du Paléocène (de cycle de troisième ordre) qui ont pu être replacées. Les différentes transgressions seront énumérées et placées sur la coupe en fonction du métrage (Fig. 13).

La base du Danien est marquée par une transgression marine T1 (maximum transgressif à \approx 37 m) qui commence durant le Maastrichtien. Cependant, cette transgression ne s'étend pas assez vers l'Ouest pour permettre la mise en place d'un milieu marin sur la coupe du Mas d'Azil. Le Danien est donc ici, uniquement composé de faciès continentaux.

La T1 est suivie d'une régression qui s'étend de \approx 37 m à \approx 77 m (maximum régressif à \approx 77 m).

Durant la seconde transgression T2, le passage du continental au marin est observé. Le maximum régressif précédant la T2 se situe à 77 m. Le maximum transgressif de la T2 se place grâce à la transition marneuse (MFS) à 119 m. Cela permet de placer la transgression T2 de \approx 77 m à 119 m. Suite à T2, vient une régression de 119 m à \approx 142 m (marquée par une diminution de la bathymétrie à

Suite a 12, vient une regression de 119 m a \approx 142 m (marquee par une diminution de la bathymetrie a partir de 119 m) (maximum régressif à \approx 142 m).

La transgression T3 s'étend de ≈ 142 m à ≈ 229 m (maximum transgressif à ≈ 229 m). T3 est marquée par le passage progressif d'environnements de type plateforme interne à des environnements de type plateforme externe. La fin de la T3 est marquée par la fin des calcaires marins comprenant des *Fallotella* (à 252 m).

Suite à T3, vient une régression de \approx 229 m à \approx 265 m (maximum régressif à \approx 265 m), marquée par le passage progressif d'environnements de plateforme externe à des environnements intertidaux.

La transgression T4 s'étend de ≈ 265 m à ≈ 310 m (maximum transgressif à ≈ 310 m). T3 est marquée par le passage d'environnements intertidaux à des environnements marins, ainsi que par l'apparition d'*Alveolina levis* (SBZ4).

Suite à T4, une régression s'étend de \approx 310 m à \approx 381 m. Le maximum régressif (placé à \approx 381 m) reste très approximatif car un non vu de 36 m est présent au-dessus des derniers bancs continentaux qui indiquent la régression.

La dernière transgression T5 est marquée par le passage de faciès continentaux à des faciès marins. Sa base est placée à \approx 381 m et son maximum transgressif n'est pas visible.



Figure 15 : Log du Mas d'Azil et interprétation des différents environnements de dépôts









Marin

Figure 15 : Log du Mas d'Azil et interprétation des différents environnements de dépôts

3) Corrélations stratigraphiques et séquentielles entre les Corbières et les Petites Pyrénées

L'ensemble des données sédimentologiques, biostratigraphiques et chemostratigraphiques a permis de réaliser des corrélations stratigraphiques et séquentielles, entre les coupes de Lairière et du Mas d'Azil (Fig. 16).

Les cycles de variation eustatique mis en évidence sont du troisième ordre. Ces séquences se mettent en place dans un contexte global transgressif de cycle du deuxième ordre durant le Paléocène (Haq., et al., 1987)

Maastrichtien :

Le Maastrichtien est caractérisé par des faciès continentaux dans l'Est des Petites Pyrénées et dans les Corbières. Cependant durant cet intervalle, plus à l'Ouest dans le Bassin nord pyrénéen, une transgression T1 de faible ampleur se produit, et les variations de faciès dans le domaine continental, évoluant d'un environnement de chenaux fluviatiles à un environnement de plaines alluviales, suggèrent cette transgression.

Danien :

Le Danien est caractérisé par une régression importante, qui affecte les deux régions étudiées, y engendrant le dépôt de formations continentales. Le sommet du Danien est cependant marqué par la transgression T2.

Sélandien :

La moitié inférieure du Sélandien correspond à la poursuite de la transgression T2. Le niveau eustatique est suffisant pour que l'on enregistre des faciès marins de type plateforme interne dans la région des Petites Pyrénées. Au niveau des Corbières, le milieu continental domine toujours.

La moitié supérieure du Sélandien est marquée par une transgression majeure T3. L'augmentation du niveau eustatique entraîne la mise en place d'un milieu de type plateforme externe dans les Petites Pyrénées et permet sur un épisode très court la mise en place d'un milieu de type marin proximal dans les Corbières. La CIE très marquée du SSTE a lieu juste après cette incursion marine, à la fin du Sélandien et représente un évènement remarquable à échelle régionale (visible à Lairière et Zumaia), mais peut-être pas globale. Il conviendra de vérifier sa présence ailleurs dans les Pyrénées et en Provence et de documenter les phénomènes qui l'accompagnent et processus qui la déclenchent.

Thanétien :

La partie inférieure du Thanétien est marquée par une grosse régression. Cette forte diminution du niveau eustatique entraîne la formation d'un milieu intertidal dans la région des petites Pyrénées.

Ensuite, une nouvelle augmentation du niveau eustatique (transgression T4) permet de nouveau l'acquisition très rapide d'un milieu marin dans les Petites Pyrénées.

La partie supérieure du Thanétien est marquée par une baisse globale du niveau eustatique et induit la mise en place de milieux continentaux dans les petites Pyrénées et les Corbières.

Yprésien :

L'Yprésien est caractérisé par une grande transgression T5. L'augmentation du niveau eustatique global engendre la mise en place de milieux marins jusqu'aux Corbières.

Malgré les différences lithologiques de ces deux coupes, la combinaison de plusieurs outils sédimentologiques et stratigraphiques permet de les caler.



Figure 16 : Corrélations stratigraphiques et séquentielles entre les coupes de Lairière et du Mas d'Azil

Conclusion :

Le but de ce travail est de corréler grâce à différentes méthodes complémentaires les coupes de Lairière (Corbières) et du Mas d'Azil (Petites Pyrénées).

L'étude sédimentologique des deux coupes a permis l'élaboration d'un modèle, présentant les différents environnements de dépôt qui se sont succédé dans la région des Corbières et des Petites Pyrénées, au cours du Paléocène.

L'étude géochimique sur la coupe de Lairière a permis de démontrer que l'analyse du $\delta^{13}C_{org}$ est une méthode qui peut être mise en œuvre sur les faciès continentaux et marins de la région, et permet d'obtenir de très bons résultats. Ces résultats ont permis de réaliser une chemostratigraphie, permettant de retrouver les limites Danien-Sélandien / Sélandien-Thanétien et Thanétien-Yprésien. Ainsi que d'émettre deux hypothèses sur le placement de la limite Crétacé-Paléogène. Ceci est très novateur, car le Sélandien n'était jusqu'alors pas identifié dans les Corbières. L'analyse du $\delta^{13}C_{org}$ de la matière organique a permis également de mettre en évidence les événements hyperthermiques du Paléocène et de l'Eocène basal, dont le PETM.

L'étude biostratigraphique sur les foraminifères de la coupe du Mas d'Azil a permis de replacer les biozones sur notre coupe. L'étude des lames palynologiques indique pour le moment que les échantillons prélevés sont assez pauvres en palynomorphes (pollen, spores et dinoflagellés), qui ont probablement été mal préservés dans les faciès continentaux des Corbières. A quelques exceptions près, la palynologie n'est donc pas la méthode la plus adaptée dans le cas de cette étude stratigraphique. L'étude biostratigraphique des dinoflagellés qui est en cours reste cependant prometteuse.

En perspective de ce stage, la stratigraphie pourrait être encore plus affinée.

L'approfondissement de l'étude sédimentologique, et notamment de l'analyse séquentielle, est nécessaire pour la coupe de Lairière en particulier, afin de recenser un maximum de séquences de plus petit ordre (quatrième ou cinquième ordre) et de mieux comprendre les facteurs à l'origine du dépôt des sédiments.

L'étude du $\delta^{13}C_{org}$ sur la coupe de Lairière doit être affinée à la limite Crétacé-Paléogène et Paléocène-Eocène. Ainsi le pas d'échantillonnage doit être plus élevé dans ces intervalles, afin de trancher entre les différentes hypothèses émises dans ce mémoire. De plus, une étude magnétostratigraphique serait intéressante afin de consolider les interprétations réalisées.

L'affinage de l'étude biostratigraphique serait aussi nécessaire en réalisant de nouvelles lames minces sur la coupe du Mas d'Azil, pour tenter de retrouver la présence de l'ensemble des foraminifères caractéristiques de chaque Biozone.

Il serait également nécessaire de réaliser l'étude détaillée des lames palynologiques, afin de déterminer si quelques espèces caractéristiques sont présentes. L'étude détaillée des dinoflagellés permettra d'apporter une précision sur les étages stratigraphiques.

Il conviendra aussi d'étudier plus finement la matière organique (palynofaciès et paramètres du Rock-Eval) afin de contrôler la présence d'éventuelles phases organiques qui pourraient être responsables du signal isotopique très négatif dans les deux fortes CIE mises en évidence au cours de ce travail.

Liste bibliographique :

Berggren W.A., Kent D., Swisher C. and Aubry M.P. (1995), A revises Cenozoic geochronology and chronostratigraphy, Geochronology Time Scales and Global Stratigraphic Correlation, SEPM Special Publication No. 54, ISBN 1-56576-024-7, pp.129-212

Bowen G.J., Koch P.L., Gingerich P.D., Norris R.D., Bais S. and Corfield R.M. (2001), Refined isotope stratigraphy across the continental Paleocene-Eocene Boundary on polecat bench in the Northern bighorn basin, Paleontology, n°.33, pp.73-88

Canérot J. (2009), Les Pyrénées Histoire géologique, Atlantica BRGM éditions, p.516

Choukroune P., Seguret M. and Galdeano A. (1973), Caractéristiques et évolution structurale des Pyrénées : un modèle de relation entre zone orogénique et mouvement des plaques, B.S.G.F., (7), XV, 1973, n° 5-6, pp.600-611

Christophoul F., Soula J.C. , Brusset S., Elibana B., M. Rodazz M., G. Bessiere G. and Deramond J. (2003), Time, place and mode of propagation of foreland basin systems as recorded by the sedimentary fill: examples of the Late Cretaceous and Eocene retro-foreland basins of the north-eastern Pyrenees, Geological Society, London, Special Publication, v. 208, pp. 229-252, doi:10.1144/GSL.SP.2003.208.01.11

Cojan I, Moreau M.G. and Stott L.E. (2000), Stable carbon isotope stratigraphy of the Palogene pedogenic series of southern France as a basis for continental-marine correlation, Geology, March 2000, v. 28, no. 3, pp. 259–262

Cojan I. (2010), Les évènements globaux au travers des plaines d'inondation ou le fil d'Ariane des systèmes fluviatiles, Mémoire d'habilitation à diriger des recherches, p.93

Dickens G.R., O'Neil J.R., Rea D.K, and Owen R.M. (1995), Dissociation of oceanic methane hydrate as a cause of the carbon isotope excursion at the end of the Paleocene. Paleoceanography 10, pp. 965-971.

Domingo L., López-Martínez N., Soler-Gijón R. and Grimes S.T. (2007), A multi-proxy geochemical investigation of the early Paleocene (Danian) continental palaeoclimate at the Fontllonga-3 site (South Central Pyrenees, Spain), Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, 256,pp. 71–85

Domingo L., López-Martínez N., Leng M.J. and Grimes S.T (2009), The Paleocene– Eocene Thermal Maximum record in the organic matter of the Claret and Tendruy continental sections (South-central Pyrenees, Lleida, Spain), Earth and Planetary Science Letters, 281,pp. 226–237

Ford M, Hemmer L., Vacherat A., Gallagher K. and Christophoul F. (2016), Retro-wedge foreland basin evolution along the ECORS line, eastern Pyrenees, France, The Geological Society of London, v. 173, pp. 419-437, doi:10.1144/jgs2015-129

Foucault A and Raoult J.F. (1988), Dicionnaire de géologie, Masson Editeur, p.350

Freytet P. (1970), Les dépôts continentaux et marins du Crétacè supérieur et des couches de passage à l'eocène en Languedoc, Thèse de la Faculté des Sciences d'Orsay, pp.474

Galbrun B. (1997), Did the European dinosaurs disappear before the K-T event? Magnetostratigraphic evidence, Earth and Planetary Science Letters 148, pp. 569-579

Garel S. (2013), Changements paléoenvironnementaux et paléoclimatiques enregistrés dans les faciès continentaux et lagunaires de la limite Paléocène-Eocène des bassins de Paris et de Dieppe-Hampshire : apports de l'étude de la matière organique, Université Pierre et Marie Curie, p. 423

Garel S., Quesnel F., Jacob J., Roche E., Le Milbeau C., Dupuis C., Boussafir M., Baudin F., Schnyder J. (2014), High frequency floral changes at the Paleocene–Eocene boundary revealed by comparative biomarker and palynological studies, Organic Geochemistry, v. 77, pp. 43-58

Gély J.P. and Sztràkos K. (2000), L'évolution paléogéographique et géodynamique du Bassin aquitain au Paléogène : enregistrement et datation de la tectonique pyrénéenne*, Géologie de la France, n°2, 2000, pp. 31-57, 14 fig.

Gradstein F., Ogg J. and Smith A. (2004), A Geologic Time Scale. Cambridge University Press, Cambridge, p. 589

Gradstein F.M., Ogg J.G., Schmitz M. and Ogg G. (2012), The Geological Time Scale 2012. Elsevier Science Ltd., Oxford, vol. 1 & 2, pp. 1-1176.

Haq B.U., Hardenbol J. and Vail P.R., (1987), Chronology of fluctuating sea levels since the Triassic (250 million years ago to present). Science 235, pp. 156-1,167

Hayes J.M. (1993), Factors controlling 13C contents of sedimentary organic compounds: Principles and evidence, Marine Geology, 113, pp. 111-125

Kennett J.P. and Stott L.D. (1991), Abrupt Deep-Sea Warming, Palaeoceanographic Changes and Benthic Extinctions at the End of the Paleocene. Nature, 353, pp. 225-229.

Knox R. (1996), Tectonic controls on sequence development in the Palaeocene and earliest Eocene of southeast England: implications for North Sea stratigraphy, hesselbo, S.P. & Parkinson, D.N. (eds), 1996, Sequence Stratigraphyin British Geology, Geological Society Special Publication No. 103, pp. 209-230.

Koch P.L., Zachos J.C. et Gingerich P.D. (1992), Correlation between isotope records in marine and continental carbon reservoirs near the Palaeocene/Eocene boundary, Nature, Vol 358, pp. 319-322

Kump L.R. et Arthur M.A. (1999), Interpreting carbon-isotope excursions: carbonates and organic matter, Chemical Geology, 161, pp. 181–198

Magioncalda, R., 2004. Chémostratigraphie de la limite Paléocène/Eocène (CIE) fondée sur l'étude de la composition isotopique du carbone organique (¹³Corg‰PDB). Application pour la mise en corrélation de successions continentales, lagunaires et marines. Sud du Bassin de la Mer du Nord (Angleterre, Belgique, NW de la France), Bassin du Bighorn (Wyoming, USA), Domaine Téthysien (Tunisie, Egypte). Unpublished PhD thesis, Faculté Polytechnique de Mons, 161 p + 2 vol of annexes.

Magioncalda R., Dupuis C., Smith T., Steurbaut E. and Gingerich P. D. (2004), Paleocene-Eocene carbon isotope excursion in organic carbon and pedogenic carbonate: Direct comparison in a continental stratigraphic section, Geological Society of America, v. 32, no. 7, pp. 553–556; doi: 10.1130/G20476.1

Maufrangeas A. (2014-2017) intitulée « Dynamique sédimentaire au Paléocène en contexte précoce de bassin d'avant pays dans le domaine nord-pyrénéen » de l'Université de Bordeaux Montaigne. Thèse en cours

McInerney F.A. and Wing, S.L. (2011) The Paleocene-Eocene Thermal Maximum: A Perturbation of Carbon Cycle, Climate, and Biosphere with Implications for the Future. Annual Review of Earth and Planetary Sciences 39, pp. 489–516

Meyers P.A. (1992), Changes in organic carbon stable isotope ratios across the K/T boundary: global or local control? Chemical Geology Isotope Geoscience Section, 101, pp. 283–291.

Meyers P.A. (1997), Organic geochemical proxies of paleoceanographic, paleolimnologic, and paleoclimatic processes. Organic Geochemistry, 27, pp. 213-250.

Plaziat J.C. (1981), Late Cretaceous to late Eocene paleogeographic evolution of SouthWest Europe, Palaeogeography, Palaeoclima tology, Palaeoecology, 36, pp. 263-320

Plaziat J.C. (1966), Contribution à l'étude stratigraphique, paléontologique et sédimentologique du Sparnatien des Corbières Septentrionales (Aude), Thèse de la faculté des sciences de l'Université de paris, p.358

Pujalte V., Schmitz B. and Ignacio Baceta J. (2014), Sea-level changes across the Paleocene– Eocene interval in the Spanish Pyrenees, and their possible relationship with North Atlantic magmatism, Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology, 393, pp. 45–60

Quesnel F. and Gély J.P. (2014), Nouveautés sur le Tertiaire français, Géologues, V. Mars, p.112

Scheibner C., Speijer R.P. and Marzouk A.M. (2005), Turnover of larger foraminifera during the Paleocene-Eocene Thermal Maximum and paleoclimatic control on the evolution of platform ecosystems, Geological Society of America. Geology, v. 33, no. 6, pp. 493–496

Schmitz B. and Pujalte V. (2014), Abrupt increase in seasonal extreme precipitation at the Paleocene-Eocene boundary, Geological Society of America, v. 35, n. 3, pp.215-218

Serra-Kiel J., Caus E., Drobne K., Ferrandez C., Jauhri A.K., Less G., Pavlovec R., Pignatti J., Sanso J.M., Schaub H., Sirel E., Strougo A., Tambareau Y., Tosquella J. and Zakrevskaya E. (1998), Larger foraminiferal biostratigraphy of the Tethyan Paleocene and Eocene, Bull. Soc. Géol. France, t. 169, n°2, pp. 281-299

Sprong J. (2008), Late Danian-early Selandian (~62-60 Ma) sea-level and climatic changes of the southern Thetys (Egypt and Tunisia): Biostratigraphy and paleoenvironmental reconstructions based on foraminifera and other microfosssils, PhD Thesis, Katholieke Universiteit Leuven, pp. 252

Storme J.Y. (2013), Organic Carbon and Nitrogen Isotopes of the Palaeocene-early Eocene: Implications on Stratigraphy, Paleoenvironment and Paleoclimatology, Thèse de l'Université de Namur, p. 559

Tambareau Y., Crochet B., Villatte J. and Deramond J. (1995), Evolution tectono-sédimentaire du versant nord des Pyrénées centre-orientales au Paléocène et à l'Eocène inférieur, Bull. Soc. Géol. France, n°4, pp. 375-387

Tambareau Y. (1972), Thanétien Supérieur et Ilerdien Inférieur des Petites Pyrénées, du Plantaurel et des Chaînons audois, Thèse de l'Université Paul Sabatier de Toulouse, pp.377

Tyson R.V. (1995), Sedimentary organic matter : Organic facies and palynofacies. Chapman and Hall, p.615

Vergés J., Fernàndez M. and Martínez A. (2002), The Pyrenean orogen: pre-, syn-, and post-collisional evolution, In: Rosenbaum, G. and Lister, G. S. 2002. Reconstruction of the evolution of the Alpine Himalayan Orogen. Journal of the Virtual Explorer, 8, pp. 57 - 76

Villatte J. (1962), Etude stratigraphique et paléontologique du Montien des Petites-Pyrénées et du Plantaurel, Thèse de la Faculté des sciences de l'Université de Toulouse, pp.331

Westerhold T., Röhl U., Donner B., Mccarren H.K. and Zachos J.C. (2011), A complete highresolution Paleocene benthic stable isotope record for the central Pacific (ODP Site 1209), Paleoceanography, v. 26, p.2216, doi:10.1029/2010PA002092

Yans J., Marandat B., Masure E., Serra-Kiel J., Schnyder J., Storme J.Y., Marivaux L., Adnet S., Vianey-Liaud M., and Tabuce R. (2014), Refined bio- (benthic foraminifera, dinoflagellate cysts) and chemostratigraphy ($\delta^{13}C_{org}$) of the earliest Eocene at Albas-Le Clot (Corbières, France): implications for mammalian biochronology in Southern Europe, Newsletters on Stratigraphy, Vol. 47/3, pp. 331–353

Zachos J., Pagani M., Sloan L., Thomas E. and Billups K. (2001), Trends, Rhythms, and Aberrations in Global Climate 65 Ma to Present, 27 APRIL 2001 VOL 292 SCIENCE

Zachos J., Dickens G.R. and Zeebe R.E. (2008), An early Cenozoic perspective on greenhouse warming and carbon-cycle dynamics, Nature, Vol 451, pp. 279-283, doi:10.1038/nature06588

Annexes :

Annexe 1 : Protocole de préparation des échantillons pour l'isotopie du carbone organique

89 échantillons ont été prélevés sur la coupe de Lairière en vue de réaliser des analyses géochimiques sur la matière organique contenue dans les roches. Cependant, pour pouvoir faire les analyses géochimiques (isotopie du carbone), les échantillons doivent être préparés en vue des analyses réalisées par spectromètrie de masse (spectromètre de masse en phase gazeuse Thermodelta V plus) qui nécessite des échantillons de roche sous forme de poudre dont la composition est suffisamment « concentrée » en matière organique. La préparation des échantillons suit un protocole bien précis, décrit ci-dessous (d'après Storme, 2013).



Figure 1 : Echantillons prélevés sur le terrain et ramenés au laboratoire de l'ENSEGID

a) Nettoyage et broyage des échantillons

Sur le terrain, les échantillons ont été prélevés « en surface » à l'aide d'un marteau. De ce fait, l'échantillon ne présentait pas que des faces de roche saine, mais aussi des traces d'altération actuelle. Une phase de sciage et de nettoyage s'est alors imposée afin d'obtenir un échantillon uniquement composé de roche saine, et non contaminée. Ensuite chaque échantillon a été broyé à l'aide d'un marteau, puis réduit en poudre grâce à un broyeur mécanique en agate, afin d'obtenir une poudre de roche fine sans agrégat. Le marteau et le broyeur ont été méticuleusement nettoyés à chaque fois pour éviter toute contamination de l'extérieur ou entre les échantillons. Cette poudre fut ensuite placée dans un tube en plastique, puis mise à l'étuve durant 48 h afin qu'elle soit bien sèche. Environ 100 g à 150 g de roche ont été broyés pour chaque échantillon, en vue des différentes analyses à réaliser.



Figure 2 : A : Etape de sciage ; B : Broyage au marteau ; C : Broyage au Broyeur mécanique

b) Mesure du taux de carbonates totaux

Cette étape consiste à mesurer le taux de carbonate dans un échantillon.

Cette mesure est réalisée par calcimétrie.

Le calcimètre de Bernard est constitué d'une burette reliée par un tube souple (de par sa partie supérieure) à la fiole jaugée contenant la poudre et reliée par un autre tube souple (de par sa partie inférieure à un ballon d'eau).

Le principe est de déterminer le volume de CO_2 dégagé par l'échantillon après une attaque à l'acide chlorhydrique (HCl). Ensuite, après une correction de la température et quelques calculs, il est possible de déterminer le taux de carbonates contenus dans la roche.

• Pesée et attaque acide de l'échantillon

Environ 0,4 g de l'échantillon sous forme de poudre est prélevé et pesé grâce à une balance de précision, puis placé dans une fiole. La masse de poudre est alors notée.

Puis 3 ml d'HCl sont pipetés et placés dans un petit tube. Ce tube est ensuite placé dans la fiole contenant la poudre, sans renverser l'acide.

La fiole est ensuite intégrée au système du calcimètre de Bernard.

Le volume initialement contenu dans la burette (V1) est alors noté.

L'acide est ensuite renversé dans la fiole, et réagit avec les carbonates de l'échantillon provoquant une réaction de dégazage de CO₂. Ce gaz remplit le tube souple, puis rentre dans la burette, et fait pression sur l'eau contenue dans la burette. Ce dégazage fait donc baisser le niveau d'eau dans la burette. Un volume (V2) est donc obtenu et noté.

La soustraction du volume V2 - V1 donne le volume de CO_2 dégazé : V_{CO2} .



Figure 1 : A : Calcimètre de Bernard ; *B* : Manipulation du Calcimètre de Bernard

• Correction de la température

Pour permettre le calcul de la masse de carbonates dans l'échantillon, il est nécessaire de connaître le volume qu'occuperait le gaz carbonique à une température de 0°C et à une pression de 760 mm Hg. Pour cela, une correction de la température s'impose. A cette fin, la formule ci-dessous est utilisée :

$$V_{\rm T0} = \frac{273 * V_{CO2}}{273 + T}$$

- $V_{T0} =$ Volume de gaz à 0°C [ml]
- V = Volume de gaz lu à la température t [ml]
- T = température ambiante lors de la mesure [°C]
- Calcul de la masse de CaCO₃ dans l'échantillon

1 cm3 (1 ml) de CO₂ est obtenu à partir de 0,0045 g de CaCO₃. Donc pour obtenir la masse de carbonates, la formule ci-dessous doit être appliquée : $M = 0,0045 * V_{T0}$

- M = masses de carbonates [g]
- $V_{T0} =$ Volume de gaz à 0°C [ml]

Le taux de carbonate peut ensuite être calculé :

$$T = 100 * \frac{M}{x}$$

- T = taux de carbonate [%]
- M = masse de carbonates [g]
- x = masse de l'échantillon [g]

c) Décarbonatation des échantillons

Pour pouvoir effectuer l'analyse isotopique du carbone de la matière organique, il est impératif d'effectuer une décarbonatation complète des échantillons au préalable, dans le but d'éliminer tout le carbone minéral. Car toutes traces de carbone minéral pourraient fausser les mesures sur le carbone organique.

Selon le taux de carbonate contenu dans l'échantillon, la masse d'échantillon à utiliser pour la décarbonatation est différente. Le tableau ci-joint indique une masse d'échantillon à utiliser en fonction de son taux de carbonate et donc pour chaque échantillon, une masse à décarbonater e est déterminée.

% CaCOa	Quantité de roche (poudre)
10%	2,5 g
20%	3 g
30%	3,5 g
40%	4 g
50%	5 g
60%	6,5 g
70%	8 g
80%	9,5 g
90%	11 g

En effet, plus l'échantillon est riche en carbonate, plus la masse requise pour l'analyse isotopique est importante. Car un minimum de carbone organique total est nécessaire pour pouvoir réaliser une mesure fiable, et les échantillons les plus carbonatés étaient ceux qui présentaient le moins de carbone organique.

Durant la phase de décarbonatation, l'échantillon est placé dans un bécher avec 100 ml d'HCl à 25% pour une attaque acide des carbonates. Cette attaque dure plus ou moins une heure en fonction du taux de carbonates présent dans l'échantillon.

Une fois cette étape finie, le surnageant d'acide doit être éliminé.



Figure 3 : Décarbonatation des échantillons

d) Neutralisation de l'échantillon à pH 7 et centrifugation

Cette étape consiste à rincer les échantillons et les ramener à un pH7 après la phase de décarbonatation.

Le tube contenant l'échantillon est rempli d'eau distillée à pH7. Puis ce tube est placé dans une centrifugeuse (4000 tr / 5min) afin que l'échantillon soit bien rincé. Une phase particulaire (échantillon collé au fond du tube, aussi appelé culot) et une phase liquide (mélange d'eau distillée et acide) se mettent alors en place. La phase liquide peut alors aisément être enlevée, puis remplacée par de l'eau distillée propre.

Cette étape est renouvelée jusqu'à ce que l'échantillon atteigne un pH de 7 (entre 5 et 10 fois pour nos échantillons mais normalement c'est entre 10 à 20 fois).

Lorsque le pH de l'échantillon est à pH 7, l'échantillon est versé avec un peu d'eau distillée dans un bécher, puis placé sur une plaque chauffante ou une étuve à moins de 30 °C pour un séchage.

Enfin, l'échantillon est de nouveau broyé à l'aide d'un petit pilon et d'un bol en agate, puis mis en tube.



Figure 4 : A : Rinçage de l'échantillon ; B : Broyage de l'échantillon dans un bol en agate après la phase de séchage

a) Analyse du TOC (Total Organic Carbon)

Une mesure du TOC (Total Organic Carbon) est nécessaire avant de passer les échantillons au spectromètre pour s'assurer que l'échantillon contient assez de matière organique (> 0,07 % TOC) pour que le résultat de l'analyse isotopique soit exploitable. Les analyses ont été réalisées au BRGM par Marine RESPAUT sur un analyseur C-S Horiba Emia 820V.

b) Analyse isotopique du Carbone organique

Le rapport isotopique ¹³C/¹²C du carbone organique total est déterminé par spectrométrie de masse en phase gazeuse, après combustion à 900°C sous flux d'oxygène. L'analyse est effectuée avec un analyseur flash EA 1112 (Thermo) couplé à un spectromètre de masse en flux continu delta V plus Thermo ; les mesures ont été effectuées au BRGM par Christine Fléhoc.



Figure 5 : Récapitulatif des étapes de préparation des échantillons en images (d'après Storme, 2013)

Lame mince	niveau [métre]	oncoide	mudclaste	lithoclaste	pellet	peloide	quartz	algue verte (cayeuxia)	algue rouge	microcodium	ostracode	carophyte	gastropods	bivalves	radiole d'oursin	foraminifères bi-sériés	milioles	alvéolines	anélide	total
LA-01-1	1		0%	0%	0%		95%	5%		0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-2	37		0%	0%	0%		18%	0%		60%	0%	20%	0%	2%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-3	41		0%	0%	0%		0%	0%		0%	100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-4	58		0%	0%	0%		2%	0%		98%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-5	64		0%	0%	0%		5%	0%		95%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-6	114		0%	0%	0%		35%	0%		65%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-7	172		0%	0%	0%		62%	0%		30%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	8%	0%	0%	100%
LA-01-8	174		20%	0%	0%		5%	0%		0%	0%	0%	3%	5%	0%	3%	64%	0%	0%	100%
LA-01-9	175		0%	0%	0%		0%	0%		0%	0%	0%	3%	42%	0%	0%	55%	0%	0%	100%
LA-01-10	176		40%	0%	0%		2%	0%		0%	0%	0%	0%	30%	0%	0%	30%	0%	0%	102%
LA-01-11	176		30%	0%	0%		70%	0%		0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-12	177		0%	0%	0%		0%	0%		0%	100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-13	197		0%	0%	0%		5%	0%		95%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-14	204		0%	0%	0%		75%	0%		25%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-15	226		0%	0%	0%		35%	0%		65%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-16	227,0		0%	0%	0%		20%	0%		80%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-17	228,0		0%	0%	0%		75%	0%		25%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-18	229		0%	0%	0%		70%	0%		30%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-19	284		0%	0%	0%		95%	0%		5%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-20	327		0%	0%	0%		2%	0%		98%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-01-21	343		0%	0%	0%		95%	0%		5%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-04-22	344		0%	0%	0%		95%	0%		5%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-04-23	359		0%	0%	0%		0%	0%		68%	20%	0%	0%	12%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-04-24	376		0%	20%	0%		0%	0%		0%	25%	8%	5%	34%	0%	0%	0%	0%	8%	100%
LA-04-376,5	376,5		0%	0%	0%		0%	0%		0%	0%	0%	0%	25%	0%	0%	65%	10%	0%	100%
LA-04-25	377		0%	0%	0%		0%	0%		95%	0%	0%	0%	5%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-04-26	378		0%	0%	0%		0%	0%		100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-04-27	462		0%	71%	0%		5%	2%		0%	0%	0%	0%	2%	0%	0%	10%	10%	0%	100%
LA-04-28	466		0%	0%	0%		100%	0%		0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	100%
LA-04-29	476		0%	0%	0%		0%	8%		0%	0%	0%	6%	8%	0%	5%	60%	0%	13%	100%

Annexe 3 : Charte stratigraphique du Cénozoïque détaillée établie avec le Timescale Creator (Quesnel et Gély, 2014)

Biozona	tions co	mm	only	/ used in	NW Euro	opean	Basins		^						Marine Sequences																							
one	ic	fossils	ysts	and Jae	Euro	ope Man	nmals		Modified after TimeScale Creator 2012 chart								EPM /an; 2008)	level ers ent)																				
hktonic minifer	r Benth ifers Z	Nanno	ellate C oreal) 2	hytes a		seuc	pean	Standard Chronostratigraphy		Standard Chronostratigraphy		Standard Chronostratigraphy		Standard Chronostratigraphy		Standard Chronostratigraphy				Standard Chrono		Standard Chronostratig		Standard Chronostratigrap		Standard Chronostra		Standard Chronostratigra		Standard Chronostratigra		Standard Chronostratigraphy		hy	France France Belg	ces (SE r Tethy chutter,	m Sea- is (met	
Plar Foral ub-Tro	Large oramir	areous	noflag. .Atl./B	Charop	ELMA	MP Zo	er Euro nmal z		omaç	olar	-	riod	och	e / ige	SPs	tegic of and	equen obal o and Sc	ort-Ter ynthes lative																				
S	Ľ.	Calc	ΞZ	00		-NM	Othe man	Ма	Ğ	Ľ	E	Pe	Ŭ U U	Ag	8 S S	ш	Haq GI	Sho																				
Pt1		NN20 NN19				un-named		1		C1		Quater -nary	Pleisto	Tarantian / Ionian / Calabrian /	GSSP	chien dns	USE I GHE	3																				
PL5 [Atl.] PL4 [Atl.] PL5 [Pac.]	Not named	NN18 NN17 NN16	021			MN17 MN16		3		C2 C2A		Tiary	-cene Plio-	Gelasian	GSSP	Reu- vérien	Pia1	MV~																				
NPL3/ NPL2/ PL1 (Atl.)	, internation	NN14 NN13 NN12				MN15 MN14		4 5		C3			cene	Zanclean	GSSP	Bruns-	Za1																					
M14		alt NN11	D20	Nitellopsis (Tectochara)		MN13		6 7		C3A				Messinian	GSSP	R Pontier Susterie	Me1	2																				
M13		a <u>NN11</u> NN10		erusca		MN12 MN11		8		C4						ien sien																						
M12		NN9 NN8	D19			MN10 MN9		10		C4A		ы		Tortonian		Vallés = Anvers nien																						
(<u>M10</u>) M9	SBZ26	NN7				MN7-8		12		C5A		eoge		Serravallian	GSSP	acien néen ndobo	Tor1	\sum																				
M8 M7		NN5	D18			MN6		13		C5AB C5A C5A C5A		ž	cene		GSSP	iti Astar en _{Saviç} Vi elvétie	Ser1	2																				
M6 M5						MN5		15 16		C5A D C5B			Mio	Langhian	<u></u> ,	Pon -lévié He																						
M4		NN4	D17	Nitellopsis (Tectochara) ginsburgi		MN4		17 18		C5C C5D				Purdigalian		Orlágnion	Bur4																					
M3	SBZ25		1			MN3		19 20		C5E C6				Duruiganan		Offeather	Bur2																					
M2	SBZ24	NN2	D16	Stephanocha		MN2		21		C6A C6AA				Aquitanian	``` +	Aginien	Bur1																					
M1		(<u>NN1</u>		Rantzieniella nitida		MN1 MP30		22		C6B C6C				Aquitarilari	GSSP	Agimen	Aq1																					
07	SBZ23	NP25		Chara notata		MP29 MP28 MP27		24 25		C7 C7A							Ch3																					
06			D15	Stephano	Arvernian	MP26		26 27		C8			e	Chattian																								
05	SBZ22b	NP24		-chara ungeri Chara microcera		MP25		28		C9			Jocer		<u></u> +		Ch2 Ch1	\leq																				
03	58222a		-	Rhabdochara		MP24 MP23		30		C11			Olig				—Ru3 —																					
02	SBZ21	NP23	D14	major	Suevian	MP22		31 32		C12	oic			Rupelian		Stampien																						
01		NP2	D13	Stephano -chara pinguis Stephanocha		MP21	sue-fro	33 34		C13	enoz				GSSP	 Sannoisien	Ru1	$\langle \rangle$																				
E15	SBZ20	NP19 20	D12	Harrisichara vasiformis tuberculata	Headonian	MP19 MP18	medium-curtun pseudothaleri	35 36		C15	ŏ			Priabonian		grien dien orfien	Pr3																					
E14	SBZ19 	NP18		/ Gyrogona \ tuberosa Psilochara \ repanda /		/MB17 b MB17 a	vectnanus ste-dep	37		C16					·	Lu	Pr2	5																				
E13	CP717	NP17	D11	Raskyella ∖ <u>vadaszi</u> Chara friteli		MP16	lautricense- siderolithicum CRZ	39						Bartonian		Marinésien	Bart1																					
E12 E11			D10	Raskyella pecki	Robiacian	MP15		40 41		C18					. <u></u> ,	Auversien																						
E10	SBZ15 SBZ14			Maedleriella		MP14	eoc-rhin CRZ	42 43		C19		e				Wemmelien	Lu4																					
E9 E8		NP15	5	embergen		MP13		44 45		C20		ogen	sene	Lutetian		Lédien	Lu3																					
	SBZ13	_	D9		Geiseltalian	MP12 MP11		46				Pale	Ш			Bruxellien	Lu2																					
E7	SBZ12	NP14		Nitellopsis (Tectochara)				48		C21					GSSP	2	Lu1	5																				
E6	SBZ11	NP13		maieri	Grauvian	MP10		49 50		C22						isien	<u>Yp10</u>	~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~	کر																			
E5	SBZ10	NP12	D8				PE V PE IV	51 52		C23				Ypresian		Cu Cu	Υ <u>p8</u>		~																			
E4	SBZ9 SBZ8	NP11	D7	piveteaui	Neuetrian	MP8-9	PE III	53 54								Spar	Yn4		A																			
E3 E2 F1	SBZ7 SBZ6 SBZ5	NP10	D6 D5	Peckichara disermas	weustnam	MP7		55 56		C24					GSSP	Ilerd		4																				
P5	SBZ4	NP9		Sphaero		MP6		57	57	Thanetian		Landé	Th6 Th5	Ş																								
P4	SBZ3	NP8 NP7 NP6	D4				Walkestut	59		C25			Ð		GSSP	nien u	Th2	4																				
Ba	SBZ2	NP5	D3	Dughiella			Menat LF	60 61		C26			ocen	Selandian	GSSP	Heersie itrollier																						
P2		NP4	D2	Jacmans		MP 1-5	Hainin LF	62 63		C27			Pale			intien ien V	Da4																					
P1	SBZ1	NP3	D1	Peckichara				64		C28				Danian		arumn	Da3																					
Pa P0 Plummerita hantkeninoides/		NP1		llobregatensis Peckichara sertulata			/Fontilonga 3\ \LF/	66		C29					GSSP	C	Da1																					
Pseudoguembe -lina hariaensis/ Abathomphalus		6626		Peckichara sp. Microchara				67 68		C30	zoic	seous	eous	chtian			Ma5																					
Racemiguembe -lina fructicosa		CC25		Septorella				69 70		C31	Meso	retac	Lat	laastric			Ma2	~																				
-lina palpebra ∫ Gansserina gansseri		CC24		ultima				71		C32	2	0	õ	Þ																								



Annexe 4 : Courbe du δ 13Corg de LA-05 callée avec la courbe de LA-04



~ 51 ~

Lexique :

CIE : Carbon Isotopic Ecursion DSTE : Danian - Selandian Transition Event EECO : Early Eocene Climatic Optimum ELPE : Early Late Paleocene Event LLDE : Large Latest Danian Event Limite K-P : Limite Crétacé – Paleocene MPBE : Mid Peleocene Biotic Event MTIM : Mid Thanetian Isotope maximum PETM : Paleocene - Eocene Thermal Maximum STTE : Selandian Thanetian Transition Event TOC : Total Organic Carbon

Table des figures :

Figure 1 : Image de l'évolution du domaine plissé des Pyrénées en relation avec les déplacements relatifs de la plaque Ibérie et de la plaque Europe (Choukroune et al., 1973)
Figure 2 : Schéma structural des Pyrénées et localisation des zones d'études (Canérot, 2009)5
Figure 3 : Récapitulatif des équivalences entre chartre stratigraphique internationale et étages litho-stratigraphiques caractéristiques des Corbières ainsi que les courbes des variations eustatiques, des températures et du $\delta^{13}C$ (Thèse Maufrangeas)
Figure 4 : Principales formations stratigraphiques du Paléocène et de l'Ilerdien sur le versant Nord pyrénéen à l'Est du plateau de Lannemazan (Tambareau et al., 1995)
Figure 5.1 : Carte paléogéographique du Dano-Montien (Plaziat, 1981)9
Figure 5.2 : Carte paléogéographique du Thanétien (Plaziat, 1981)9
Figure 5.3 : Carte paléogéographique du d'but du Sparnacien (Plaziat, 1981)9
Figure 6 : Photographie illustrant les différents faciès macroscopiques de la coupe de Lairière
Figure 7 : Photographie illustrant les différents faciès microscopiques de la coupe de Lairière
Figure 8 : Photographies illustrant les différents faciès microscopiques de la coupe du Mas d'Azil
Figure 9 : Bloc diagramme représentatif de paléogéographie de la zone d'étude lors du Thanétien moyen
Figure 10 : A : Résultats des analyses isotopiques sur le carbone de la matière organique sur la coupe de Lairière B : Interprétation des résultats isotopiques de la coupe de Lairière24
Figure 11 : Log de Lairère, concentration des éléments constitutifs dans les lames minces et interprétation des différents environnements de dépôts
Figure 12 : Corrélation entre différentes courbes isotopiques de la région des Pyrénnées sur le $\delta^{13}C_{org}$ et le $\delta^{13}C_{carb}$ 32
Figure 13 : Photographies illustrant certains foraminifères caractéristiques de la SBZ3
Figure 14 : Photographie illustrant Alveolina levis caractéristique de la SBZ4
Figure 15 : Log du Mas d'Azil et interprétation des différents environnements de dépôts
Figure 16 : Corrélations stratigraphiques et séquentielles entre les coupes de Lairière et du Mas d'Azil