Quelques recherches sur la méthode Potassium-Argon.

C. Cassignol

► To cite this version:

C. Cassignol. Quelques recherches sur la méthode Potassium-Argon.. Bulletin de l'Association française pour l'étude du quaternaire, 1979, 16 (1), pp.27-33. 10.3406/quate.1979.1343 . hal-03408823

HAL Id: hal-03408823

<https://hal.science/hal-03408823>

Submitted on 29 Oct 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Quelques recherches sur la méthode Potassium-Argon.

C. Cassignol

Citer ce document / Cite this document :

Cassignol C. Quelques recherches sur la méthode Potassium-Argon.. In: Bulletin de l'Association française pour l'étude du quaternaire, vol. 16, n°1-2, 1979. pp. 27-33;

doi : <https://doi.org/10.3406/quate.1979.1343>

https://www.persee.fr/doc/quate_0004-5500_1979_num_16_1_1343

Fichier pdf généré le 06/11/2020

Abstract

The radioactive disintegration of ^{40}K supplies a method of datation for Potassium-bearing minerals and rocks, by measuring one daughter product, the ^{40}Ar . We use an improved method of measuring Argon, more accurate than the conventional one with spiking, and systematic error free. Other mechanisms of systematic errors are examined, coming from either the treatment of the mineral samples, or the samples themselves. Rocks and minerals are then reviewed for the datability in the quaternary range. Our present overall accuracy for zero age compact basalts is about (± 20.000 years).

Résumé

On sait que la désintégration radioactive du Potassium 40 des roches volcaniques permet de mesurer leur âge, par dosage de l'Argon 40, produit de cette désintégration, qui y reste occlus. Un perfectionnement à la technique du dosage de l'Argon (incluant l'abandon de la dilution isotopique) est décrit, qui augmente la précision des mesures, et les met à l'abri d'erreurs systématiques. D'autres causes d'erreur systématique sont aussi envisagées dont l'origine se situe dans les échantillons minéraux (présence de phases à formation précoce contenant de l'Argon 40 en excès) ou dans leur traitement avant la mesure (pré-dégazage discriminant). Les roches et minéraux volcaniques sont ensuite passés en revue au point de vue de la databilité dans les âges quaternaires. Notre limite actuelle de précision globale pour les basaltes massifs d'âge zéro est (± 20.000 années) environ.

QUELQUES RECHERCHES SUR LA MÉTHODE POTASSIUM-ARGON

par C. CASSIGNOL *

RESUME

On sait que la désintégration radioactive du Potassium 40 des roches volcaniques permet de mesurer leur âge, par dosage de l'Argon 40, produit de cette désintégration, qui y reste occlus. Un perfectionnement à la technique du dosage de l'Argon (incluant l'abandon de la dilution isotopique) est décrit, qui augmente la précision des mesures, et les met à l'abri d'erreurs systématiques. D'autres causes d'erreur systématique sont aussi envisagées dont l'origine se situe dans les échantillons minéraux (présence de phases à formation précoce contenant de l'Argon 40 en excès) ou dans leur traitement avant la mesure (pré-dégazage discriminant). Les roches et minéraux volcaniques sont ensuite passés en revue au point de vue de la databilité dans les âges quaternaires. Notre limite actuelle de précision globale pour les basaltes massifs d'âge zéro est $(\pm \frac{20.000}{0} \text{ années})$ environ.

ABSTRACT

The radioactive disintegration of 40 K supplies a method of datation for Potassium-bearing minerals and rocks, by measuring one daughter product, the 40 A. We use an improved method of measuring Argon, more accurate than the conventional one with spiking, and systematic error free. Other mechanisms of systematic errors are examined, coming from either the treatment of the mineral samples, or the samples themselves. Rocks and minerals are then reviewed for the datability in the quaternary range. Our present overall accuracy for zero age compact basalts is about $(\pm \frac{20.000}{0} \text{ years})$.

INTRODUCTION

Le Laboratoire Potassium-Argon du Centre des Faibles Radioactivités a été créé en 1971 avec, comme objectif principal la datation d'événements climatiques, paléomagnétiques et paléontologiques récents, en moyenne au-dessous du million d'années. Ceci représentait des progrès considérables à accomplir, les déterminations d'âge dans cette période étant alors incertaines. Comme exemple de problème particulier abordé de bonne heure, citons la datation de l'inversion magnétique de Laschamp par Zähringer [1] dont le résultat et son exploitation nous semblent aujourd'hui devoir être revus.

Y. Gourinard a déjà traité dans ce Bulletin [2] de l'état actuel et des perspectives de développement de l'application de la méthode Potassium-Argon aux âges quaternaires. Deux ans plus tard, et avec le concours d'une technique renouvelée, nous pensons pouvoir faire état de résultats positifs, constituant une étape valable dans la masse des travaux qui restent à faire.

Le présent article concerne uniquement la datation des événements quaternaires, donc très récents par rapport au domaine ordinaire de la méthode Potassium-Argon. Nous passerons rapidement sur le principe de la méthode et ses développements techniques essentiels. On pourra se référer si nécessaire aux ouvrages cités en bibliographie [2, 3, 4,]. Par contre, nous insisterons sur l'idée motrice de notre méthode particulière [5]. Mentionnons aussi que les datations quaternaires par le Potassium-Argon sont faites exclusivement à partir de roches volcaniques et non, par exemple, de roches sédimentaires, dont l'histoire s'étend en général sur des périodes beaucoup trop longues.

I. — PRINCIPE DE LA METHODE POTASSIUM-ARGON

La méthode de datation Potassium-Argon est fondée sur la radioactivité du Potassium 40. Cet isotope

* Centre des Faibles Radioactivités, laboratoire mixte CNRS-CEA, 91190, Gif-sur-Yvette (France).

rare (0,0119 %) décroît suivant trois schémas de désintégration. Dans le plus fréquent (88,8 % des cas), il décroît par émission β^- et donne naissance à du Calcium 40. Les deux autres schémas, qui totalisent les 11,2 % des cas restants, donnent naissance à de l'Argon 40. Le plus important est la capture par le noyau d'un électron du cortège électronique (capture K). L'autre est l'émission d'un électron positif (β^+). Le dosage de l'argon radiogénique est la base de la méthode Potassium-Argon.

Considérons le basalte d'une chambre magmatique. Il contient des gaz à l'état dissous, notamment cet Argon 40. Lors de l'éruption, la pression autour de la coulée diminuant fortement, les gaz sont éliminés, et le basalte solidifié a perdu tout son argon radiogénique magmatique. Dans le temps qui suit la solidification, la décroissance du Potassium 40 du basalte engendre de l'Argon 40 qui y reste occlus. Comme nous le verrons plus loin, ceci représente un cas idéal impliquant notamment le dégazage intégral du basalte à l'instant zéro, et la rétention intégrale de l'argon radiogénique par la suite. L'instant zéro est celui de la mise en place de la lave après éruption. Le dosage de cet argon radiogénique, comparé à celui du potassium, permet de calculer l'âge de la coulée. La relation entre ces trois grandeurs est :

$$t = 4320 \log_{(10)} \left(1 + \frac{134,7 A^*}{K} \right) \quad (1)$$

La faible valeur des âges quaternaires, comparés à la période du Potassium 40 (1,31 milliards d'années) autorise l'abandon du logarithme et l'emploi de l'expression simplifiée suivante, exacte à mieux que le millièème pour des âges inférieurs à 3 millions d'années.

$$t = 2,53 \cdot 10^5 \frac{A^*}{K} \quad (2)$$

Dans ces expressions, A^* représente le nombre de centimètres cubes, mesurés dans les conditions normales de température et de pression, d'Argon 40 radiogénique, extraits d'un échantillon. K représente le nombre de grammes de potassium (potassium naturel, au sens chimique du terme) contenus dans cet échantillon. L'âge t est donné en millions d'années.

On vérifiera sur ces expressions que la quantité d'argon radiogénique devient très faible pour les âges très jeunes. Ce ne serait pas une difficulté insurmontable à proprement parler, car on pourrait, dans certaines limites, augmenter la dimension des échantillons minéraux. La véritable difficulté réside dans le fait que l'argon radiogénique est toujours mélangé d'une certaine quantité d'argon d'origine différente, que l'on appelle contamination. Cet argon non radiogénique provient, en partie des installations d'extraction, de purification et de mesure, en partie des échantillons minéraux eux-mêmes. L'argon de contamination est

un mélange des trois isotopes (36, 38, et 40) de l'argon naturel (atmosphérique) et, si l'on ne connaît pas sa composition isotopique, il n'y a aucun moyen de doser l'argon radiogénique seul. Fort heureusement, il a été constaté que sa composition isotopique était celle de l'argon naturel (*), à une approximation généralement suffisante que nous discuterons par la suite, et que nous admettons provisoirement comme telle. Dans ces conditions, il devient possible de doser l'argon radiogénique. On opère ainsi :

On mesure, d'une part le nombre total d'atomes d'Argon 40 (**) (radiogénique + contamination) extraits de l'échantillon minéral considéré, d'autre part, le nombre d'atomes d'Argon 36. Ce dernier nombre est multiplié par 295,5, rapport des abondances de ces deux isotopes dans l'argon atmosphérique ; le résultat est le nombre d'atomes d'argon de contamination. On soustrait ce dernier nombre du nombre total d'atomes d'Argon 40. On a ainsi l'argon radiogénique.

La quantité d'argon de contamination (par gramme d'échantillon) n'est pas directement reliée à l'âge. Elle aurait tendance à augmenter avec celui-ci, mais moins vite que la quantité d'argon radiogénique. Il en résulte que la proportion d'argon radiogénique décroît avec l'âge. On peut apprécier la difficulté des mesures : L'argon radiogénique est la différence de deux quantités très voisines (le pourcentage d'argon de contamination peut dépasser 99 dans certains cas) et la délicatesse de la mesure touche à l'acrobatie. Par ailleurs, la moindre inexactitude sur la composition isotopique de l'argon de contamination peut avoir des conséquences incalculables.

2. - LES MATERIAUX ET LEUR TRAITEMENT

Toute roche volcanique contenant du potassium et ne présentant pas de signe sensible d'altération peut être un chronomètre Potassium-Argon valable. Il convient de remarquer que si la mesure de l'argon radiogénique devient difficile pour les âges très faibles, son résultat gagne en fiabilité, car les effets habituels de l'altération (élaboration de la contamination, perte de potassium par lessivage, perte d'argon radiogénique par réchauffement, etc. . .) n'ont pas eu le temps de se manifester. Remarquons que, sauf cas exceptionnels,

(*) Les abondances isotopiques dans l'argon atmosphérique sont :

40 A : 0,99600 38 A : 0,00063 36 A : 0,00337

Les rapports de ces abondances isotopiques sont :

40 A/36 A : 295,6 40 A/38 A : 1,581 36 A/38 A : 5,35

(**) Nous donnons ici la quantité d'argon en nombre d'atomes. A titre indicatif, notons que 1 cc d'argon T.P.N. contient $2,6075 \cdot 10^{19}$ atomes. L'importance des prises d'argon total dans une mesure se chiffre par millionnièmes de centimètres cube.

la technique de prélèvement sur le terrain intéresse surtout les parties des roches voisines de la surface offerte à l'altération.

Les roches utilisées comme chronomètres sont en premier lieu les basaltes, massifs ou scoriacés, mais aussi les phonolithes, les andésites, les trachytes, les rhyolites...

Il est parfois indiqué d'opérer sur des minéraux triés. Si leur formation n'est pas antérieure à la mise en place de la roche, ils peuvent fournir des âges plus précis que la roche totale s'ils sont plus riches en potassium. Ils sont également plus homogènes. Les minéraux le plus souvent utilisés dans ce but sont : les feldspaths potassiques (jusqu'à 12 % K) ; les biotites (5-6 % K).

Par contre, les minéraux à cristallisation précoce (pyroxènes, olivines, et certains plagioclases) contiennent de l'Argon 40 hérité et perturbent les mesures obtenues sur la roche totale.

Résumons l'ensemble des opérations qui aboutissent à la datation d'une roche éruptive, par exemple un basalte.

Le basalte est broyé ; une fraction granulométrique convenable est séparée par tamisage. Cette fraction est divisée en plusieurs parties qui sont pesées séparément, les unes servant au dosage du potassium, les autres au dosage de l'argon radiogénique. Le dosage du potassium s'effectue le plus souvent par spectrométrie atomique d'absorption. Cette méthode permet de garantir sans trop de difficultés une précision de l'ordre de 1 % sur les roches à 1 % de potassium. L'exposé de la méthode ne présente aucune particularité touchant le but recherché. Nous n'en dirons donc rien de plus.

Par contre nous commenterons les opérations aboutissant à la mesure de l'argon radiogénique.

3. — EXTRACTION ET PURIFICATION DE L'ARGON

Une prise de l'échantillon rocheux (quelques grammes) est introduite dans un four à induction (creuset de molybdène ou de tantale) à l'intérieur d'une enveloppe étanche et isolante convenable (en verre pyrex ou en quartz) dans laquelle on commence par faire un très bon vide pour éliminer notamment l'argon de l'air ambiant. Le creuset est ensuite chauffé par courants de Foucault à une température pouvant atteindre 1800°C. Le basalte fond et les gaz y occlus sont désorbés. Ces gaz sont constitués par une partie de gaz chimiquement actifs (gaz de l'air, vapeur d'eau, etc.) et par de l'argon radiogénique contaminé par l'argon atmosphérique qui a pénétré dans les roches. Les autres gaz nobles sont très peu abondants et peuvent être ignorés délibérément. Ces gaz sont purgés de leurs com-

posants actifs par des pièges froids et des absorbants chimiques (getters) convenables. Le résidu, argon radiogénique et argon contaminant, est alors traité pour le dosage de l'argon radiogénique.

La première mise sous vide est souvent prolongée et accompagnée d'un chauffage de l'échantillon à une température atteignant 300°. Le but de ce préchauffage est d'éliminer un maximum de gaz actifs pour soulager le dispositif de purification après fusion, mais aussi pour diminuer le taux de contamination d'argon. On admet en effet que l'argon de contamination, pour la part imputable à la roche est physisorbé dans celle-ci, et peut donc être éliminé ainsi, alors que l'argon radiogénique est fixé plus solidement par l'effet de recul qui accompagne la désintégration du noyau parent, et résiste à l'action du chauffage. En réalité on ne doit user de cette procédure qu'avec beaucoup de prudence, car, d'une part on peut perdre des quantités appréciables d'argon radiogénique, d'autre part, l'élimination de l'argon de contamination peut, si elle est partielle, s'accompagner d'effets de discrimination isotopique modifiant l'âge apparent*. Il arrive en effet que le même basalte enregistre des variations d'âge apparent monotones quand le prédégazage est prolongé ou effectué à des températures croissantes, et ceci a, dans une autre hypothèse que nous ne faisons pas nôtre, donné naissance à une méthode d'analyse des résultats, la méthode isochrone [6] employée dans plusieurs laboratoires. Nous préférons pour notre part, éviter dans la mesure du possible de modifier le contenu d'argon des roches : le dégazage préliminaire est effectué à la température ambiante, et la granulométrie des échantillons est grossière (2 mm env.). Ceci nous imposera d'améliorer sensiblement le dosage de l'argon radiogénique. C'est ce à quoi nous nous sommes attachés.

4. — DOSAGE DE L'ARGON RADIOGENIQUE

L'argon purifié est alors introduit dans la cellule d'un spectromètre de masse. Dans cet appareil, les atomes d'argon sont ionisés par un jet d'électrons émis par un filament chauffé et accélérés sous quelques dizaines de volts. Les ions positifs créés sont accélérés sous une tension continue et formés en un faisceau délié délimité par une fente. Là s'arrête l'action de la source d'ions. Les ions sont lancés dans un espace électriquement équipotentiel dans lequel ils rencontrent un champ magnétique transversal qui courbe leurs trajectoires dans la direction perpendiculaire à la fois

(*) L'âge apparent est le résultat brut des expressions (1) et (2). Il n'est pas, comme on le voit ici, systématiquement égal à l'âge réel.

à leur vecteur vitesse et à la direction du champ magnétique. Si ce dernier est uniforme, les trajectoires ioniques sont des cercles, pour lesquels la relation suivante :

$$M V = 4,8 \cdot 10^{-5} (B R)^2 \quad (3)$$

est vérifiée. Dans cette relation, M est donné en unités de masse atomique, R en centimètres. La tension d'accélération V est donné en volts, le champ magnétique en oersted.

Dans notre appareil (THN 205), la déviation est à 180° , le rayon de la trajectoire de travail R est de 6 cm. B vaut 3500 oersted. La tension d'accélération pour l'Argon 40 est d'environ 530 volts.

On voit sur l'expression (3) que si B et V sont constants, R est une fonction de M . Les faisceaux d'ions de chaque isotope de l'argon sont séparés spatialement, et on peut mesurer séparément les courants qu'ils transportent en faisant défiler le spectre de masse sur un collecteur unique (par variation commandées de V ou de B), ou en disposant un collecteur fixe sur le trajet de chaque faisceau si la dispersion est suffisante. C'est la première méthode qui est utilisée le plus souvent. Les courants ioniques mesurés sont, en première approximation, mais en première approximation seulement, proportionnels aux concentrations respectives des isotopes de l'argon dans la phase gazeuse.

Bien entendu, la cellule du spectromètre de masse est soigneusement évacuée avant l'introduction de l'argon. La quantité d'argon introduite se chiffre par millièmes de centimètre cube, mesurée dans les conditions normales de température et de pression. La pression correspondante, dans une cellule de un litre, est de quelques 10^{-6} millimètres de mercure. Elle est suffisamment basse pour que l'argon non ionisé ne perturbe pas sensiblement les trajectoires ioniques.

Suivant une opinion largement répandue et généralement fondée, les spectromètres de masse ne sont pas des appareils de mesure absolue. Ils sont incapables de mesurer une pression partielle, ce qui, dans le cas de l'argon, donnerait directement les quantités introduites de chaque isotope. Ils ne peuvent mesurer que le rapport de deux pressions partielles.

On constate en effet, en règle générale, que les signaux d'argon évoluent dans le temps à partir de l'introduction dans le spectromètre, cette évolution (décroissance) pouvant dépasser 20 % en une demi-heure, et ceci montre que la hauteur des signaux n'est pas représentative des pressions partielles correspondantes.

Pour tourner cette difficulté, on emploie l'artifice de la dilution isotopique. Avant l'introduction de l'argon dans la cellule, on lui ajoute une quantité connue d'Argon 38, traceur ou "spike" dans le langage du Potassium-Argon. On introduit le mélange et on mesure le rapport des pressions partielles des Argon 40 et 38. En effet, on n'a pas supprimé l'évolution

des signaux, mais elle est la même pour les trois isotopes, et ceci permet de comparer les pressions partielles en permanence. L'Argon 40 de contamination est obtenu, comme il a été dit plus haut, en multipliant la quantité d'Argon 36 par 295.6. Le résultat global d'une mesure est le rapport de la quantité d'argon radiogénique à celle, connue, du traceur d'Argon 38.

Nous avons modifié et, croyons nous, amélioré la méthode classique de dosage de l'argon en mettant à profit une observation faite dans les premiers temps de notre travail sur le K/A. Comme nous venons de le voir, les signaux d'argon se mettent à évoluer dès l'introduction des gaz. Dans le même temps, on enregistre une remontée de pression des gaz actifs désorbés par les parois du spectromètre (principalement l'hydrogène, l'eau et le monoxyde de carbone). C'est le spectromètre lui-même qui détecte ces remontées de pression partielle. Il suffit d'observer la croissance des signaux ioniques aux masses 2, 18 et 28 respectivement.

Nous avons pensé qu'il y avait peut être une relation de cause à effet entre l'évolution des gaz actifs et celle des signaux de l'argon, et en conséquence nous avons bloqué l'évolution des gaz actifs en disposant un getter en activité dans la cellule. Nous avons alors constaté que le niveau des gaz actifs était maintenu constant et très bas d'une part, d'autre part que l'évolution des signaux d'argon était pratiquement supprimée. Bien que le mécanisme de cette relation soit loin d'être clair, le résultat est d'un grand intérêt pratique. Bien plus, la hauteur des signaux d'argon est devenue directement représentative des quantités introduites de chaque isotope, et ce, avec une très bonne reproductibilité, à condition, bien entendu, de contrôler soigneusement les paramètres de fonctionnement du spectromètre.

Il devient possible d'étalonner celui-ci en fonction de la quantité d'argon introduite. La référence quantitative du "spike" n'étant plus nécessaire, nous l'avons supprimée. Le spectromètre de masse est devenu, dans ce cas particulier peut être exceptionnel, un appareil de mesure absolue.

Tout ceci entraîne plusieurs circonstances favorables : En premier lieu, la suppression de l'évolution des signaux autorise l'emploi de circuits de mesure de haute performance, avec une amélioration de la précision et de la fiabilité.

En deuxième lieu, il devient possible, par la disparition du "spike", de mesurer l'Argon 38 des échantillons minéraux. Si le rapport de son abondance à celle de l'Argon 36 est le même que dans le cas de l'argon atmosphérique, l'argon de contamination est de l'argon atmosphérique, et la méthode de correction que nous avons appliquée est correcte. Dans le cas contraire, (et nous avons observé des exceptions significatives) le résultat devra être tenu en doute.

L'avantage principal est à notre avis la suppression des risques d'erreur systématique dans le cas des âges très faibles, dont nous croyons que la méthode habituelle ne s'affranchit pas. Voyons comment.

Les spectromètres de masse présentent le défaut de distorsion, ou discrimination de masse, qui consiste en ceci : le rapport des signaux correspondant à deux isotopes donnés n'est pas tout à fait égal au rapport des abondances isotopiques respectives. Par exemple, si dans l'argon atmosphérique le rapport des abondances isotopiques de l'Argon 40 et de l'Argon 36 est 295,6, le rapport des signaux ioniques correspondants pourra différer de 10 % ou même plus de cette valeur. Ce rapport des signaux ioniques, que nous désignerons par "rapport atmosphérique 40/36 instrumental" dépend des paramètres électriques appliqués à la source d'ions mais aussi, quand ces derniers sont maintenus constants, de la quantité d'argon introduite dans le spectromètre. Cette dépendance, relativement accentuée sur les appareils à 180° (comme le nôtre, ce qui nous a permis de la caractériser) est atténuée dans le cas des appareils à secteur magnétique mais n'en est pas moins présente. Le fait de la négliger peut entraîner une erreur systématique importante quand l'échantillon à mesurer est très contaminé et a donc une composition isotopique voisine de l'argon atmosphérique. En effet, la correction de la contamination ne s'effectue pas dans la pratique de la façon schématique que nous avons indiquée plus haut (par utilisation du rapport vrai égal à 295,6) mais par l'utilisation du "rapport atmosphérique 40/36 instrumental", qui varie d'une expérience à l'autre.

Nous avons tenu compte de cette variation pour établir notre mode opératoire.

Nous introduisons un échantillon d'argon minéral dans la cellule du spectromètre de masse et nous mesurons les signaux des trois isotopes de l'argon. La cellule est alors évacuée et de l'argon atmosphérique est introduit sous la même pression (les signaux d'Argon 40 ont la même hauteur dans les deux mesures) et mesuré de la même façon. Le "rapport atmosphérique 40/36 instrumental" étant le même dans les deux cas, on calcule le rapport vrai pour l'échantillon, ce qui détermine le pourcentage d'argon radiogénique dans l'Argon 40 total. Un étalonnage préalable a fait correspondre au signal d'Argon 40 un nombre donné d'atomes. Nous en déduisons le nombre d'atomes d'argon radiogénique et l'âge, compte tenu du dosage du potassium.

La précision de la mesure de la quantité d'Argon 40 total est en général de quelques dix-millièmes. Celle de l'Argon 36 est moins bonne, car cet isotope étant au moins 295,6 fois plus rare, le rapport signal/bruit dans la mesure est moins favorable. La précision sur le signal 36 reste meilleure que le millième. On en déduit que l'argon radiogénique d'un échantillon conta-

miné à 90 % est approximativement connu à 1 % près, et encore à 10 % près s'il est contaminé à 99 %. Ceci nous a permis de dater des basaltes à 1 % de potassium aux alentours de 30.000 ans, avec la précision citée en dernier lieu.

Cette précision est loin d'être la limite de notre méthode de mesure, mais le vrai problème est maintenant ailleurs. Il est dans la signification des âges apparents, c'est-à-dire dans la fiabilité globale de la méthode, au-delà des mesures et dosages de l'argon et du potassium.

5. — FIABILITE DE LA METHODE POTASSIUM-ARGON

Le chronomètre défini par la relation 1 donne des âges corrects aux conditions suivantes :

A) les mesures d'argon radiogénique et de potassium sont elles-mêmes correctes,

B) la marche du chronomètre est correcte,

C) le chronomètre a été "remis à zéro" à l'instant initial.

A — Il n'y a rien de particulier à dire sur le dosage du potassium. Pour le dosage de l'argon radiogénique, nous répétons que, au-delà de la mesure proprement dite, la composition isotopique de l'argon de contamination prend une importance tout à fait prépondérante quand le pourcentage d'argon radiogénique dans l'argon total est faible. C'est le cas notamment pour les âges faibles, en particulier quaternaires. Nous disposons peut être d'un moyen, que nous n'avons pas encore utilisé systématiquement, de surmonter cet inconvénient : c'est l'exploitation quantitative de la mesure de l'Argon 38 des échantillons. Nous avons constaté dans certains cas que la proportion de cet isotope, comparée à celle de l'isotope 36, n'était pas celle de l'argon atmosphérique. En première analyse, ce test nous a fait considérer comme douteux les âges calculés dans ces cas. Mais on peut essayer d'aller plus loin. Si l'on admet que la contamination tant pour la part qui incombe aux échantillons et à leur traitement que pour celle qui incombe à nos appareils (blanc instrumental) est d'origine atmosphérique, on pourra postuler que la discrimination isotopique entre l'Argon 36 et l'Argon 38 est la même qu'entre l'Argon 38 et l'Argon 40 ; donc calculer différemment l'Argon 40 de contamination. Ce moyen n'est évidemment pas disponible si l'on pratique la dilution isotopique.

B — L'échantillon considéré ne doit avoir perdu ni gagné d'argon ou de potassium depuis sa mise en place.

Dans le cas des âges récents, qui est le seul qui nous préoccupe ici, les variations des teneurs d'une roche en potassium et en argon radiogénique ont peu d'importance. Notons toutefois que l'altération des basaltes sub-tropicaux est sensible même pour le quaternaire.

C – Les phases de cristallisation précoce sont des éléments de perturbation importants. Elles prennent naissance dans les chambres magmatiques, sous pression élevée, en présence d'argon radiogénique magmatique en solution. Lors de l'émission, ces phases conservent, au moins en partie, leur argon radiogénique. L'âge mesuré est trop fort.

Le cas extrême est constitué par les roches grenues (syénites, gabbros), associées à certaines provinces volcaniques. La proportion de ces phases peut dépasser 50 %. Les âges apparents peuvent excéder les âges réels de plusieurs dizaines de millions d'années [7].

Un autre cas de non remise à zéro du chronomètre est celui des basaltes sub-aquatiques. Ils se solidifient sous pression élevée, proportionnelle à la profondeur de l'éruption. Il s'ensuit que le dégazage est moins efficace que pour un basalte sub-aérien. De l'argon magmatique reste occlus, en solution solide, dans la phase vitreuse. L'âge apparent croît, de façon générale, avec la profondeur de dragage pour dépasser, par exemple, 43 millions d'années d'âge apparent pour des basaltes actuels dragués à 2.500 mètres [8].

6. – AUTOUR DE L'AGE ZERO

L'intervention des causes perturbatrices est rarement aussi importante que dans les cas extrêmes cités plus haut. S'il en était ainsi la méthode de datation Potassium-Argon n'existerait pas.

Cependant dans le cas des âges quaternaires, la faiblesse des quantités d'Argon radiogénique rend nécessaire un contrôle très précis de l'intervention des dites causes.

Nos recherches dans ce domaine n'en sont encore qu'à leur début. L'approche, purement empirique, consiste à mesurer les âges apparents de roches d'âge parfaitement connu, coulées historiques ou datées par le Carbone 14, à constater les écarts non imputables à l'imprécision des mesures, et à les classer suivant le type de roche traité. Plus tard, nous nous efforcerons de remonter aux causes, et d'établir les règles de correction de ces perturbations, en vue de donner les âges fiables là où aucune autre méthode de datation n'est applicable.

Les roches étudiées sont des roches volcaniques effusives de surface [9],

Basaltes

a) Basaltes massifs (prélevés au cœur de la coulée).

La coulée de St Saturnin (Chaîne des Puys) datée par le Carbone 14 à 7.600 ± 300 ans au moyen de charbon de bois prélevé sous la semelle, nous a donné en cinq mesures, un âge Potassium-Argon de 30.000 ± 3.000 ans.

Le basalte massif d'une coulée de l'Etna 1971, nous a donné, en deux mesures un âge apparent de 17.000 ± 5.000 ans.

Dans ces deux cas, l'excès de l'âge apparent sur l'âge réel est de quelques 20.000 ans, et est très supérieur aux erreurs de mesure. Dans le cas de St Saturnin, une partie au moins de cet excès peut être expliqué par la présence de pyroxènes. Une vérification quantitative est en cours.

b) Basaltes scoriacés.

Le basalte scoriacé de l'Etna, 1971, donne des âges apparents beaucoup plus élevés (100.000 ans) et passablement dispersés. C'est le comportement général de ce type de roches. Ici une explication fondée sur les phéno-cristaux semble exclue. Il s'agit plus vraisemblablement d'un phénomène de discrimination isotopique lors du pré-dégazage, tel que Gourinard en a décrit. On peut aussi supposer que les scories, plus rapidement refroidies que le cœur de la coulée sont moins bien dégazées et ont retenu une proportion plus importante d'Argon magmatique.

Trachytes, dacites, rhyolites et en général roches eruptives visqueuses

La domite du Puy Lacroix (Chaîne des Puys), datée à environ 8.000 ans par le ^{14}C sur des fusains prélevés sous les projections a donné des âges apparents Potassium-Argon "négatifs" (proportion d'Argon 36 un peu plus forte dans l'échantillon que dans l'air) de l'ordre de 40.000 à 60.000 ans en valeur absolue, et ce, malgré la présence de plagioclase de cristallisation précoce, présentant un excès d'Argon 40. Des comportements semblables ont été observés par Dalrymple [10] et Gourinard [2].

Cependant, l'obsidienne de la dernière éruption de l'île Lipari, qui remonte à l'époque romaine, nous a donné trois valeurs comprises entre zéro et 5.000 ans. Ce matériau est le seul à ce jour pour lequel l'âge apparent Potassium-Argon coïncide avec l'âge réel à la précision des mesures près. Toutefois, Dalrymple signale un léger excès d'Argon 36 dans l'obsidienne des Glassy Mountains [10].

CONCLUSION

Ces résultats sont certes encourageants, mais l'étape qui se présente maintenant semble devoir être beaucoup plus délicate que celles qui l'ont précédée. Nous l'aborderons avec un optimisme raisonnable.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Bonhommet N., Zahringer J., 1969. — Paleomagnetism and Potassium-Argon age determinations of the Laschamp geomagnetic polarity event. *Earth. Plan. Sc. Letters*, 6, 43-46.
- [2] Gourinard Y., 1975. — Méthode Potassium-Argon et chronologie quaternaire. *Bull. AFEQ*, 2, 83-89.
- [3] Dalrymple G.B., Lanphere M.A., 1969. — Potassium Argon dating. Freeman and c^o ed., San Francisco.
- [4] Schaeffer O.A., Zahringer J. and Coll., 1966. — Potassium-Argon dating. Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New-York.
- [5] Cassignol C., Cornette Y., David B., Gillot P.Y., 1977. — Technologie Potassium-Argon Rapport C.E. A. à paraître.
- [6] Donville B., 1973. — Geochronologie Potassium-Argon. Apports technologiques et méthodologiques pour les âges récents. Thèse d'Etat, Toulouse.
- [7] Mac Dougall I., 1971. — The geochronology and evolution of the young volcanic Island of Reunion, Indian Ocean. *Geochim. Cosmochim. Acta*, 35, 261-288.
- [8] Dalrymple G.B., Moore J.G., 1968. — Argon 40 : excess in submarine pillow basalts from Kilauea Volcano, Hawaii. *Science*, 161, 1132-1135.
- [9] Gillot P.Y., à paraître.
- [10] Dalrymple G.B., 1969. — 40 Ar/36 Ar analyses of historic lava flows. *Earth Plan. Sc. Letters*, 6, 47-55.