



DOCUP 2002-2006

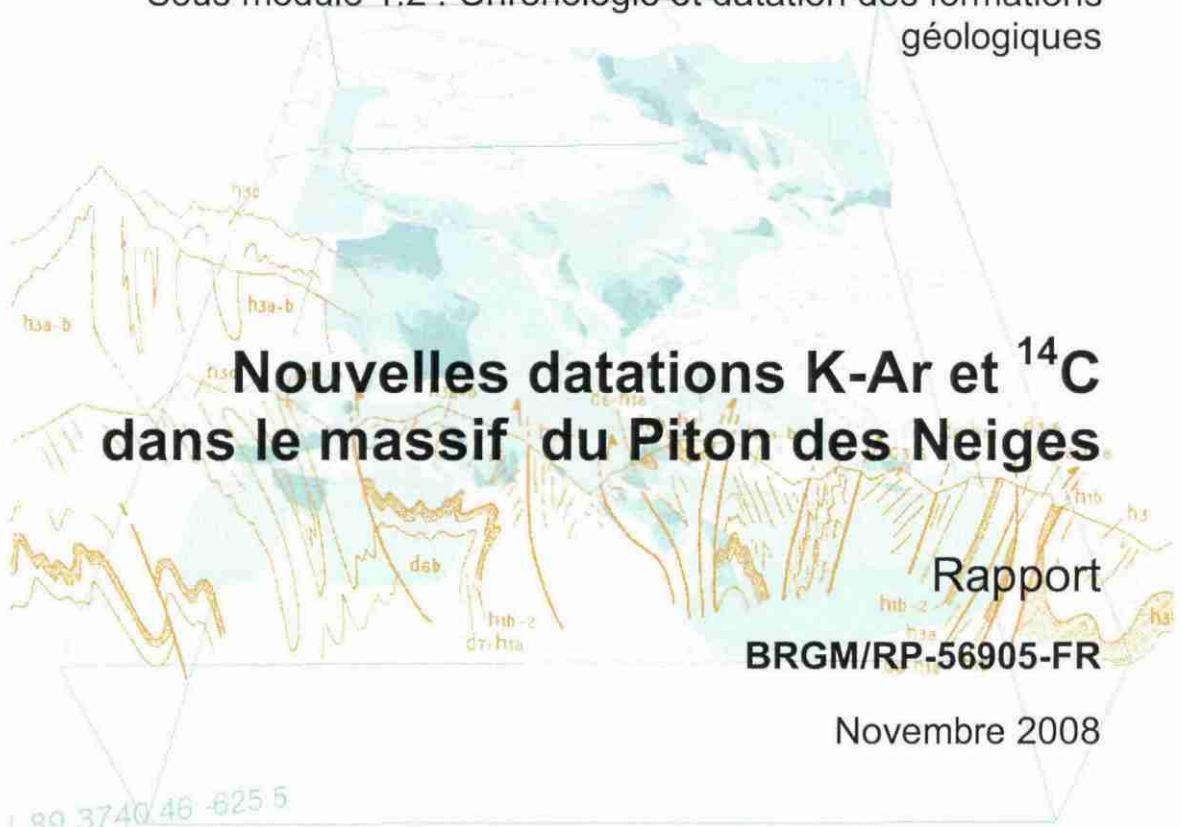
Cadre d'intervention C5-03

Projet de recherche :

Les mouvements de terrain de grande ampleur
dans les cirques et les grandes ravines de La Réunion

Module 1 : Géologie du Piton des Neiges

Sous module 1.2 : Chronologie et datation des formations
géologiques



brgm

Géosciences pour une Terre durable



Nouvelles datations K-Ar et ^{14}C dans le massif du Piton des Neiges

Rapport

BRGM/RP-56905-FR

Novembre 2008

Étude réalisée dans le cadre des projets
de Recherche du BRGM

M. Cruchet, P. Nehlig, N. Arnaud, P. Chevalier, F. Lacquement

BRGM

3 5000 00049297 4

Vérificateur :

Nom : Pierre Nehlig

Date : 18/11/08

Signature :

Approbateur :

Nom : J-Louis Nédellec

Date : 20/11/08

Signature :

En l'absence de signature, notamment pour les rapports diffusés en version numérique,
l'original signé est disponible aux Archives du BRGM.

Le système de management de la qualité du BRGM est certifié AFAQ ISO 9001:2000.



Géosciences pour une Terre durable

Mots clés : La Réunion, Datations, Ages, Cirques, Piton des Neiges.

En bibliographie, ce rapport sera cité de la façon suivante :

Cruchet M., Nehlig P., Arnaud N., Chevalier P., Lacquement F. - 2008 – Nouvelles datations K-Ar et ^{14}C dans le massif du Piton des Neiges – rapport BRGM RP-56905-FR – 22 p. – 5 illustrations – 5 Tableaux - 4 Annexes.

© BRGM, 2008, ce document ne peut être reproduit en totalité ou en partie sans l'autorisation expresse du BRGM.

Synthèse

Dans le cadre de la cartographie géologique des cirques du Piton des Neiges (programme de recherche Myterre sur l'étude des mouvements de terrain de grande ampleur à La Réunion), des datations ont été réalisées sur des laves et des bois.

Ces travaux de géochronologie qui font l'objet du sous module 1.2 du programme de recherche ont permis de préciser les grandes périodes d'édification du massif du piton des Neiges.

27 laves ont été datées selon la méthode Potassium-Argon par le Laboratoire des Sciences et du Climat et de l'Environnement du CEA-CNRS.

Ces nouvelles datations complètent celles effectuées lors des différents travaux scientifiques depuis les années 70. La compilation effectuée en début de programme en collaboration avec le LSTUR (Laboratoire des Sciences de la Terre de l'Université de La Réunion) avait permis de rassembler 200 datations – BRGM/RP-52681-FR.

L'âge des laves prélevées dans les cirques et dans les remparts entourant ces derniers montre que les cirques *actuels* se sont pour l'essentiel creusés après la fin de l"édification d'un vaste stratovolcan il y a 210 000 ans environ.

L'érosion du stratovolcan a mis à jour les océanites anciennes qui affleurent au fond des cirques. Les océanites y sont recouvertes par des formations volcaniques récentes qui se sont épanchées depuis le Piton des Neiges *sensu stricto* pendant la période de formation des cirques, depuis 200 000 ans.

Les formations volcaniques récentes ont été soumises à d'importants mouvements gravitaires dont certains sont toujours actifs. Elles sont souvent déformées et mêlées aux brèches provenant de l'érosion des reliefs (remparts et flancs du volcan).

Les travaux de géochronologie associés aux travaux de cartographie permettent de mieux comprendre l'origine des mouvements de grande ampleur dans les cirques et les grandes ravines de la Réunion.

7 datations effectuées sur des bois contenus dans des alluvions et dans des coulées de débris ont donné des âges très récents, entre 1300 ans et 3500 ans, dans les cirques de Salazie et Mafate. Ils confirment la très forte activité érosive dans les cirques au cours des derniers 10 000 ans.

Couplés à la cartographie des formations volcaniques ,ces travaux géochronologiques permettent de préciser les grandes crises morpho-dynamiques qui ont façonné le relief du massif du Piton des Neiges et de comprendre l'origine des mouvements de grande ampleur.

Sommaire

1. INTRODUCTION.....	8
2. DATATIONS K AR.....	9
2.1. Datations K-Ar 2003-2004	9
2.2. Datations K-Ar 2007-2008	9
2.3. Résultats	14
2.3.1. Datations des laves du cirque de Salazie	14
2.3.2. Datations des laves du cirque de Cilaos	16
2.4. Synthèse sur les résultats des nouvelles datations K/Ar	18
3. DATATIONS ^{14}C	19
4. BIBLIOGRAPHIE.....	22

Liste des illustrations

Illustration 1 : Carte de localisation des datations K-Ar.....	12
Illustration 2 : Ages des formations géologiques du cirque de Salazie (nouvelles datations en jaune)	15
Illustration 3 : Ages des formations géologiques du cirque de Cilaos (nouvelles datations en jaune).....	17
Illustration 4 : Histogramme des âges des datations K-Ar Mvterre 2004-2008	18
Illustration 5 : Localisation des datations ^{14}C effectuées dans le cadre du programme Mvterre	21

Liste des tableaux

Tableau 1: Liste des échantillons datés par la méthode K- Ar en 2004	10
Tableau 2: Liste des échantillons datés par la méthode K-Ar en 2007 et 2008	11
Tableau 3 : Coordonnées (x, y z) des échantillons datés par la méthode K-Ar dans le cadre du programme Mvterre.....	13
Tableau 4 : Datations radiogéniques au ^{14}C sur bois ou débris organiques	20
Tableau 5 : Coordonnées (x, y, z) des datations ^{14}C effectuées dans le cadre du programme Mvterre	20

Liste des Annexes

Annexe 1 : Rapport CEA 2004	
Annexe 2 : Rapport CEA 2007	
Annexe 3 : Rapport CEA 2008	
Annexe 4 : Résultat des analyses C14	

1. Introduction

Dans le cadre de l'intervention C5.03 du DOCUP (soutenir la recherche et le développement sur les phénomènes de risques naturels), le BRGM s'est engagé dans la réalisation d'un programme de recherche sur les mouvements de terrain de grande ampleur dans les cirques et les grandes ravines à La Réunion (programme MVTerre). Le sous-module 1.2 du programme prévoit la réalisation de datations radiogéniques

De nouvelles datations ont été réalisées sur des échantillons prélevés lors de la cartographie des cirques en 2002-2003-2004 puis en 2007-2008.

La compilation de toutes les données bibliographiques existantes sur les datations a fait l'objet d'un premier rapport dans le cadre du projet (rapport BRGM/RP-52681-FR). Ces travaux ont permis de circonscrire les secteurs et/ou les formations géologiques non datés.

Les laves ayant fait l'objet de datations radiogéniques sont localisées soit dans les cirques de Mafate et de Cilaos, soit dans les remparts entourant ces derniers. Quelques échantillons supplémentaires ont été choisis compte tenu de leur intérêt dans la compréhension de l'histoire géologique du massif du Piton des Neiges.

Quelques datations au ^{14}C ont été réalisées sur des échantillons de bois trouvés dans les formations détritiques des cirques de Salazie et de Mafate.

27 analyses ont été confiées au Laboratoire des Sciences du climat et de l'Environnement (LSCE), Unité Mixte de Recherche CEA – CNRS. Les datations ont été effectuées selon la méthode Potassium-Argon sans traceur (cf. résultats en annexes 1, 2 et 3).

7 datations au ^{14}C ont été confiées au laboratoire BETANALYTIC INC (cf. résultats en annexe 4).

2. Datations K Ar

2.1. DATATIONS K-AR 2003-2004

17 échantillons ont pu être datés en 2004 ; 7 en provenance du cirque de Salazie (échantillons PC) et 10 en provenance du cirque de Cilaos (échantillons FL).

Les roches du cirque de Salazie ont été prélevées :

- dans les berges de la rivière du Mât. Les laves appartiennent à la formation de Mare à Poules d'Eau (ref PC 1453, PC 1454) ;
- sur les plateaux d'Artimor et de Bras Sec, dominant la rivière du Mât (2 échantillons PC 723 ; PC 739) ;
- dans le rempart Nord du Cirque de Salazie, dominant Bé Cabot (3 échantillons PC1457, PC1458, PC1459).

Les roches du cirque de Cilaos ont été prélevées :

- dans le cône de scories de Mare Sèche (FL51) ;
- dans des coulées à Bras Sec et à Ilet à Cordes, à la base, au milieu et au sommet des ensembles laviques (FL319 b, FL339, FL366 a, FL366 b et FL598 2) ;
- dans les intrusions recouvrant les brèches (FL353 ; FL611) ;
- dans un bloc de faciès lavique « apparemment récent » au sein d'une brèche « apparemment ancienne » (FL706) ;
- dans les premières coulées différencierées reposant sur les coulées d'océanites au pied de la montée du coteau de Kervéguen (FL396).

2.2. DATATIONS K-AR 2007-2008

Les datations réalisées en 2007-2008 avaient pour objectif de compléter les informations dans les cirques et sur les hauts des remparts délimitant les cirques et dans les grandes ravines de l'île.

10 nouvelles datations radiogéniques K-Ar ont été effectuées sur :

- 4 échantillons prélevés dans la partie Ouest du cirque de Salazie, cartographiée en 2004 et 2007 (DS-01, DS-02, DS-03, DS-04) ;
- 3 échantillons prélevés sur les sommets des remparts délimitant le paléo cirque de Bébourg-Bélouve et de Cilaos, au sommet du Mazerin (MA-01) et du piton de l'Entre Deux (DP-02) et sur le plateau de Kervéguen (DP-01) ;
- 2 échantillons concernent les laves du cœur du cirque de Cilaos, dans les secteurs d'Ilet à Cordes et de Gueule Rouge (DC-01, DC-02) ;
- 1 dernier échantillon a été prélevé dans une coulée de lave recouvrant les alluvions à l'embouchure de la rivière Saint-Denis (DP-04).

Réf BRGM	Réf. LSCE	Age en Ka	Faciès	Localisation
<i>Cirque de Salazie</i>				
PC 723	723	807 +-46	Basalte légèrement vacuolaire	Artimor
PC 739	739	156 +-5	Basalte aphyrique très frais	Bras sec
PC 1453-0	1453	101 +- 5	Basalte à feldspath (roche pintade)	Rivière du Mât
PC 1454	1454	111 +-6	Basalte à feldspath (roche pintade)	Rivière du Mât
PC 1457	1457	300 +-5	Basalte aphyrique	Rampart Bé Cabot
PC 1458	1458	280 +-8	Basalte aphyrique	Rempart Bé Cabot
PC 1459	1459	224 +-7	Basalte à feldspath (roche pintade)	Rempart Bé Cabot
<i>Cirque de Cilaos</i>				
FL 51	51	62 +-3	Basalte à plagio dans cône scories	Cilaos - Mare Sèche
FL 319	319 B	100 +-5	Basalte à feldspath	Ravine Kervéguen
FL 339	339	96 +-3	Basalte à feldspath	Bras Sec
FL 353	353	354 +-20	Dyke recoupant des brèches B 1	Bras de Benjoin
FL 366 A	366 A	69 +-5	Basalte scoriacé aphyrique	Bras de Benjoin
FL 366 B	366 B	351 +-7	Basalte à plagioclases	Bras de Benjoin
FL 396	396	347 +-7	Basalte à plagioclases	Montée Kervéguen
FL 598-2	598 -2	272 +-8	Basalte à olivine et plagio	Ravine Bras Sec
FL 611	611	554 +- 13	Sill fracturé dans brèche B1	Bras de Benjoin
FL 706	706	9 +-3	Lave claire dans brèche B 1	Bassin des Salazes

Tableau 1: Liste des échantillons datés par la méthode K- Ar en 2004

Réf. échantillon	Age en Ka	Localisation	Faciès
DS-01	316 +7	Salazie Ravine Blanche	Dôme coulée
DS-02	357 +8	Salazie Ravine Blanche	Coulée basaltique
DS-03	97 +6	Mare à Martin	Elément de brèche monogénique de Grand Ilet
DS-04	115 +4	Salazie - Piton Marmite	Coulée différentiée sommitale
DC-01	573 +17	Crique de Cilaos	Coulée d'Ilet à Cordes
DC-02	1369 +39	Cirque de Cilaos	Coulée d'océanite du Gros Morne de Gueule Rouge
DP-01	69 +2	Plateau Kervéguen	Coulée différentiée sommitale
DP-02	213 +5	Sommet de l'Entre-Deux	Coulée différentiée sommitale
DP-04	194 +5	Rivière Saint-Denis La Redoute	Coulée de fond de vallée
MA-01	241 +5	Rempart du Mazerin	Coulée différentiée aphyrique sommitale

Tableau 2: Liste des échantillons datés par la méthode K-Ar en 2007 et 2008

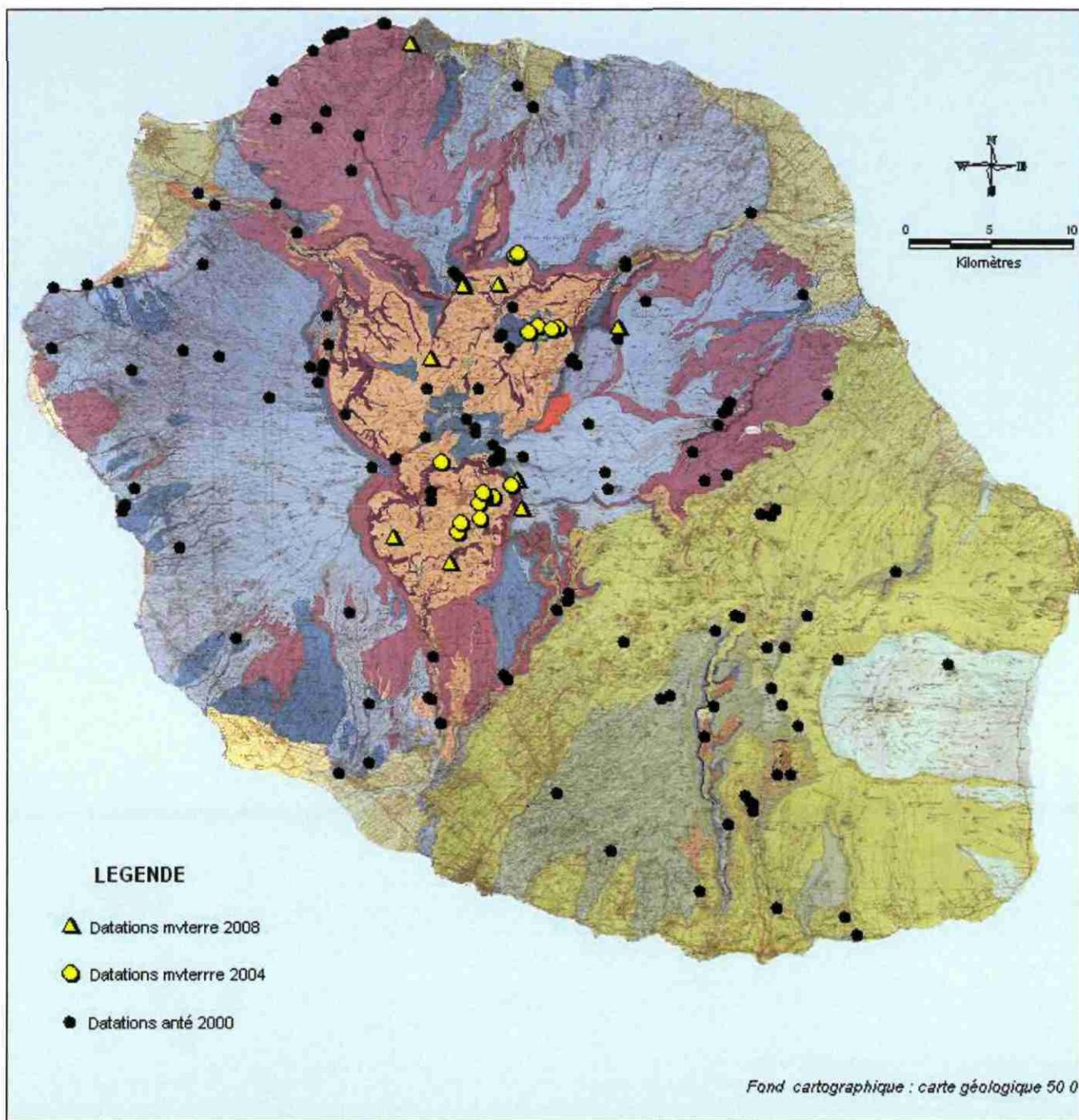


Illustration 1 : Carte de localisation des datations K-Ar

Référence échantillon	X en m	Y en m	Z en m	Ages en ka
PC723	158913,430	59836,992	851	807 +-46
PC739	158301,644	59479,590	743	156 +-5
PC1453/0	160103,367	59730,418	514	101 +- 5
PC1454	159705,756	59656,231	532	111 +-6
PC1457	157522,097	63990,132	1380	300 +-5
PC1458	157562,346	64066,190	1445	280 +-8
PC1459	157723,517	64159,391	1580	224 +-7
FL51	154229,330	47940,050	1145	62 +-3
FL319	155672,577	49508,389	1175	100 +-5
FL339	156264,274	49473,861	1355	96 +-3
FL353	155366,486	49105,027	1095	354 +-20
FL366a	155590,007	49701,983	1162	69 +-5
FL366b	155590,007	49701,983	1162	351 +-7
FL396	157318,012	50235,365	1790	347 +-7
FL598-2	155429,777	48212,403	1145	272 +-8
FL611	154023,463	47391,645	1020	554 +- 13
FL706	152998,566	51596,987	1350	9 +-3
DS-01	154313,401	62459,552	1140	316 +-7
DS-02	154286,367	62304,867	1120	357 +-8
DS-03	156474,076	62358,979	1080	97 +-6
DS_04	152373,870	57882,445	1870	115 +-4
DC-01	150194,493	47048,096	1070	573 +-17
DC-02	153631,981	45570,488	1120	1369 +-39
DP-01	157670,275	50559,140	2230	69 +-2
DP-02	157999,283	48835,165	2295	213 +-5
DP-04	151237,563	76932,643	35	194 +-5
MA-01	163767,792	59834,582	1540	241 +-5

(Coordonnées Piton des Neiges–Gauss Laborde – Réunion IGN)

Tableau 3 : Coordonnées (x, y z) des échantillons datés par la méthode K-Ar dans le cadre du programme Mvterre

2.3. RESULTATS

Ces nouveaux résultats radiogéniques ont fourni des éléments pertinents pour comprendre la formation des cirques et sont présentés dans les travaux de cartographie des cirques (cf notices des cartes géologiques des cirques).

2.3.1. Datations des laves du cirque de Salazie

Les âges obtenus sur les laves du cirque de Salazie sont reportés sur la carte en illustration 2.

Les coulées de pied du rempart Nord du cirque de Salazie ont des âges supérieurs à 300 000 ans (**300 ka / PC1457, 316 ka / DS 01, 357 ka / DS 02.**)

Les coulées de roche pintade armant le sommet du rempart dominant Bé Cabot ont été datées à **224 ka (PC1459)**. Leur âge est voisin de celui des coulées armant le sommet de rempart sous la Roche Ecrite.

Les dernières coulées de lave différenciée du sommet du rempart du Mazerin sont datées à 241 000 ans. Ce rempart représente la bordure Est du paléocirque de Salazie.

Les formations laviques rencontrées dans le fond du cirque appartiennent aux séries différencierées récentes du massif du Piton des Neiges avec des âges inférieurs à 200 000 ans. Les nouvelles datations confirment les résultats antérieurs.

La formation de Mare à Poule d'Eau constituée de coulées de basalte différencié a été datée à 100 000 ans (**97 ka /DS 03 , 101 ka / PC 1453 ; 111 ka / PC 1454**).

Les laves entourant le Piton d'Enchaing ont des âges compris entre 138 000 ans et 187 000 ans. La datation à 156 000 ans sur l'échantillon PC 739 confirme les datations plus anciennes.

Les coulées du piton Mamite situé en bordure de la route forestière des Hauts de Mafate sont également très récentes et ont été datées à **115 ka (DS 04)**.

Ces laves très récentes côtoient des laves beaucoup plus anciennes. Ainsi, un basalte vacuolaire a été daté à **807 ka / PC 723**. Ces laves anciennes affleurent au pied du rempart de Bélouve.

Aucune lave présentant des âges compris entre 350 000 et 200 000 ans n'a été datée dans le cirque. Ces laves (séries des roches pintades précoce) qui constituent tous les remparts entourant le cirque ont été érodées et évacuées hors du cirque.

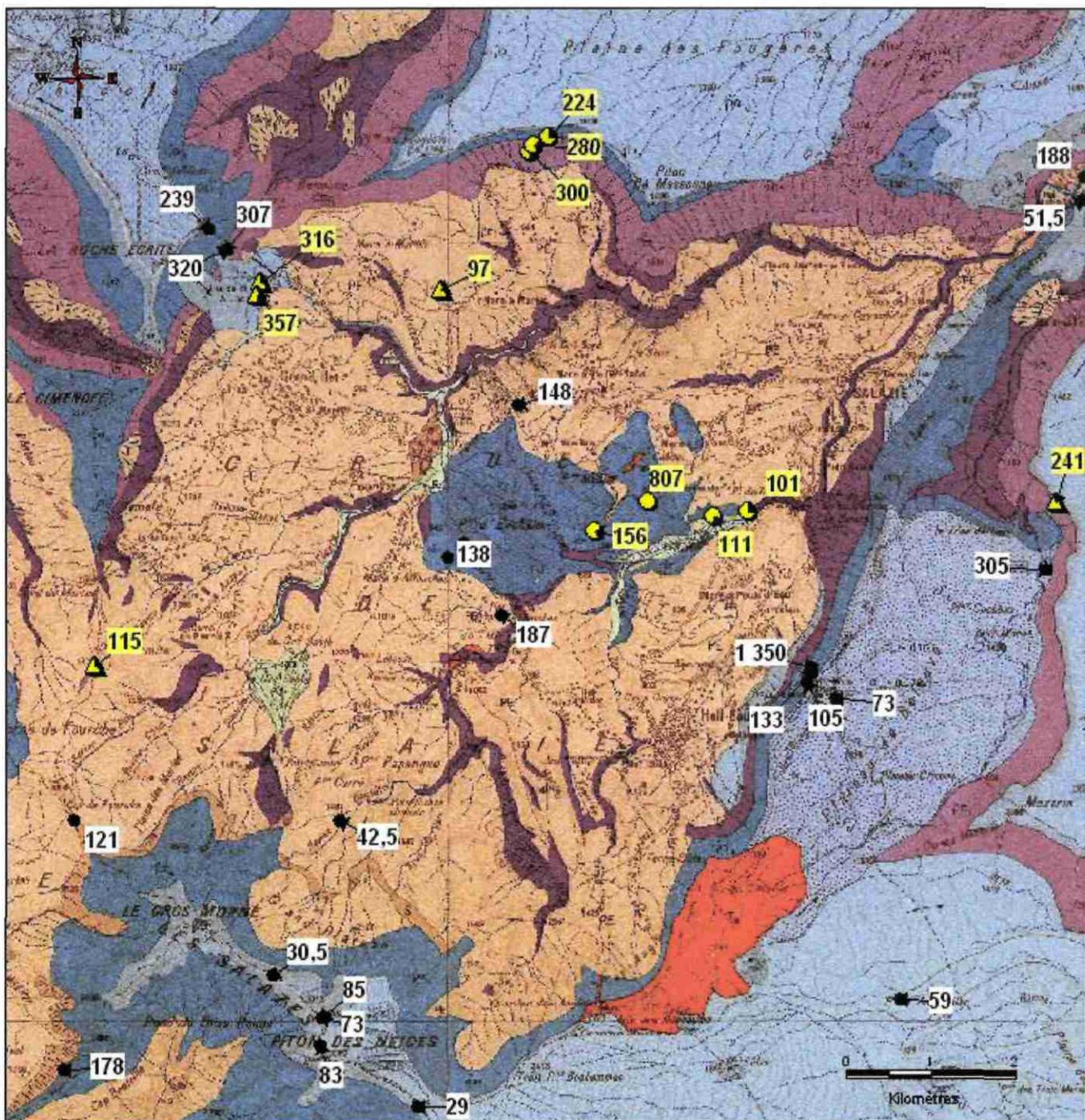


Illustration 2 : Ages des formations géologiques du cirque de Salazie (nouvelles datations en jaune)

2.3.2. Datations des laves du cirque de Cilaos

Les âges obtenus sur les laves du cirque de Cilaos sont reportés sur la carte en illustration 3.

Les datations effectuées dans le cadre du programme Mvterre ont permis de préciser l'âge des formations constituant le rempart Est du cirque de Cilaos.

Les coulées au pied de la montée Kervéguen ont été datées à 347 000 ans (échantillon FL 396). Le sommet du rempart est constitué de coulée de laves différencierées très récentes datées à 69 000 ans (échantillon DP 01).

Les coulées différencierées sommitales du rempart du Piton de l'Entre-Deux ont été datées à **213 ka** (échantillon DP 02). Ce rempart constitue le rebord du paléo-cirque de Bebourg Belouve dont l'exutoire se situait vers l'Est. A noter que l'âge des coulées du sommet du piton de l'Entre Deux est quasiment identique à celui des coulées du Grand Bénard (**210 ka et 211 ka**).

La série des laves différencierées constituant les remparts n'a pas recouvert l'ensemble de l'île. Certaines parties de l'île sont restées abritées. Ainsi, la rivière Saint-Denis n'a été atteinte par une coulée récente qu'il y a **194 ka** (échantillon DP 04).

Les formations rencontrées dans le cirque du Cilaos ont des âges plus étalés. Les laves sont anciennes avec des âges supérieurs à 350 000 ans (**1369 ka / DC 02 ; 573 ka / DC 01 ; 554 ka /FL 611 ; 354 Ka / FL 353 ; FL 351 ka / FL 366b**).

Des laves récentes de moins de 100 000 ans ont été datées sur les plateaux de Cilaos et de Bras Secs. Ces laves sont à mettre en relation avec celles rencontrées sur le piton des Neiges (**62 ka /FL 51 ; 69 ka / 366 a ; 96 ka /FL 339**).

Une lave présente un âge intermédiaire de **272 ka** (échantillon FL 598-2).

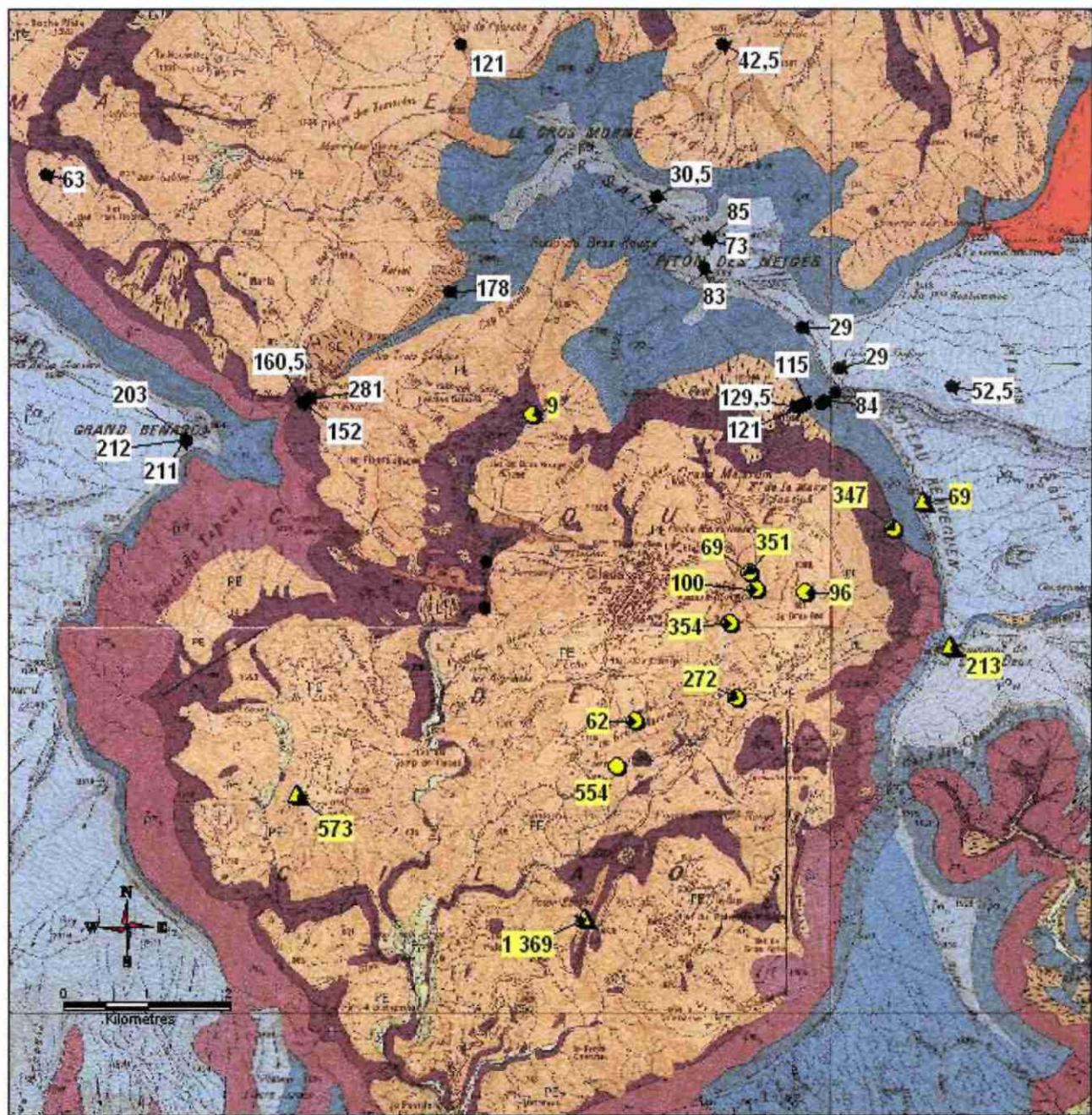


Illustration 3 : Ages des formations géologiques du cirque de Cilaos (nouvelles datations en jaune)

2.4. SYNTHESE SUR LES RESULTATS DES NOUVELLES DATATIONS K/AR

Ces résultats corroborent et complètent les travaux antérieurs conduits sur le massif du Piton des Neiges (Kluska, 1997). Les âges obtenus au niveau des remparts entourant les cirques présentent une grande homogénéité. La fin de l'édition des remparts remonte à **210 000 ans** environ, par la mise en place de coulées de lave différenciée aphyrique dont la Dalle Soudée (Kieffer, 1993)). Le volcan a atteint son dernier stade de croissance à cette période, culminant vers 3400 m d'altitude environ.

Les coulées de lave différenciée des remparts reposent sur les océanites affleurant dans le fond des cirques. Quelques laves anciennes dont l'âge est supérieur à 550 000 ans ont été datées dans le cadre du programme de recherche (illustration 6).

Ces travaux montrent qu'une partie des laves occupant le fond des cirques sont très jeunes. Un grand nombre de datations concernent des laves âgées de moins de 100 000 ans (illustration 6). Ces coulées se sont mises en place dans des dépressions creusées dans le stratovolcan érigé vers 210 000 ans, dans des « protocirques », ancêtres des cirques de Salazie, Cilaos et de Mafate. Un de ces protocirques, celui de la rivière des Marsouins, a été complètement comblé.

Les coulées de lave récentes rencontrées dans le fond des cirques sont généralement désorganisées et allochtones. Leur remaniement s'est fait dans le cadre de déstabilisations en grand du volcan du Piton des Neiges récents qui perdurent jusqu'à aujourd'hui. Ces déstabilisations se sont produites après la mise en place de ces laves, c'est à dire depuis moins de 100 000 ans dans le cas du cirque de Salazie.

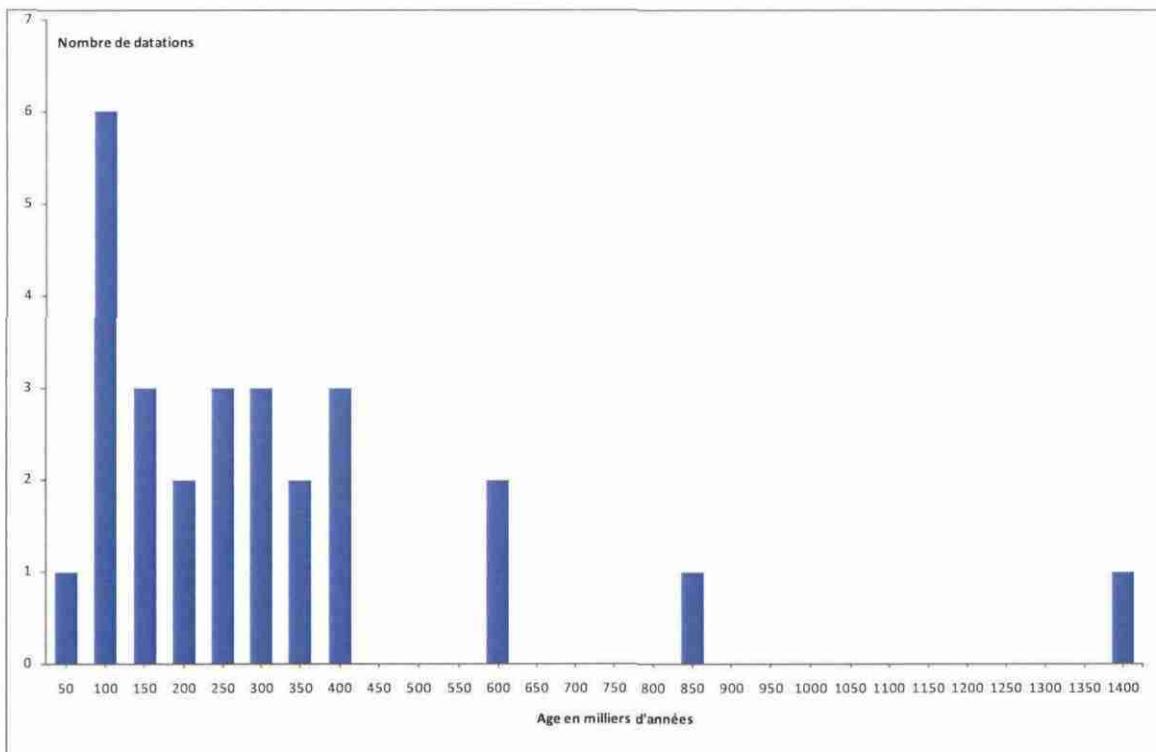


Illustration 4 : Histogramme des âges des datations K-Ar Mvterre 2004-2008

3. Datations ^{14}C

7 datations au ^{14}C ont permis de dater des sédiments récents des cirques de Salazie et de Mafate.

Les débris de bois proviennent de 5 sites différents

- le plateau de Bois de Pomme dans le cirque de Salazie. L'échantillon MC-01 a été prélevé dans un dépôt de coulées de boue renfermant des débris et des troncs d'arbre sur la bordure Nord du plateau. Le dépôt est intercalé dans les alluvions sablageuse du plateau de Bois de Pomme ;
- les alluvions fluvio-lacustres du Bras de Sainte-Suzanne dans le cirque de Mafate, à son embouchure avec le Bras des Merles. 3 échantillons de bois MG02REU01 / MG2REU02 / MGREU03 ont été prélevés dans des argiles silteuses intercalées dans des alluvions sableuses ;
- une coulée de débris dans le lit de la rivière des Galets, à l'aval immédiat de la passerelle reliant les îlets des Lataniers et de Cayenne (échantillon MC 02) ;
- d'une formation alluviale sur le cours amont de la rivière des Galets, près de la Stèle José Ethève (échantillon F-LM-71) ;
- du plateau de Plaine aux Sables, dans le cirque de Mafate (échantillon FL-LM-85).

Hormis l'échantillon provenant des sédiments de la Plaine des Sables datés de 3520 ans BP, tous les autres échantillons présentent des âges très récents compris entre 1600 et 1300 années BP. Les âges les plus récents ont été obtenus sur les sédiments lacustres qui se sont déposés dans un lac de barrage sur la rivière des Galets (M. Garcin et Cruchet 2003). Le barrage aurait été formé par un éboulement dans un des remparts de la rivière des Galets vers 1500 ans. Or cette date coïncide avec celle du lahar amont de Cayenne, des alluvions amont de la rivière des Galets recouvertes par les mégablocs de Marla, mais aussi à celui de Bois de Pomme.

La période 1600-1500 ans BP apparaît être une période de grands bouleversements morphologiques (éboulements de très grande ampleur, coulée de débris de grande extension).

Bien que le nombre d'événements datés soit faible, ces premiers résultats semblent indiquer qu'au cours de leur histoire récente, les cirques ont connu des « crises » au cours desquelles les processus mophogratitaires ont été plus nombreux.

Numéro échantillon	Localisation de l'échantillon	Faciès	Age en années BP
MG02REU01	Bras de Sainte Suzanne	Argiles limoneuses	1460 +-60
MG02REU05	Bras de Sainte Suzanne Confluence Bras des Merles	Argiles grises	1440 +-40
MG02REU06	Bras de Sainte Suzanne Confluence Bras des Merles	Argiles silteuses	1300 +- 60
MC 01	Bois de Pomme Versant en rive gauche de la ravine Fleurs Jaune (en amont de la prise d'eau)	Coulée de débris	1330 +-60
MC 02	Rivière des Galets Passerelle Cayenne-Lataniers	Coulée de débris dans le lit de la rivière	1600 +-50
FL-LM-71	Rivière des Galets Stèle José Ethève	Alluvions gravelo-sableuses	1530 +- 50
FL-LM-85	La Plaine aux Sables	Alluvions sablo-limoneuses	3520 +-70

Tableau 4 : Datations radiogéniques au ^{14}C sur bois ou débris organiques

NUMERO	LOCALISATION	X	Y	Z
MG02REU01	Bras Sainte Suzanne	146432,90	64549,23	320 m
MG02REU05	Bras des Merles	146419,90	64539,04	290 m
MG02REU06	Bras de Sainte Suzanne	146873,45	64854,38	290 m
MC 01	Bois de Pomme	161829,85	62584,12	440 m
MC 02	Rivière des Galets	146872,07	60638,57	350 m
FL-LM-71	Stèle José Ethève	150292,11	53968,10	1390 m
FL-LM-85	La Plaine aux Sables	149259,03	54637,69	1385 m

(Coordonnées Piton des Neiges–Gauss Laborde – Réunion IGN)

Tableau 5 : Coordonnées (x, y, z) des datations ^{14}C effectuées dans le cadre du programme Myterre

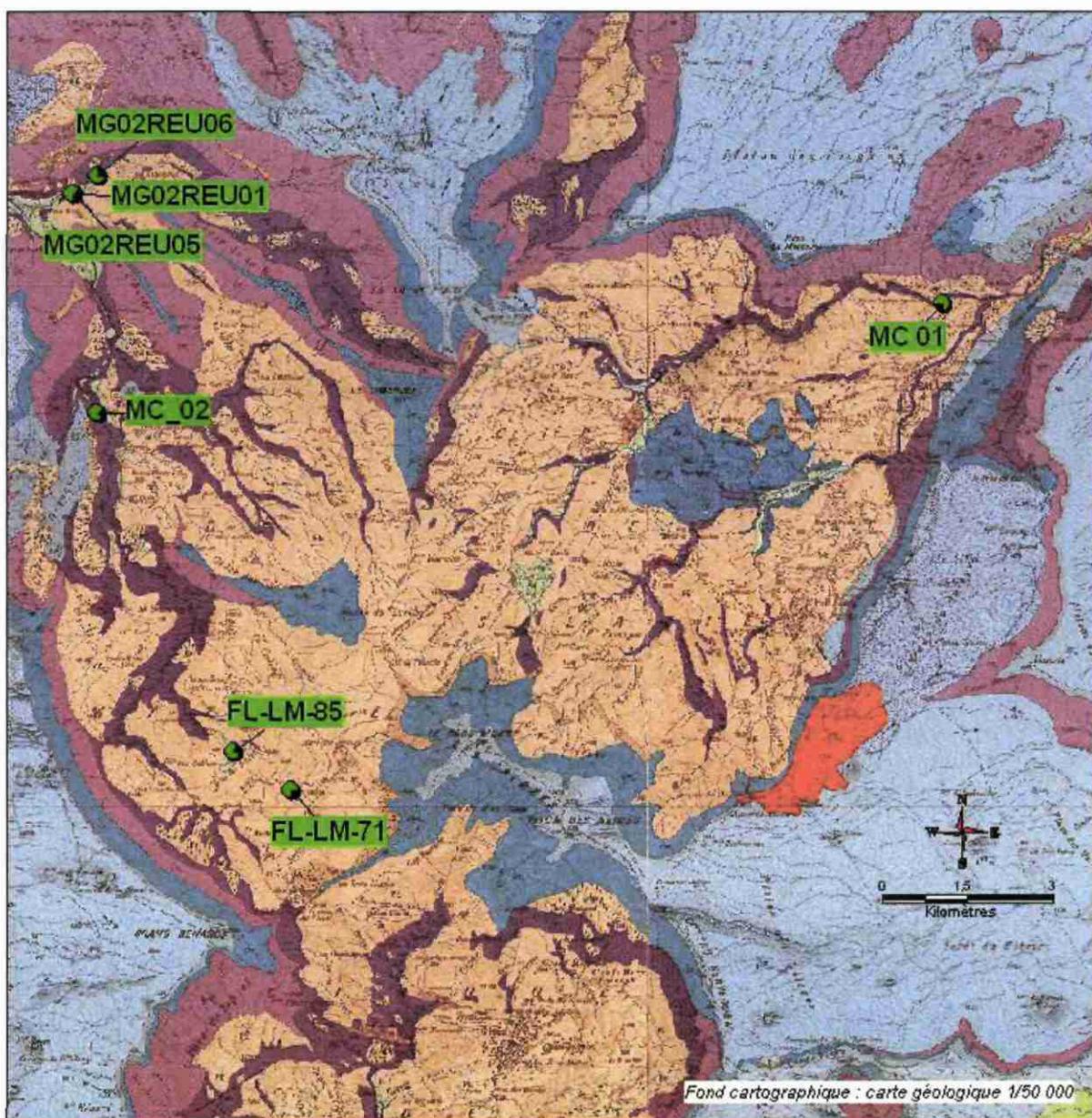


Illustration 5 : Localisation des datations ^{14}C effectuées dans le cadre du programme Mvterre

4. Bibliographie

Arnaud N., Chevalier P., Nehlig P. (2004) – Compilation des datations géochronologiques des roches magmatiques de La Réunion - État d'avancement. Rapport BRGM/RP-52681-FR, 15 p., 3 fig., 1 tab., 2 ann.

Chevalier P. (2003) – Cartographie géologique au 1/10 000 du Cirque de Salazie - rapport d'avancement. Rapport BRGM/RP-52681-FR, 52 p., 38 fig., 1 tab., 6 ann.

Kieffer G., Gillot P.Y., Cornette Y., Germanaz C., Nativel P., 1993. Une phase éruptive exceptionnelle dans l'histoire récente du Piton des Neiges (île de la Réunion) : l'histoire de la "dalle soudée". C.R.Acad. Sci., Paris, t. 317, Série II, p. 835-842.

Garcin M., Casanova J., Cruchet M. (2003) - Synthèse sur l'évolution paléoclimatologique de l'île de la Réunion et des régions environnantes. Rapport BRGM/RP-52674-FR, p., 25 fig.

Garcin M., Poisson B., Cruchet M. (2003) – Evolution paléoclimatologique de l'Île de la Réunion - Repérage des séquences sédimentaires remarquables dans les cirques - Etude faisabilité de datations par luminescence. Rapport BRGM/RP-52873-FR, 56 p., 54 fig., 1 ann.

Kluska J.M., 1997. Evolution magmatique et morpho-structurale du Piton des Neiges au cours des derniers 500000 ans. Thèse Univ. Paris XI, 125p.

Lacquement F. – Cartographie du Cirque de Cilaos Campagne 2003. BRGM/RP- 52872 – FR

McDougall, I., 1971. The geochronology and evolution of the young volcanic island of Réunion, Indian Ocean. Geochim. Cosmochim. Acta 35, 261–288.

Raïs A., Laj. C., Sumont J., Gillot P.Y., Guillou H., 1996. Geomagnetic field intensity between 70000 and 130000 years BP from a volcanic sequence on La Réunion , Indian Ocean. Earth and Planet. Sci. Letters 140, p. 173-189.

Annexes

Annexe 1 : Rapport CEA 2004

Annexe 2 : Rapport CEA 2007

Annexe 3 : Rapport CEA 2008

Annexe 4 : Résultat des analyses ^{14}C

Annexe 1

Rapport CEA 2004



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

H. Guillou
L.S.C.E
Unité Mixte de Recherche CEA - CNRS
Bât 12 - Avenue de la Terrasse
91198 Gif-sur-Yvette Cedex France
FAX : 33 - 1 - 69 82 35 68
TEL: 33 1 69 82 35 56

Gif-sur-Yvette, le 23/09/04

DATATION PAR LA METHODE POTASSIUM - ARGON

SANS TRACEUR

DE ROCHES VOLCANIQUES DE L'ILE DE LA REUNION

Demandeur Pierre NEHLIG - BRGM - OLEANS

Unité Mixte de Recherche CEA-CNRS

LSCE-Vallée - Bât. 12 - avenue de la Terrasse - 91198 Gif-sur-Yvette Cedex Tél. : 01 69 82 35 56 - Fax : 01 69 82 35 68



I - Procédure analytique

La phase retenue pour les mesures d'argon et de potassium est la mésostase microcristalline, représentative de la fraction cristallisant lors de la mise en place de la lave. Le protocole de préparation des échantillons a pour finalité de préparer des aliquotes homogènes, sur lesquelles seront mesurées séparément les teneurs en potassium et la composition isotopique de l'argon. Les échantillons sont broyés et tamisés à la fraction 0,250 – 0,125 mm, puis lavés dans un bain d'acide acétique dans une cuve à ultras sons, afin d'éliminer les éventuelles phases secondaires d'altération. Les phénocristaux, d'olivine, de feldspaths et de pyroxènes, phases ubiquistes dans les roches de l'île de la Réunion, sont éliminés successivement par tris magnétique et densitométrique (Diiodométhane dilué à l'acétone) car ces phénocristaux, porteurs potentiels d'excès d'argon peuvent entraîner une erreur par excès sur les âges supérieure à l'erreur analytique. Les valeurs de densité sont données dans le tableau 1.

Sample ID	1453	1457	51	739	598/2	611	1458	339	319B	1454	706	366A	353	366B	396	1459	723
Intervalle de densité	3.06-	2.96-	2.90-	2.96-	2.95-	3.00-	3.03-	2.90-	3.04-	2.98-	2.92-	3.01-	3.10-	3.06-	2.96-	3.10-	3.01-
	2.96	2.90	2.85	2.88	2.89	2.93	2.90	2.82	2.93	2.91	2.80	2.90	2.90	2.93	2.88	3.00	2.97

Tableau 1 : Gamme de densité des aliquotes de mésostases analysées.

La composition isotopique et les teneurs en argon sont mesurées suivant la technique sans traceur (unspiked) détaillée dans Charbit et al., 1998.

Charbit S. Guillou H. and Turpin L. 1998 -Cross calibration of K-Ar standard minerals using an unspiked Ar measurements technique. Chemical Geology, 150, 147-159.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

II) Résultats.

Les résultats sont donnés dans les pages suivantes et synthétisés dans le tableau 2.

Sample ID Experience n°	Poids fondu (g)	K* (wt.%)	$^{40}\text{Ar}^*$ (%)	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} mol/g)	$^{40}\text{Ar}^*$ moy. pondérée	Age $\pm 2\sigma$ ka
1453						
6689	1.27565	1.046 ± 0.010	1.792	1.765		
6705	2.08500	"....."	2.586	1.855	1.835	101 ± 5
706						
6742	1.47778	1.876 ± 0.019	0.248	0.218		
6758	2.07194		0.390	0.384	0.288	9 ± 3
366 A						
6744	1.51571	1.627 ± 0.016	1.392	1.990		
6759	1.37299		1.167	1.893	1.953	69 ± 5
1457						
6690	1.29390	1.785 ± 0.018	17.231	9.278		
6706	2.09330		18.170	9.318	9.302	300 ± 5
51						
6691	1.49613	1.909 ± 0.019	2.437	2.192		
6707	2.19791		3.854	2.003	2.054	62 ± 3
739						
6694	1.21514	1.420 ± 0.014	3.664	3.732		
6710	2.09232		3.097	3.900	3.850	156 ± 5
598-2						
6708	1.71781	0.731 ± 0.007	6.357	3.610		
6725	2.05051		3.847	3.283	3.447	272 ± 8
611						
6714	1.51395	0.697 ± 0.007	5.321	6.566		
6730	1.73198		3.773	6.866	6.693	554 ± 13
1458						
6719	1.54907	1.478 ± 0.015	10.062	6.727		
6735	2.59002		9.082	7.444	7.176	280 ± 8
339						
6720	1.43413	2.017 ± 0.020	2.972	3.302		
6736	2.26221		2.531	3.388	3.350	96 ± 3
353						
6740	1.33333	0.714 ± 0.007	1.253	4.425		
6756	1.15931		1.130	4.237	4.384	354 ± 20
366 B						
6739	1.56820	1.013 ± 0.013	14.912	6.279		
6755	1.84786		3.401	5.813	6.162	351 ± 7
396						
6741	1.43845	1.212 ± 0.012	9.674	7.509		
6757	1.69532		7.287	7.082	7.289	347 ± 7
1459						
6749	1.53405	0.780 ± 0.008	3.944	2.938		
6754	2.18467		4.704	3.085	3.025	224 ± 7
319B						
6721	1.71928	1.187 ± 0.012	2.372	2.040		
6737	1.83376		2.387	2.060	2.052	100 ± 5
1454						
6716	1.61409	1.129 ± 0.011	1.926	2.118		
6748	1.57503		2.478	2.233	2.164	111 ± 6
723						
6747	0.63200	0.838 ± 0.008	0.600	12.744		
6769	0.57343		0.512	10.953	11.726	807 ± 46



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

Unité Mixte de Recherche CEA-CNRS

LSCE-Vallée - Bât. 12 - avenue de la Terrasse - 91198 Gif-sur-Yvette Cedex Tél. : 01 69 82 35 56 - Fax : 01 69 82 35 68



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

cea
COMMISSIONNÉE À L'ÉNERGIE ATOMIQUE
DIRECTION DES SCIENCES DE LA MATIÈRE



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6689 & 6705

Your reference: 1453

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue CL Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Rivière du mât - Basalte

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 5.878 \times 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 101 \pm 5 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*/\%$	$^{40}\text{Ar}^* (10^{-13} \text{ moles/g})$	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
1.792	1.765	1.835
2.586	1.855	

Potassium Analysis:

K%: 1.046

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6742 & 6758

Your reference: 706

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bassin des Salazes - Bras rouge—Trachyandésite.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 5.149 \ 10^{-7}$

Age = 9 ± 3 ka

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
0.248	0.218	0.288
0.390	0.384	

Potassium Analysis:

K%: 1.876

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{e'} = 0.0088 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \ 10^{-4} \ \text{g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})}{(\lambda_e + \lambda_{e'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6744 & 6759

Your reference: 366 A

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bras de Bejoiun – Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 4.021 \ 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 69 \pm 5 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
1.392	1.990	1.953
1.167	1.893	

Potassium Analysis:

K%: 1.627

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \ 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

ceci
COMMISSIONNÉE À L'ÉNERGIE ATOMIQUE
DIRECTION DES SCIENCES DE LA MATIÈRE

CNRS
CENTRE NATIONAL
DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6690 & 6706

Your reference: 1457

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue CL Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bé Cabot trail – Trachyandésite.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 1.746 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Age} = 300 \pm 5 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
17.231	9.278	9.302
18.170	9.318	

Potassium Analysis:

K%: 1.785

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6691 & 6707

Your reference: 51

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue CL Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Cilaos – Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 3.605 \times 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 62 \pm 3 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
2.437	2.192	2.054
3.854	2.003	

Potassium Analysis:

K%: 1.909

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

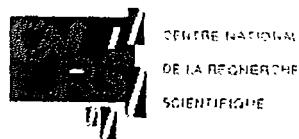
$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6694 & 6710

Your reference: 739

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue CL Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bras sec, Mr Plante - Trachyandésite.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 9.083 \times 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 156 \pm 5 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
3.664	3.732	3.850
3.097	3.900	

Potassium Analysis:

K%: 1.420

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6708 & 6725

Your reference: 598-2

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue CL Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Ravine Bras sec - Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 1.580 \times 10^{-5}$

Age = 272 ± 8 ka

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*/\text{K}$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
6.357	3.610	3.447
3.847	3.283	

Potassium Analysis:

K%: 0.731

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{e'} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})}{(\lambda_e + \lambda_{e'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6714 & 6730

Your reference: 611

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Ravine Bras de Bejouin - Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$. $^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 3.217 \cdot 10^{-5}$ Age = 554 ± 13 kaArgon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
5.321	6.566	6.693
3.773	6.866	

Potassium Analysis:

K%: 0.697

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{e'} = 0.0088 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})}{(\lambda_e + \lambda_{e'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6719 & 6735

Your reference: 1458

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bé Cabot trail - Trachyte?.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 1.627 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Age} = 280 \pm 8 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
10.062	6.727	7.176
9.082	7.444	

Potassium Analysis:

K%: 1.478

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_{e'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})}{(\lambda_e + \lambda_{e'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6720 & 6736

Your reference: 339

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bras sec - Trachyandésite

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 5.565 \cdot 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 96 \pm 3 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
2.972	3.302	3.350
2.531	3.388	

Potassium Analysis:

K%: 2.017

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_{e'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})}{(\lambda_e + \lambda_{e'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6740 & 6756

Your reference: 353

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bras de Benjoin– Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 2.057 \ 10^{-5}$

Age = 354 ± 20 ka

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*/\%$	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
1.253	4.425	4.384
1.130	4.237	

Potassium Analysis:

K%: 0.714

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \ 10^{-4} \ \text{g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6739 & 6755

Your reference: 366-B

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bras de Benjoin- Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 2.038 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Age} = 351 \pm 7 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
14.912	6.279	6.162
3.401	5.813	

Potassium Analysis:

K%: 1.013

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.

**POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION****Sample N°: 6741 & 6757****Your reference: 396**

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Montée du coteau des Kerveguen – Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 2.015 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Age} = 347 \pm 7 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
9.674	7.509	7.289
7.287	7.082	

Potassium Analysis:

K%: 1.212

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

cea
COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE
DIRECTION DES SCIENCES DE LA MATIERE



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6749 & 6754

Your reference: 1459

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Bé Cabot trail– Basalte.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 1.299 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Age} = 224 \pm 7 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
3.944	2.939	3.025
4.704	3.085	

Potassium Analysis:

K%: 0.780

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_{e'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e'})}{(\lambda_e + \lambda_{e'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6721 & 6737

Your reference: 319B

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Ravine Kerveguen - Trachyandésite

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 5.791 \cdot 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 100 \pm 5 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
2.372	2.040	2.052
2.387	2.060	

Potassium Analysis:

K%: 1.187

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} / \text{a}$$

$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$\text{AGE} = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 6716 & 6748

Your reference: 1454

Submitted by: NEHLIG Pierre
B.R.G.M.
3, avenue C. Guillemin
BP 6009
45060 ORLEANS Cedex 2, France

Sample description & locality: Rivière du Mât - Trachyandésite

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$. $^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 6.421 \cdot 10^{-6}$ Age = 111 ± 6 kaArgon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*/\%$	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
1.926	2.118	2.164
2.478	2.233	

Potassium Analysis:

K%: 1.129

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \cdot 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\epsilon'} = 0.0088 \cdot 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon'})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.

Annexe 2

Rapport CEA 2007



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

H. Guillou
L.S.C.E
Unité Mixte de Recherche CEA - CNRS
Bât 12 - Avenue de la Terrasse
91198 Gif-sur-Yvette Cedex France
FAX : 33 - 1 - 69 82 35 68
TEL: 33 1 69 82 35 56

Gif-sur- Yvette, le 19/12/07

DATATION PAR LA METHODE POTASSIUM - ARGON

SANS TRACEUR

DE ROCHES VOLCANIQUES DE L'ILE DE LA REUNION

Demandeurs Jacques Eric/ Jean Louis Nédélec – BRGM – Réunion



I - Procédure analytique

La phase retenue pour les mesures d'argon et de potassium est la mésostase microcristalline, représentative de la fraction cristallisant lors de la mise en place de la lave. Le protocole de préparation des échantillons a pour finalité de préparer des aliquotes homogènes, sur lesquelles seront mesurées séparément les teneurs en potassium et la composition isotopique de l'argon. Les échantillons sont broyés et tamisés à la fraction 0,250 – 0,125 mm, puis lavés dans un bain d'acide acétique dans une cuve à ultras sons, afin d'éliminer les éventuelles phases secondaires d'altération. Les phénocristaux, d'olivine, de feldspaths et de pyroxènes, phases ubiquistes dans les roches de l'île de la Réunion, sont éliminés successivement par tris magnétique et densitométrique (Diiodométhane dilué à l'acétone) car ces phénocristaux, porteurs potentiels d'excès d'argon peuvent entraîner une erreur par excès sur les âges supérieure à l'erreur analytique. Les valeurs de densité sont données dans le tableau 1.

Sample ID	DS-01	DS-02	DS-03	DS-04	DP-01	DP-02	DC-01	DP-04
Intervalle de densité	2.84 – 2.77	2.86 – 2.76	2.98 – 2.88	2.89 – 2.85	2.81 – 2.72	2.89 – 2.74	3.04 – 2.95	2.89 – 2.74

Tableau 1 : Gamme de densité des aliquotes de mésostases analysées.

La composition isotopique et les teneurs en argon sont mesurées suivant la technique sans traceur (unspiked) détaillée dans Charbit et al., 1998.

Charbit S. Guillou H. and Turpin L. 1998 -Cross calibration of K-Ar standard minerals using an unspiked Ar measurements technique. Chemical Geology, 150, 147-159.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

II) Résultats.

Les résultats sont donnés dans les pages suivantes et synthétisés dans le tableau 2.

Sample ID Experience n°	Poids fondu (g)	K* (wt.%)	40Ar* (%)	40Ar* (10 ⁻¹³ mol/g)	40Ar* moy. Pondérée ± 1σ	Age ± 2σ ka
DS-01						
7515	1.02219	1.918 ± 0.019	8.643	10.174		
7531	2.12051	"....."	13.374	10.620	10.510 ± 0.054	316 ± 7
DS-02						
7516	1.02219	1.702 ± 0.017	4.058	10.482		
7545	1.45299	"....."	5.691	10.567	10.550 ± 0.057	357 ± 8
DS-03						
7517	1.00800	1.478 ± 0.015	2.411	2.405		
7533	1.98134	"....."	2.682	2.566	2.489 ± 0.071	97 ± 6
DS-04						
7522	1.21765	1.536 ± 0.015	3.286	2.866		
7538	2.07635	"....."	3.331	3.150	3.066 ± 0.045	115 ± 4
DP-01						
7523	0.99935	2.150 ± 0.022	3.588	2.602		
7539	2.12455	"....."	5.050	2.575	2.579 ± 0.036	69 ± 2
DP-02						
7528	1.03416	2.009 ± 0.020	12.213	7.359		
7544	1.98108	"....."	6.886	7.422	7.408 ± 0.044	213 ± 5
DC-01						
7518	1.15884	0.623 ± 0.006	2.673	5.935		
7534	1.70788	"....."	3.466	6.365	6.187 ± 0.071	573 ± 17
DP-04						
7553	2.69193	1.851 ± 0.019	8.118	6.304		
7569	2.51872	"....."	8.594	6.216	6.239 ± 0.035	194 ± 5



Annexe 1 : Feuilles de résultats



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7515 & 7531

Your reference: DS-01

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Salazie - Ravine Blanche.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 1.836 \times 10^{-5}$

Age = 316 ± 7 ka

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-12} moles/g)	Weighted Mean (10^{-12} moles/g)
8.643	1.017	1.051
13.374	1.062	

Potassium Analysis:

K%: 1.918

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\varepsilon = 0.572 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\text{e}^-} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\text{e}^-})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\text{e}^-})}{(\lambda_\varepsilon + \lambda_{\text{e}^-})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7516 & 7545

Your reference: DS-02

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Salazie - Ravine Blanche.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 2.077 \ 10^{-5}$

Age = $357 \pm 8 \text{ ka}$

-

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*/\%$	$^{40}\text{Ar}^* (10^{-12}\text{moles/g})$	Weighted Mean (10^{-12}moles/g)
4.058	1.048	1.055
5.691	1.057	

Potassium Analysis:

K%: 1.702

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{e^+} = 0.0088 \ 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \ 10^{-4} \ \text{g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e^+})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e^+})}{(\lambda_e + \lambda_{e^+})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7517 & 7533

Your reference: DS-03

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Salazie - Grand Ilet.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 5.642 \times 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 97 \pm 6 \text{ ka}$$

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
2.411	2.405	2.489
2.682	2.566	

Potassium Analysis:

K%: 1.478

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_\varepsilon = 0.572 \times 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{\varepsilon^*} = 0.0088 \times 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})}{(\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7522 & 7538

Your reference: DS-04

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Salazie.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 6.689 \times 10^{-6}$$

$$\text{Age} = 115 \pm 4 \text{ ka}$$

-

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
3.286	2.866	3.066
3.331	3.150	

Potassium Analysis:

K%: 1.536

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\varepsilon = 0.572 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\varepsilon^*} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})}{(\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7523 & 7539

Your reference: DP-01

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Plateau Kerveguen.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 4.018 \times 10^{-6}$

Age = 69 ± 2 ka

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*/\%$	$^{40}\text{Ar}^* (10^{-13} \text{ moles/g})$	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
3.588	2.602	2.579
5.050	2.575	

Potassium Analysis:

K%: 2.150

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\epsilon^*} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon^*})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7528 & 7544

Your reference: DP-02

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Sommet de l'Entre Deux.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 1.235 \times 10^{-5}$

Age = 213 ± 5 ka

-

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}\%$	$^{40}\text{Ar}^* (10^{-13}\text{moles/g})$	Weighted Mean (10^{-13}moles/g)
12.213	7.359	7.408
6.886	7.422	

Potassium Analysis:

K%: 2.009

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_\varepsilon = 0.572 \times 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{\varepsilon^*} = 0.0088 \times 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K/K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})}{(\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7518 & 7534

Your reference: DC-01

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Cilaos - Ilet à Cordes.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 3.327 \cdot 10^{-5}$$

$$\text{Age} = 573 \pm 17 \text{ ka}$$

-

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
2.673	5.935	6.187
3.466	6.365	

Potassium Analysis:

K%: 0.623

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{e^*} = 0.0088 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e^*})}{(\lambda_e + \lambda_{e^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Sample N°: 7553 & 7569

Your reference: DP-04

Submitted by: Jacques Eric / jean-Louis Nédélec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample description & locality: Rivière Saint Denis.

Materiel analyzed: groundmass, 0.250 - 0.125 mm fraction size, ultrasonically washed in $\text{HC}_2\text{H}_3\text{O}_2$.

$$^{40}\text{Ar}/^{40}\text{K} = 1.1293 \times 10^{-5}$$

$$\text{Age} = 194 \pm 5 \text{ ka}$$

-

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*/\text{K}$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
8.118	6.304	6.239
8.594	6.216	

Potassium Analysis:

K%: 1.851

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda_\epsilon = 0.572 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$\lambda_{\epsilon^*} = 0.0088 \times 10^{-10} \text{ a}^{-1}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \times 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon^*})}{(\lambda_\epsilon + \lambda_{\epsilon^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note: $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic ^{40}Ar . ka refers to thousand of years. Error on the age is at 2σ level.



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

Annexe 2 : Article Charbit et al., 1998



ELSEVIER

Chemical Geology 150 (1998) 147–159

**CHEMICAL
GEOLOGY**
INCLUDING
ISOTOPIC GEOSCIENCE

Cross calibration of K–Ar standard minerals using an unspiked Ar measurement technique

S. Charbit ^{*}, H. Guillou, L. Turpin

Laboratoire des sciences du climat et de l'environnement, UMR CEA-CNRS 1572, Avenue de la Terrasse, 91198 Gif-sur-Yvette Cedex, France

Received 17 December 1996; accepted 24 April 1998

Abstract

We have developed an analytical procedure to intercalibrate the ^{40}Ar content of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and $^{40}\text{K}/^{40}\text{Ar}$ standard minerals. This procedure is based on an unspiked volumetric standardisation method developed for K–Ar dating. Argon extracted from independent aliquots of minerals are compared to atmospheric argon doses taken repeatedly from a finite reservoir, leading to a progressive depletion of this reservoir through time. Depletion lines relative to each standard, giving Ar amount versus number of doses, are then fitted by a least mean squares regression; confidence intervals are determined on a common basis for all standards by using the jackknife method. The procedure has been applied to four standards, namely MMhb-1, LP-6, HD-B1, and GL-O. For MMhb-1, LP-6 and HD-B1, the results were compared to their most widely used $^{40}\text{Ar}^* \text{ per gram}$ published values. Concerning HD-B1, a recent published $^{40}\text{Ar}^* \text{ per gram}$ content, called HD-B1_{new}, was also considered. It appears that intercalibrated $^{40}\text{Ar}^* \text{ per gram}$ contents of MMhb-1, LP-6 and HD-B1_{old} are self-consistent to within less than 0.06% and fully concordant with the most generally accepted values, HD-B1_{new} is compatible within confidence intervals, but GL-O presents a discrepancy greater than 1%. This lead us to propose to adjust its recommended $^{40}\text{Ar}^* \text{ per gram}$ content from $(6.68 \pm 0.06) \cdot 10^{14}$ to $(6.585 \pm 0.016) \cdot 10^{14}$. Using the published K content of 6.56 wt.% for GL-O, this would shift the age of GL-O from its recommended value $(95.0 \pm 1.1 \text{ Ma})$ to $93.6 \pm 0.9 \text{ Ma}$. Conversely, considering GL-O true would result in shifting the Ar content of MMhb-1, LP-6, HD-B1 by $\approx 1\%$. The procedure may be applied to the assessment of confidence intervals of Ar content of standard minerals in a statistically better way than from interlaboratory variance. © 1998 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

Keywords: K–Ar dating; Unspiked technique; Standard minerals; Intercalibration; Statistical treatment; Jackknife method

1. Introduction

All dating methods using radioactive geochronometers rely upon consensus about best estimate of physical quantities such as decay constants (Steiger

and Jäger, 1977) and normalization ratios used for the instrumental bias correction occurring during the isotopic analysis of Sr and Nd. In addition, some others need the requirement of interlaboratory agreement on standard reference material, for example U and Pb isotope standards or K–Ar standard minerals.

Concerning the K–Ar dating of volcanic rocks, two major changes came about during the last two

^{*} Corresponding author. Fax: +33 1 69 823568; e-mail: sylvie.charbit@lsce.cnrs-gif.fr

decades. The first one has been the development of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating method and the improvements in the instrumental performances, allowing high precision relative determinations. However, in order to calculate an age, this technique must rely on the processing of standard minerals used as neutron fluence monitors. These monitors must have known ages, which raises the problem of the accuracy and precision of the age of the standards, which remains the main limiting factor. As pointed out by Lanphere et al. (1990), due to the last improvements in the analytical technique, the confidence intervals of individual determinations (intralaboratory repeated analysis) becomes better than the interlaboratory accuracy of mineral standards. The second was the emergence of astronomically-derived climatic chronology in deep sea cores, (Hays et al., 1976; Martinson et al., 1987; Hilgen, 1991a,b; Imbrie et al., 1992, 1993), which provides a geochronological time scale independent of isotopic dating methods. The astronomical time scale is based on the assumption that the variations in the Earth's orbital components are responsible for the variations of the insolation and climate without any phase lag. Paleoclimatic indicators preserved in sediments, such as $\delta^{18}\text{O}$ of biogenic carbonates or color variations are then filtered by frequency analysis and are assigned a chronology with theoretical precision and accuracy to better than 1% (Johnson, 1982; Ruddiman et al., 1986; Martinson et al., 1987; Raymo et al., 1989; Bassinot et al., 1994). Provided that this assumption is true it is possible to assign a specific age to the geomagnetic polarity events recorded in marine sediments by referring to the $\delta^{18}\text{O}$ chronology. An astronomical polarity time scale (APTS) has been thus established, and now extends back to upper Miocene (see Hilgen et al., 1995). This time scale can be compared to the geomagnetic polarity time scale (GPTS) established from $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ or K–Ar dating measurements of magnetic reversals recorded in volcanic rocks.

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages of several magnetic reversals, in good agreement with the APTS have been published during the last 6 years (Baksi et al., 1992; Spell and McDougall, 1992; Tauxe et al., 1992; Izett and Obradovitch, 1994; Turrin et al., 1994; Singer and Pringle, 1996). One of the most widely used primary K–Ar or $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ standards is the hornblende MMhb-1 (Alexander et al., 1978). Its most widely

used published age, 520.4 ± 1.7 Ma (Samson and Alexander, 1987), results directly from the weighted mean values of K and radiogenic ^{40}Ar concentrations obtained from the individual results of 18 different laboratories. However, a second value (513.9 Ma) has since been published (Lanphere et al., 1990; Dalrymple et al., 1993) which is about 1.26% younger than the weighted mean age of 520.4 Ma. Sanidine or biotite from the Fish Canyon Tuff (FCT-3) (Steven et al., 1967) is increasingly used as a monitor, generally calibrated against MMhb-1. Its original published K–Ar age was 27.9 ± 0.6 Ma (Cebula et al., 1986), referring to 519.5 Ma (Alexander et al., 1978) for the age of MMhb-1, but a slightly lower value of 27.84 Ma has been determined at the Berkeley Geochronology Center, relative to the updated value of 520.4 Ma (Samson and Alexander, 1987), compatible with the previous determination. However, Lanphere et al. (1990) obtained a plateau age for FCT-3 biotite of 27.55 ± 0.12 Ma relative to 513.9 Ma (Lanphere et al., 1990; Dalrymple et al., 1993), while a weighted mean of 27.99 ± 0.02 determined against 520.4 Ma (Samson and Alexander, 1987) was reported by Hall and Farrell (1995). Despite such a disagreement, all the FCT-3 values have provided ages for the Brunhes–Matuyama boundary which are in good agreement within the error bars with the APTS (Shackleton et al., 1990; Bassinot et al., 1994): see for example Spell and McDougall (1992), Izett and Obradovitch (1994) and Hall and Farrell (1995) who used 27.9 Ma, 27.55 Ma and 27.99 Ma for the Fish Canyon Tuff, respectively. In contrast to what has been done in the ^{14}C community (International Study Group, 1982), no interlaboratory comparison of several mineral standards based on a common protocol and with careful analysis of variance has been undertaken as yet, and the question still remains about the confidence intervals of the APTS/GPTS relative calibration.

The volumetric unspiked method of Ar quantification (Cassignol and Gillot, 1982), offers in turn the opportunity to directly compare the Ar content of several standards, provided that they are quantitatively outgassed in a induction furnace apparatus. The present study reports the results of a cross calibration of four international standards, namely the hornblende MMhb-1 (Alexander et al., 1978), two biotites LP-6 (Engels and Ingamells, 1970;

Ingamells and Engels, 1976) and HD-B1 (Fuhrmann et al., 1987), and the glauconite GL-O (Odin et al., 1982). Furthermore, in order to improve the precision of the isotopic ages, either for the standards or for the ordinary samples, we have performed a careful evaluation of the potential errors related either to the analytical data treatment or to the experimental technique itself.

2. Analytical techniques

The intercalibration described in the present study has been set up for Ar determinations only. As a consequence, K contents were not reexamined (except for GL-O for which one determination has been performed: see below) and published K contents (Table 1) will be used throughout the age calculations.

2.1. Sample preparation

About 100 mg (MMhb-1, LP-6 and GL-O) to 300 mg (HD-B1) were weighted in a molybdenum crucible, then inserted in a quartz fusion vessel. The fusion of the samples was carried out with a high frequency furnace. Argon was then purified by single use Ti-sponges, a cryogenic active charcoal trap and SAES Zr-Al getter pumps.

2.2. Mass spectrometry

The instrument used for argon measurements has been previously described in detail (Cassignol and Gillot, 1982). After extraction and purification steps, glass bulbs enclosing the Ar sample are transferred

to the mass spectrometer (MS) line where a high vacuum is obtained by a cryogenic trap and a turbo-molecular pump and completed by SAES Zr-Al getters, ensuring a permanent purification of the line by trapping the residual active gases. Traces of helium are eliminated by cryogenic trapping of Ar and differential pumping. Ar is then released at room temperature, and after a quick cryogenic pumping of the mass spectrometer, it is then introduced in the MS cell in a semi-static mode (i.e., a SAES Zr-Al getter is still in action in the cell during the isotopic analysis). The high purity of Ar associated with the low ionization energy (neither electron acceleration or trapping is necessary) prevents the peak from drifting and maintains the fractionation effects at a reproducible level, with a good linearity in the response.

The isotopes ^{40}Ar and ^{36}Ar are collected simultaneously on a double Faraday cup detector. Signals are integrated over a 100 s period. Once the measurement of the gas sample is achieved, atmospheric argon is measured at the same pressure as the sample signal, allowing a direct comparison of the two signals, and thus the determination of the relative contribution of radiogenic argon ($^{40}\text{Ar} \times (\%)$) in the sample. A third measurement of a calibrated amount of atmospheric Ar is then performed in order to allow the determination of the total number of atoms of ^{40}Ar in the sample (Fig. 1). This calibrated amount is introduced in the same volume as the gas sample, but at a different pressure. Both determinations of atmospheric isotopic ratio ($^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$) derived from the two atmospheric argon measurements must give the same result, otherwise the sample is rejected. The comparison of isotopic ratios allows first to validate the correction of the atmospheric contamination of the sample, and secondly, to check that the potential fractionation effects are constant.

2.3. Determination of ^{40}Ar

The determination of the number of atoms of ^{40}Ar is achieved by introducing a calibrated amount of argon extracted from a 2-l container filled with atmospheric argon, released in the same volume as the gas sample. Assuming that pure Ar is present in the mass spectrometer (Cassignol and Gillot, 1982), it is possible to derive a simple relation between

Table 1
Published K values used in the present study. Errors are given at 1 σ level

Standard mineral	K values (%)	References
MMhb-1	1.555 ± 0.002	Samson and Alexander, 1987
LP-6	8.37 ± 0.05	Odin et al., 1982
HD-B1 _{old}	7.987 ± 0.025	Fuhrmann et al., 1987
HD-B1 _{new}	7.956 ± 0.051	Hess and Lippolt, 1994
GL-O	6.56 ± 0.06	Odin et al., 1982

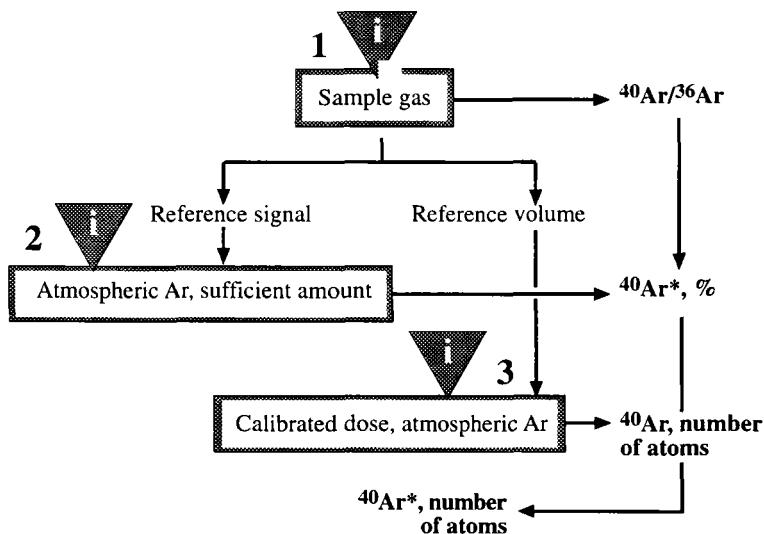


Fig. 1. Successive steps involved in the argon analyses. Step 1, introduction (i) of sample Ar and determination of $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ of the sample, ^{40}Ar signal intensity and volume of measurement; step 2, introduction of atmospheric Ar with identical ^{40}Ar signal intensity, determination of atmospheric $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$; step 3, introduction of a calibrated amount of atmospheric Ar in the same volume used for the sample, determination of the number of $^{40}\text{Ar}^*$ atoms.

sample and calibrated signals by using the response curve of the instrument (see below).

The calibrated amount consists of a variable number of individual doses taken from the container through an expansion valve. If V and v are the volumes of the container and the expansion valve, respectively, and if n_0 is the initial number of Ar atoms in v , then the number n_i of atoms in v at the i th dose, is given by:

$$n_i = \frac{n_0}{\left(1 + \frac{v}{V}\right)^i} \quad (1)$$

Because of the depletion of the calibrated container, represented by the ratio v/V , the number of argon atoms in one dose decreases through time, and thus, the individual n_i quantities are not constant from one dose to the other. For this reason, the response is expressed for more convenience against a dimensionless variable called dose-equivalent (DE). The response curve of the mass spectrometer has been found out by introducing successively several argon doses in the cell, and by measuring the corresponding signal S . The stability of the response curve is periodically checked by measuring increasing numbers of DE. The relation between the number of the

doses, which are the dose-equivalents, and the intensity of the signal (in volts) is given by:

$$\begin{aligned} \text{DE} = & 0.011748 + 0.48230 \times S \\ & + 6.4016 \cdot 10^{-4} \times S^2 \end{aligned} \quad (2)$$

Although this curve is not really linear, the quadratic term is extremely small. Until the calibration signal is approximately identical to the sample signal so as to prevent any deviation from the non-linear case, it becomes possible to deduce the number of ^{40}Ar atoms (and thus the number of atoms of radiogenic argon) in the sample from a simple proportionality relation, related to the ratio of the dose-equivalents of the sample (DE_s) and the calibrated doses (DE_{dc}):

$$^{40}\text{Ar}^* = \left(\frac{\text{DE}_s}{\text{DE}_{dc}} \right) \times 40\text{Ar}^* (\%) \times N_{dc} \quad (3)$$

where $N_{dc} = (n_i + n_{i-1} + n_{i-2} + \dots)$ represents the total number of atoms entering into the mass spectrometer and coming from the calibrated container.

In a normal operating mode (that is the measurement of an ordinary sample) the number of atoms contained in one DE is deduced from the same procedure applied to a standard mineral for which

the number of $^{40}\text{Ar}^*$ atoms is supposed to be accurately known.

2.4. Intercalibration procedure

The intercalibration procedure described in this section is summarized in Fig. 3.

Re-written in a logarithmic scale Eq. (1) becomes:

$$\log n_i = \log n_0 - i \cdot \log \left(1 + \frac{v}{V} \right) \quad (4)$$

This is the equation of a straight line where the slope

and the y-intercept values are $-\log(1 + (v/V))$ and $\log n_0$, respectively. For each calibrated amount introduced in the mass spectrometer, the determination of these two parameters allows the calculation of the number n_i (or N_{dc}) of atoms, and thus, the number of ^{40}Ar (or $^{40}\text{Ar}^*$) atoms in the sample. Conversely, by inverting relation (3), it is possible to determine N_{dc} and n_i from the published values of the radiogenic argon content of the standard minerals ($^{40}\text{Ar}^*$ per gram).

Each of the standards has been repeatedly analyzed (February 1994–December 1995) so that four

Table 2

(a) Number of ^{40}Ar atoms contained in the expansion valve volume (v) at the i th dose. These numbers have been determined using the published $^{40}\text{Ar}^*$ per gram value of HD-B1_{old} (Fuhrmann et al., 1987; column 2), HD-B1_{new} (Hess and Lippolt, 1994; column 3), MMhb-1 (Samson and Alexander, 1987; column 5) and LP-6 (Odin et al., 1982; column 7). Corresponding dose numbers are given, respectively in columns 1, 4 and 6. Associated n_i -uncertainties are given at 1σ level

Dose number	$n_i (*10^{13})$ HD-B1 _{old}	$n_i (*10^{13})$ HD-B1 _{new}	Dose number	$n_i (*10^{13})$ MMhb-1	Dose number	$n_i (*10^{13})$ LP-6
185	1.78 ± 0.04	1.79 ± 0.03	256	1.729 ± 0.005	152	1.797 ± 0.009
246	1.73 ± 0.04	1.74 ± 0.03	270	1.720 ± 0.005	251	1.729 ± 0.009
347	1.66 ± 0.04	1.67 ± 0.03	299	1.707 ± 0.005	275	1.718 ± 0.009
385	1.62 ± 0.04	1.63 ± 0.03	361	1.653 ± 0.005	352	1.685 ± 0.009
484	1.58 ± 0.04	1.58 ± 0.03	433	1.612 ± 0.005	402	1.630 ± 0.008
529	1.53 ± 0.04	1.53 ± 0.03	551	1.506 ± 0.005	437	1.591 ± 0.008
553	1.52 ± 0.04	1.53 ± 0.03	578	1.509 ± 0.005	497	1.558 ± 0.008
562	1.50 ± 0.04	1.50 ± 0.03	644	1.437 ± 0.004	525	1.532 ± 0.008
652	1.44 ± 0.04	1.44 ± 0.02	703	1.431 ± 0.005	467	1.496 ± 0.008
679	1.44 ± 0.04	1.45 ± 0.02	742	1.383 ± 0.004	590	1.497 ± 0.008
712	1.41 ± 0.04	1.42 ± 0.02	747	1.385 ± 0.004	664	1.422 ± 0.007
737	1.40 ± 0.04	1.40 ± 0.02	770	1.369 ± 0.004	698	1.404 ± 0.007
756	1.38 ± 0.03	1.39 ± 0.02			728	1.393 ± 0.007
					761	1.390 ± 0.007

(b) Same as (a) but for published GL-O $^{40}\text{Ar}^*$ per gram content (Odin et al., 1982). Taking logarithms of the n_i values allows to plot calibration line reported in Fig. 2 (see text)

Dose number	$n_i (*10^{13})$ GL-O _{publ}	Dose number	$n_i (*10^{13})$ GL-O _{publ}
8	1.93 ± 0.02	333	1.69 ± 0.02
38	1.93 ± 0.02	356	1.68 ± 0.02
46	1.92 ± 0.02	397	1.65 ± 0.02
69	1.90 ± 0.02	428	1.63 ± 0.02
80	1.91 ± 0.02	482	1.58 ± 0.02
111	1.86 ± 0.02	520	1.54 ± 0.01
124	1.84 ± 0.02	558	1.53 ± 0.01
148	1.83 ± 0.02	583	1.53 ± 0.01
184	1.79 ± 0.02	648	1.48 ± 0.01
212	1.79 ± 0.02	675	1.46 ± 0.01
235	1.77 ± 0.02	708	1.43 ± 0.01
260	1.75 ± 0.02	752	1.40 ± 0.01
279	1.74 ± 0.02	765	1.40 ± 0.01

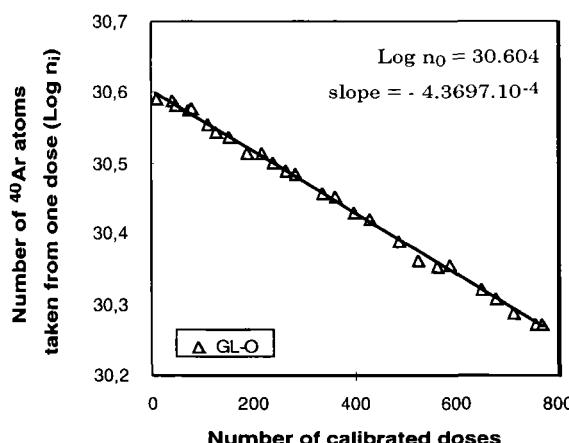


Fig. 2. Decaying calibration line, relative to GL-O, given on a logarithmic scale.

independent data set (Table 2) have been obtained, leading to four independent calibration lines. Finally 26, 12, 14 and 13 measurements were made for GL-O, MMhb-1, LP-6 and HD-B1, respectively. Measurements for which we have encountered difficulties, such as gas leakage or clumsy handling, have been discarded, and the decision whether to keep or reject extreme values has been submitted to the Dixon test (Dixon, 1953).

The free parameters (n_0 and v/V) of the calibration lines have been determined by a least mean

square fit (Draper and Smith, 1981) based on the minimization of the sum of the square of the residuals against n_0 and v/V . The expressions of the free parameters deduced from the fit are given in Appendix A.

The slope of any calibration line is a function of the decay of the calibrated container only, which is fixed by the experimental setup; it is thus independent of the standard material used for calibration; consequently all four slopes are identical. We have chosen to force them to the one having the best statistical weight, (i.e., established by the greatest number of independent determinations), which was the slope determined by GL-O only (26 measurements: Fig. 2). Thus possible effects of heterogeneity of any other standard as well as least mean square method artifacts were minimized. The compatibility of the lines had then to be statistically compared on the y-intercept value, which is the only free remaining regression parameter.

The intercalibration procedure described in this section is summarized in Fig. 3.

2.5. Confidence intervals

The confidence intervals on the y-intercept quantities, which are the apparent $\log n_0$, were determined as follows. In this study, the error associated

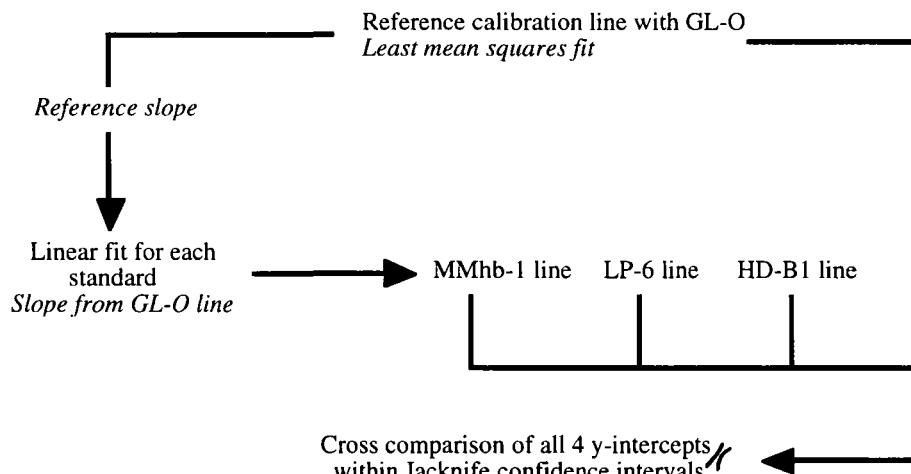


Fig. 3. Synopsis of the calibration procedure. A decaying line was fitted from 26 measurements of GL-O. The slope of this line was then used for the three lines fitted from the other standards. The confidence interval on the y-intercept values were calculated by using the jackknife method.

with the ^{40}Ar measurement is negligible with respect to all the other potential sources of errors, such as heterogeneity of the standards, or error derived from the analytical data treatment used in the determination of an interlaboratory value. As the uncertainties associated with each published value were not determined on a common basis, we decided not to propagate them in the regression. This is also the reason why a weighted least mean square fit has not been carried out. As a consequence, the only way to derive consistent uncertainties on the regression parameters is to take only into account the dispersion of the central values. This can be done by applying the jackknife method (Caceci, 1989) which provides unweighted uncertainties associated with the regression parameters. It consists in deleting (i.e., ‘jackknifing’) one data point from the original data set and fitting the ‘jackknifed’ set. This step is repeated n times (if n is the original number of data points). The jackknife estimate of the standard error of the estimated parameter is given in Appendix B. As a result, ‘minimum’ and ‘maximum’ regression parameters correspond to what we call ‘minimum’ and ‘maximum’ calibration lines. In a diagram ‘ $\log n_i$ versus number of doses’, similar to that of Fig. 2, the area delimited by these two lines corresponds to the possible range of variations of n_i . In data sets in which error is only due to dispersion, this method gives results identical to those provided by York fit (York, 1969).

3. Results and discussion

3.1. Raw data

Converted in number of atoms of radiogenic argon per gram, the most generally recommended values of the standards found in the literature are $(9.798 \pm 0.030) \cdot 10^{14}$ for MMhb-1 (Samson and Alexander, 1987), $(11.580 \pm 0.006) \cdot 10^{14}$ for LP-6 (Odin et al., 1982), $(6.68 \pm 0.06) \cdot 10^{14}$ for GL-O (Odin et al., 1982). Concerning HD-B1, both the value of $(2.018 \pm 0.038) \cdot 10^{14}$ (Fuhrmann et al., 1987), called HD-B1_{old}, and the value of $(2.025 \pm 0.028) \cdot 10^{14}$ (Hess and Lippolt, 1994), called HD-B1_{new} have been taken into account.

The comparison of the apparent y -intercept values for the four standards, HD-B1 figuring twice, is represented in Fig. 4 with the confidence intervals determined with the jackknife method (Caceci, 1989). It appears that for MMhb-1, LP-6 and HD-B1_{old} lines, central values of $\log(n_0)$ are fully compatible within the confidence intervals, whereas, $\log(n_0)_{\text{GL-O}}$ is shifted towards higher values. When HD-B1_{new} is considered instead of HD-B1_{old}, the y -intercept value of HD-B1_{new} deviates from LP-6 and MMhb-1 by 1.4σ and 0.9σ , respectively. Although this new value does not match any better than HD-B1_{old} with MMhb-1 and LP-6, it is possible to assert that the three standards are still compatible to within less than 2σ which is the currently admitted precision level. On the contrary, in spite of a higher value of HD-B1_{new}, the calibration curves resulting from HD-B1_{new} and GL-O data are distant by more than 4σ which emphasizes that the two standards still remain inconsistent.

For better illustration, we have also reported in Table 3 results of standard minerals intercalibrated against the others (*complete analytical data are available upon request addressed to the authors*). For these calculations, published K contents and associated uncertainties have been used (Table 1). In contrast, errors related to the evaluation of radio-

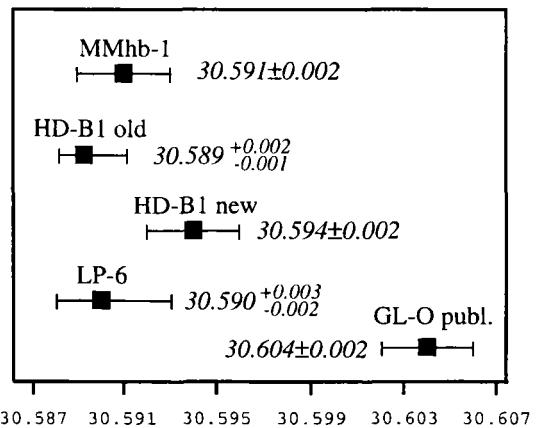


Fig. 4. Cross comparison of y -intercept values ($\log n_0$) of the calibration curves obtained for all four standards. Error bars are at the 95% confidence interval level. GL-O is significantly different of the three other standards. As the calibration lines have been calculated using the slope of GL-O line, the discrepancies are due to discrepancies in the published ^{40}Ar content of the standards.

Table 3

Number of atoms of radiogenic ^{40}Ar per gram resulting from the intercalibration procedure (calibration curves relative to the four standards MMhb-1, LP-6, HD-B1 (old and new) and GL-O) and computed ages. Most generally accepted values (Odin et al., 1982; Samson and Alexander, 1987; Fuhrmann et al., 1987; Hess and Lippolt, 1994) are also reported (in bold), as well as the relative discrepancies between these values and our own results (number given in brackets). Errors are given at 1σ level

Reference	MMhb-1	LP-6	HD-B1	GL-O
MMhb-1 $^{40}\text{Ar}^*$ per gram (10^{14})	Publ. value: 9.798 ± 0.030;	11.587 ± 0.005 [0.06%];	2.019 ± 0.009 [0.03%];	6.586 ± 0.024 [1.35%];
Age (Ma)	520.4 ± 1.7	127.9 ± 0.9 [0.08%]	24.04 ± 0.13 [0.04%]	93.7 ± 0.9 [1.43%]
LP-6 $^{40}\text{Ar}^*$ per gram (10^{14})	9.792 ± 0.046 [0.06%];	Publ. value: 11.580 ± 0.006;	2.017 ± 0.009 [0.02%];	6.581 ± 0.026 [1.44%];
Age (Ma)	520.2 ± 2.2 [0.04%]	127.8 ± 1.4	24.02 ± 0.13 [0.04%]	93.6 ± 0.9 [1.52%]
HD-B1 _{old} $^{40}\text{Ar}^*$ per gram (10^{14})	9.794 ± 0.038 [0.04%];	11.583 ± 0.004 [0.03%];	Publ. value: 2.018 ± 0.038;	6.584 ± 0.026 [1.38%];
Age (Ma)	520.3 ± 1.9 [0.02%]	127.9 ± 0.9 [0.08%]	24.03 ± 0.41	93.6 ± 0.9 [1.46%]
HD-B1 _{new} $^{40}\text{Ar}^*$ per gram (10^{14})	9.828 ± 0.039 [0.3%];	11.622 ± 0.004 [0.4%];	Publ. value: 2.025 ± 0.028;	6.607 ± 0.021 [1.04%];
Age (Ma)	521.9 ± 1.9 [0.3%]	128.3 ± 0.9 [0.4%]	24.21 ± 0.32	94.0 ± 0.9 [1.14%]
GL-O $^{40}\text{Ar}^*$ per gram (10^{14})	9.931 ± 0.042 [1.36%];	11.745 ± 0.005 [1.42%];	2.046 ± 0.009 [1.40%];	Publ. value: 6.68 ± 0.06;
Age (Ma)	526.6 ± 2.0 [1.19%]	129.6 ± 0.9 [1.41%]	24.36 ± 0.13 [1.37%]	95.0 ± 1.1

genic argon content depend upon the possible range of variations of n_i , when minimum and maximum regression lines determined with the jackknife method (Caceci, 1989) are considered. In this table we have also recalled the published values (for $^{40}\text{Ar}^*$ per gram and age) and finally the relative discrepancies between our current results and the recommended ones. Central values of $^{40}\text{Ar}^*$ per gram are obtained by averaging individual measurements deduced both from experimental data (DE_s , DE_{dc} , $^{40}\text{Ar}^*(\%)$) and calibration lines (n_i and N_{dc}). Associated uncertainties are deduced from the averaged minimum and maximum values, corresponding to minimum and maximum regression parameters. These numbers confirm our primary observation: with the exception of GL-O, intercalibrated results are in good agreement and perfectly concord with the recommended values. More precisely, when HD-B1_{old} is considered, the maximum difference between central values, observed for LP-6 calibrated against MMhb-1, is less than 0.06%. This consistency is probably less visible when HD-B1_{new} is taken into account; in this case the discrepancies are between 0.3 and 0.4%, that is roughly 10 times more than with HD-B1_{old}. However, a calibration of MMhb-1 and LP-6 with respect to HD-B1_{new} provides results which are still compatible with the recommended values within the errors associated with our determination. In fact, the differences between the central values do not exceed 1σ (0.8 and 1.0 σ , respectively). On the contrary, when GL-O is used as the standard reference, the other three minerals seem to be older than their published values by more than 1%, whereas intercalibrated results of GL-O are far below the recommended value of $(6.68 \pm 0.06) \cdot 10^{14}$ atoms of radiogenic ^{40}Ar per gram.

3.2. Interpretations and implications

The difference observed between GL-O and the other standards can be due (a) to a bias in the measurements of GL-O in the present study; (b) to an underestimation of the accepted mean values of MMhb-1, LP-6 and HD-B1; (c) to an overestimation of the accepted value of GL-O.

A systematic error in weighting GL-O aliquots, due to water adsorption (Odin et al., 1982), is un-

likely to have occurred: a determination of K content we performed has given 6.55 ± 0.06 wt.%, the published value being 6.56 ± 0.06 wt.%, so hypothesis (a) can be ruled out.

Hypothesis (b) could be partly explained by a potential heterogeneity of MMhb-1 and by the non-randomly distributed mixture of two biotites of ages 121 and 136 Ma for LP-6 (Ingamells, 1974) although heterogeneity usually produces scatter rather than systematic bias. However, in a recent K-Ar and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ standards intercalibration study Baksi et al. (1996) show that (1) Effects of heterogeneity of MMhb-1 occur at the 15–40 mg subsample level; (2) Their most probable average value for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age of MMhb-1 is 516.3 Ma when calibrated against SB-3 (162.9 Ma, Dalrymple et al., 1981). However, according to this study, when hand picking is performed on MMhb-1 splits before measurement, ages are shifted towards higher values; thus, a better agreement is observed with our own results. A possible explanation comes from the fact, that the quantity we use for MMhb-1 is 100 mg at least; consequently, effects of heterogeneity are minimized in our work.

Taking the published K content (Table 1), the age of 516.3 Ma (obtained for unpurified fractions) results in a radiogenic ^{40}Ar content of $(9.701 \pm 0.067) \cdot 10^{14}$. If this new value would be considered in our intercalibration study, this would lead to a lower value of the radiogenic ^{40}Ar per gram content of GL-O than the present value we propose in this paper. This is one of the reason why hypothesis (b) cannot explain the difference between the published and the intercalibrated GL-O values. As for LP-6, intercalibrated ages from Baksi et al. (1996) range from 128.0 ± 0.2 to 128.9 ± 0.6 , and consequently are concordant with our own results.

The case of HD-B1 is more ambiguous. The first value of HD-B1 provided by Fuhrmann et al. (1987) is perfectly concordant with the most usually recommended results of MMhb-1 and LP-6. The new value has been obtained by averaging individual results of 13 laboratories. This could be a priori more reliable, but some of these laboratories have calibrated HD-B1 against LP-6 and GL-O which the present study shows to be incompatible to a 4σ level at least. Hypothesis (b) thus suffers from internal contradictions. Additional arguments can be derived from the intercalibration. In the case that GL-O is true, corre-

sponding results of MMhb-1, LP-6 and HD-B1, coming directly from GL-O curve ($n_0 = (1.956 \pm 0.004) \cdot 10^{13}$) have been already given in the last line of Table 3. The resulting age of MMhb-1 (526.6 ± 2.0) is very far from the most commonly accepted value of 520.4 Ma (Samson and Alexander, 1987), and is distant by 2σ from the APTS-derived age of 522.5 Ma given in 1994 by Renne et al. (1994), which is, according to our knowledge, the highest determination which has been given up to now.

Hypothesis (c) is based on the assumption that the argon content of the glauconite GL-O is actually lower than currently accepted in the literature, provided that the most commonly accepted values of MMhb-1 and LP-6, and either HD-B1_{old} or HD-B1_{new} are true. With HD-B1_{old}, rather than HD-B1_{new}, this hypothesis appears to be probably the most reliable because of the perfect consistency between intercalibrated results of MMhb-1, LP-6 and HD-B1 (Table 3). If we accept the most generally recommended values of MMhb-1 and LP-6, there are two implications. First, we have to consider HD-B1_{old} rather than HD-B1_{new}, because the agreement, and thus, the consistency are undoubtedly better in the former case; secondly, it is necessary to redetermine GL-O with respect to MMhb-1, LP-6 and HD-B1_{old}. This is done by applying the same intercalibration method as previously, but with the three other monitors all combined. This new fit leads to ($n_0 = 1.929 \pm 0.002 \cdot 10^{13}$; the corresponding new value of GL-O ($6.585 \pm 0.016 \cdot 10^{14}$ (GL-O_{new}), obtained by aver-

aging the number of atoms of radiogenic $^{40}\text{Ar}^*$ per gram deduced from each measurement, is approximately 1.4% below the interlaboratory result ($6.68 \pm 0.06 \cdot 10^{14}$ (Odin et al., 1982). If published K contents are accurate, this smaller radiogenic argon content results in an younger age (93.6 ± 0.9 Ma) to be compared to 95.0 ± 1.1 Ma given in the compilation of Odin et al. (1982) and calculated by averaging all individual ages.

3.3. Estimation of confidence intervals

Given one or the other set of four compatible standards (i.e., using either published $^{40}\text{Ar}^*$ per gram content of MMhb-1, LP-6, HD-B1_{old} and GL-O_{new}, or published GL-O and intercalibrated values of MMhb-1, LP-6 and HD-B1), it is now possible to derive new errors associated with the standard $^{40}\text{Ar}^*$ per gram content and established on a common basis. This is done by combining MMhb-1, LP-6, HD B1 and GL-O compatible data, and by constructing a resulting four-standard calibration curve. These uncertainties are determined by using the same processes as those which were used for establishing results of Table 3: using lines corresponding to minimum and maximum values of the parameters of the fit, and derived themselves from the jackknife method (Caceci, 1989), determination of minimum and maximum average $^{40}\text{Ar}^*$ per gram value from which we can deduce a mean error. Intercalibrated or published standard $^{40}\text{Ar}^*$ per gram content, as well

Table 4

Central values of $^{40}\text{Ar}^*$ per gram and associated uncertainties (1σ level) deduced either from one or the other set of compatible standard values depending upon whether published GL-O is true or not: in the second column, reported results are deduced from the calibration curve established with published radiogenic argon content of MMhb-1 (Samson and Alexander, 1987), LP 6 (Odin et al., 1982), HD-B1_{old} (Fuhrmann et al., 1987) and GL-O_{new} (this study), whereas, in the third column, calibration line derived from published GL-O value (Odin et al., 1982) and intercalibrated values of MMhb-1, LP-6, and HD-B1 is used. For the new determination of the radiogenic argon content of GL-O, two uncertainties have been reported. The one referenced 4 stds corresponds to the confidence interval deduced from the 4 standards calibration line. The second one, referenced 3 stds, is deduced from MMhb 1, LP-6 and HD-B1_{old} calibration line (see Section 3.2). Published values and uncertainties are recalled in the fourth column

Standard mineral	$^{40}\text{Ar}^*$ per gram ($\times 10^{14}$) (new GL-O)	$^{40}\text{Ar}^*$ per gram ($\times 10^{14}$) (published GL-O)	$^{40}\text{Ar}^*$ per gram ($\times 10^{14}$) (published values)
MMhb-1	9.798 ± 0.031	9.931 ± 0.031	9.798 ± 0.030 (Samson and Alexander, 1987)
LP-6	11.580 ± 0.0034	11.745 ± 0.0035	11.580 ± 0.0062 (Odin et al., 1982)
HD-B1	2.018 ± 0.0063	2.046 ± 0.006	2.018 ± 0.038 (Fuhrmann et al., 1987)
GL-O	6.585 ± 0.015 (4 stds) 6.585 ± 0.016 (3 stds)	6.677 ± 0.016 (4 stds) 6.68 ± 0.06 (Odin et al., 1982)	

as associated uncertainties resulting from these calculations are given in Table 4. It appears that this procedure lead to smaller errors than those associated with published values (see Section 3.1 and third column in Table 4), except for MMhb-1, for which the two errors are of the same order of magnitude.

4. Conclusion

The replicate measurements of MMhb-1, LP-6, HD-B1, and GL-O allowed us to establish four calibration lines, relative to each of the standards, using a least mean square fit of volumetric intercalibration results. The results emphasized the incompatibility of published $^{40}\text{Ar}^*$ per gram data between GL-O on one hand, and MMhb-1, LP-6 and HD-B1 on the other hand. The present study shows the necessity for either a re-evaluation of GL-O at $(6.585 \pm 0.016) \cdot 10^{14}$ with respect to the three other standards, or on the contrary, a new determination of MMhb-1 at $(9.931 \pm 0.031) \cdot 10^{14}$, LP-6 at $(11.745 \pm 0.004) \cdot 10^{14}$ and HD-B1 at $(2.046 \pm 0.006) \cdot 10^{14}$. The jackknife method (Caceci, 1989) provides unweighted uncertainties associated with the regression parameters, from which new $^{40}\text{Ar}^*$ per gram confidence intervals related to standard values can be established.

Acknowledgements

This study has been supported by C.E.A. and C.N.R.S. Thanks are due to Y. Cornette (LSCE, Gif-sur-Yvette) for technical support. Kind incitations by A. Cheillett (CRPG, Nancy), C. Laj (LSCE, Gif-sur-Yvette), M. Lanphere (USGS, Menlo Park), G.S. Odin (University Pierre et Marie Curie, Paris), W. Sharp (BGC, Berkeley) and B. Singer (University of Geneva) to carry on this work were particularly appreciated. Fruitful discussions with G.S. Odin improved the conclusions. We thank also T. L. Spell (Australian National University, Canberra) for helpful review of the manuscript. Contribution CFR no. 2007.

Appendix A. Determination of the parameters of the fit

The sum of the residuals of the equation of the calibration curve re-written on a logarithmic scale, is:

$$R = \sum_i \left(\log n_i - \log n_0 + i \cdot \log \left(1 + \frac{v}{V} \right) \right)^2$$

The expressions of the free parameters deduced from a conventional least mean square method are:

$$-\log \left(1 + \frac{v}{V} \right)_{\text{GL-O}} = \frac{\sum_i (i - \bar{i})(\log n_i - \overline{\log n_i})}{\sum_i (i - \bar{i})^2}$$

and

$$\log n_0 = \overline{\log n_i} - \bar{i} \cdot \log \left(1 + \frac{v}{V} \right)$$

where \bar{i} and $\overline{\log n_i}$ are the mean values of i and $\log n_i$, respectively. Therefore:

$$\left(\frac{v}{V} \right)_{\text{GL-O}} = \exp \left[\frac{\sum_i (i - \bar{i})(\log n_i - \overline{\log n_i})}{\sum_i (i - \bar{i})^2} \right] - 1$$

and

$$n_0 = \exp \left[\overline{\log n_i} - \log \left(1 + \frac{v}{V} \right) \bar{i} \right]$$

Appendix B. Error determination

The mathematical expression providing the age of any sample depends on the number of atoms of $^{40}\text{Ar}^*$ and ^{40}K , and on the decay constants ($\lambda = 5.543 \cdot 10^{-10}$ and $\lambda_e = 0.581 \cdot 10^{-10}$ (Steiger and Jäger, 1977) of the isotope ^{40}K :

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left(\frac{\lambda}{\lambda_e} \cdot \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right)$$

The values of the decay constants are the result of a consensus so that the associated uncertainties can be legitimately discarded. The variance of the age

can be approximated by the general equation for the propagation of errors. In the absence of any correlations between the errors of the two variables ($^{40}\text{Ar}^*$ and ^{40}K) this expression is re-written as:

$$\sigma_t^2 = \left(\frac{\partial t}{\partial \text{Ar}^*} \right)^2 \times \sigma_{\text{Ar}^*}^2 + \left(\frac{\partial t}{\partial \text{K}} \right)^2 \times \sigma_{\text{K}}^2$$

that is:

$$\begin{aligned} \sigma_t^2 &= \left(\frac{1}{\lambda_e \text{K}} \cdot \frac{1}{e^{\lambda t}} \right)^2 \times \sigma_{\text{Ar}^*}^2 \\ &\quad + \left(-\frac{1}{\lambda \text{K}} \cdot \frac{e^{\lambda t} - 1}{e^{\lambda t}} \right)^2 \times \sigma_{\text{K}}^2 \end{aligned}$$

where $\sigma_{\text{Ar}^*}^2$ and σ_{K}^2 are the variance of the number of $^{40}\text{Ar}^*$ and ^{40}K atoms, respectively and $(\frac{\partial t}{\partial \text{Ar}^*})(\text{resp. } (\frac{\partial t}{\partial \text{K}}))$ is the partial derivative of the age with respect to $^{40}\text{Ar}^*$ evaluated at the mean of $^{40}\text{Ar}^*$ (resp. ^{40}K).

In this study published ^{40}K determinations and associated uncertainties have been used. For our own ^{40}K determinations the confidence interval is maximized to 1%, and thus $\sigma_{\text{K}}^2 = 10^{-4}$.

The determination of the error associated with the number of atoms of radiogenic argon $^{40}\text{Ar}^*$ depends on the dispersion of the percentage of radiogenic argon $\text{Ar}^*(\%)$, and also on the number of ^{40}Ar atoms in the last calibrated dose introduced in the MS line (N_{dc}). Taking into account the stability of the ^{40}Ar signal, the dose-equivalents (see Eq. (2)) are supposed to be determined accurately enough, so that the corresponding uncertainty may be neglected. Assuming that the $^{40}\text{Ar}^*(\%)$ values are distributed according to a Gaussian law, the error on $^{40}\text{Ar}^*(\%)$ is the standard error of this distribution with a width resulting mainly from the dispersion of the values of the ^{36}Ar signal, whereas the drift on the ^{40}Ar equals almost zero throughout the acquisition period. The error related to N_{dc} is computed by considering the difference between central and minimum (or maximum) values. The minimum (or maximum) value corresponds to the minimum (or maximum) parameters of the calibration curve, given by the jackknife

method (Caceci, 1989). The jackknife estimate of the standard error of the parameter p is given by:

$$\sigma_p = \left[\left(\frac{n-1}{n} \right) \sum_{i=1}^n (\hat{p}_i - \hat{p})^2 \right]^{1/2} \text{ with } \hat{p} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \hat{p}_i$$

where the \hat{p}_i are the parameters resulting from the jackknifed fit, and n the original number of data points.

Finally the variance of $^{40}\text{Ar}^*$, also deduced from the equation of the propagation of errors, is, according to Eq. (3) given by:

$$\sigma_{\text{Ar}^*}^2 = \left(\frac{\text{DE}_S}{\text{DE}_{dc}} \right)^2 \left(N_{dc}^2 \times \sigma_{\text{Ar}^*(\%)}^2 + \text{Ar}^{*2}(\%) \times \sigma_{N_{dc}}^2 \right)$$

where $\sigma_{N_{dc}}^2$ and $\sigma_{\text{Ar}^*(\%)}^2$ are computed according to previous outline.

References

- Alexander, E.C., Michelson, G.M., Lanphere, M.A., 1978. MMhb-1: a new $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard. In: Zartman, R.E. (Ed.), Short papers of the fourth ICOG. U.S. Geological Survey Open File Report, 78-701, 6–8.
- Baksi, A.K., Archibald, D.A., Farrar, E., 1996. Intercalibration of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standards. Chem. Geol. 129, 307–324.
- Baksi, A.K., Hsu, V., McWilliams, M.O., Farrar, E., 1992. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Brunhes–Matuyama geomagnetic field reversal. Science 256, 356–357.
- Bassinot, F.C., Labeyrie, L.D., Vincent, E., Quidelleur, X., Shackleton, N.J., Lancelot, Y., 1994. The astronomical theory of climate and the age of the Brunhes–Matuyama magnetic reversal. Earth Planet. Sci. Lett. 126, 91–108.
- Caceci, M.S., 1989. Estimating error limits in parametric curve fitting. Anal. Chem. 61, 2324–2327.
- Cassignol, C., Gillot, P.-Y., 1982. Range and effectiveness of unspiked potassium-argon dating: experimental groundwork and applications. In: Odin, G.S. (Ed.), Numerical Dating in Stratigraphy. Wiley, 1, 159–179.
- Cebula, G.T., Kunk, M.J., Mehnert, H.H., Naeser, C.W., Obradovich, J.D., Sutter, J.F., 1986. The Fish Canyon tuff, a potential standard for the $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ dating and fission-track methods. Sixth International Conference on Geochronology, Cosmochronology, and Isotope Geology, Cambridge, [abs.] Terra Cognita, 6, 139–140.
- Dalrymple, G.B., Alexander, E.C., Lanphere, M.A., Kraker, G.P., 1981. Irradiation of samples for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating using the Geological Survey TRIGA Reactor. U.S. Geological Survey, Professional Paper, 1176, 55 pp.
- Dalrymple, G.B., Izett, G.A., Snee, L.W., Obradovich, J.D., 1993. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age spectra and total-fusion ages of tektites from Cretaceous–Tertiary rocks in the Beloc Formation Haiti. U.S.G.S. Bull. 2065, 1–20.

- Dixon, W.J., 1953. Processing data for outliers. *Biometrics* 9, 74–89.
- Draper, N., Smith, H., 1981. *Applied Regression Analysis*. Wiley, Chichester, 709 pp.
- Engels, J.C., Ingamells, C.O., 1970. Effect on sample inhomogeneity in K–Ar dating. *Geochim. Cosmochim. Acta* 34, 1007–1017.
- Fuhrmann, U., Lippolt, H.J., Hess, J.C., 1987. Examination of some proposed K–Ar standards: $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ analyses and conventional K–Ar data. *Chem. Geol. (Isotope Geoscience Section)* 66, 41–51.
- Hall, C.M., Farrell, J.W., 1995. Laser $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages of tephra from Indian Ocean deep-sea sediments: tie points for the astronomical and geomagnetic polarity time scales. *Earth Planet. Sci. Lett.* 133, 327–338.
- Hays, J.D., Imbrie, J., Shackleton, N.J., 1976. Variations in Earth's orbit: pacemaker of the ice ages. *Science* 194, 1121–1131.
- Hess, J.C., Lippolt, H.J., 1994. Compilation of K–Ar measurements on HD-B1 standard biotite. In: Odin, G.S. (Ed.), *Phanerozoic Time scale*. Bull. Liais. Inform. I.U.G.S., Subcom. Geochronol., 12, 19–23.
- Hilgen, F.J., 1991a. Astronomical calibration of Gauss to Matuyama sapropels in the Mediterranean and implication for the geomagnetic Polarity Time Scale. *Earth Planet. Sci. Lett.* 104, 226–244.
- Hilgen, F.J., 1991b. Extension of the astronomically calibrated (polarity) time scale to the Miocene/Pliocene boundary. *Earth Planet. Sci. Lett.* 107, 349–368.
- Hilgen, F.J., Krijgsman, W., Langereis, C.G., Lourens, L.J., Santarelli, A., Zachariasse, W.J., 1995. Extending the astronomical (polarity) time scale into the Miocene. *Earth Planet. Sci. Lett.* 136, 495–510.
- Imbrie, J., Berger, A., Boyle, E.A., Clemens, S.C., Duffy, A., Howard, W.R., Kukla, G., Kutzbach, J., Martinson, D.G., Mix, A.C., McIntyre, A., Molino, B., Peterson, L.C., Pisias, N.G., Prell, W.L., Raymo, M.E., Schackleton, N.J., Toggweiler, J.R., 1993. On the structure and origin of major glaciation cycles: 2. The 100,000-year cycle. *Paleoceanography* 8, 699–735.
- Imbrie, J., Boyle, E.A., Clemens, S.C., Duffy, A., Howard, W.R., Kukla, G., Kutzbach, J., Martinson, D.G., McIntyre, A., Peterson, L.C., Pisias, N.G., Prell, W.L., Raymo, M.E., Schackleton, N.J., Toggweiler, J.R., 1992. On the structure and origin of major glaciation cycles: 1. Linear responses to Milankovitch forcing. *Paleoceanography* 7, 701–738.
- Ingamells, C.O., 1974. Control of geochemical error through sampling and subsampling diagrams. *Geochim. Cosmochim. Acta* 38, 1225–1238.
- Ingamells, C.O., Engels, J.C., 1976. Preparation, analysis, and sampling constants for a biotite. U.S. National Bureau of Standards. Special Publication, 422, 403–419.
- International Study Group, 1982. An inter-laboratory comparison of radiocarbon measurements in tree rings. *Nature* 298, 619–623.
- Izett, G.A., Obradovich, J.D., 1994. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age constraints for the Jaramillo Normal Subchron and the Matuyama–Brunhes boundary. *J. Geophys. Res.* 99, 2925–2934.
- Johnson, R.G., 1982. Brunhes–Matuyama magnetic reversal dated at 790,000 yr B.P. by marine-astronomical correlations. *Quat. Res.* 17, 135–147.
- Lanphere, M.A., Dalrymple, G.B., Fleck, R.J., Pringle, M.S., 1990. Intercalibration of mineral standards for K–Ar and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age measurements. *EOS Trans. AGU* 71, 1658.
- Martinson, D.G., Pisias, N.G., Hays, J.D., Imbrie, J., Moore, T.C. Jr., Shackleton, N.J., 1987. Age dating and the orbital theory of the ice ages: development of a high resolution 0 to 300,000 year chronostratigraphy. *Quat. Res.* 27, 1–29.
- Odin, G.S., et al., 1982. Interlaboratory standards for dating purposes. In: Odin, G.S. (Ed.), *Numerical Dating in Stratigraphy*. Wiley, 1, 123–150.
- Raymo, M.E., Ruddiman, W.F., Backman, J., Clement, B.M., Martinson, D.G., 1989. Late Pliocene variations in northern hemisphere ice sheets and North Atlantic deep water circulation. *Paleoceanography* 4, 413–446.
- Renne, P.R., Deino, A.L., Walter, R.C., Turrin, B.D., Swisher, C.C. III, Becker, T.A., Curtis, G.H., Sharp, W.D., Jaouni, A.-R., 1994. Intercalibration of astronomical and radioisotopic time. *Geology* 22, 783–786.
- Ruddiman, W.F., McIntyre, A., Raymo, M.E., 1986. Matuyama 41,000-year cycles: North Atlantic Ocean and northern hemisphere ice sheets. *Earth Planet. Sci. Lett.* 80, 117–129.
- Samson, S.D., Alexander, E.C. Jr., 1987. Calibration of the inter-laboratory $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard, MMhb-1. *Chem. Geol. (Isotope Geoscience Section)* 66, 27–34.
- Shackleton, N.J., Berger, A., Peltier, W.R., 1990. An alternative astronomical calibration of the lower Pleistocene timescale based on ODP Site 677. *Trans. R. Soc. Edinburgh* 81, 251–261.
- Singer, B.S., Pringle, M.S., 1996. Age and duration of the Matuyama–Brunhes geomagnetic polarity reversal from $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ incremental heating analyses of lavas. *Earth Planet. Sci. Lett.* 139, 47–61.
- Spell, T.L., McDougall, I., 1992. Revisions to the age of the Brunhes–Matuyama boundary and the Pleistocene geomagnetic polarity time scale. *Geophys. Res. Lett.* 19, 1181–1184.
- Steiger, R.H., Jäger, E., 1977. Subcommission on geochronology: convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology. *Earth Planet. Sci. Lett.* 36, 359–362.
- Steven, T.A., Mehnert, H.H., Obradovich, J.D., 1967. Age of volcanic activity in the San Juan Mountains, CO. U.S. Geological Survey Professional Paper, 575-D, 47–55.
- Tauxe, L., Deino, A.D., Behrensmeyer, A.K., Potts, R., 1992. Pinning down the Brunhes/Matuyama and upper Jaramillo boundaries: a reconciliation of orbital and isotopic time scales. *Earth Planet. Sci. Lett.* 109, 561–572.
- Turrin, B.D., Turrin, M., Turrin, D.-N.J., Hearn, B.C. Jr., 1994. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages from the rhyolite of Alder Creek, California: age of the Cobb Mountain Normal-Polarity Subchron revisited. *Geology* 22, 251–254.
- York, D., 1969. Least squares fitting of a straight line with correlated errors. *Earth Planet. Sci. Lett.* 5, 320–324.

Annexe 3

Rapport CEA 2008



Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement

H. Guillou
L.S.C.E.
Unité Mixte de Recherche CEA - CNRS
Bât 12 - Avenue de la Terrasse
91198 Gif-sur-Yvette Cedex France
FAX : 33 - 1 - 69 82 35 68
TEL: 33 1 69 82 35 56

Gif -sur- Yvette, le 24/09/08

DATATION PAR LA METHODE POTASSIUM - ARGON

SANS TRACEUR

DE ROCHES VOLCANIQUES DE L'ILE DE LA REUNION

Demandeurs Jacques Eric/ Jean Louis Nédellec – BRGM – Réunion



I - Procédure analytique

La phase retenue pour les mesures d'argon et de potassium est la mésostase microcristalline, représentative de la fraction cristallisant lors de la mise en place de la lave. Le protocole de préparation des échantillons a pour finalité de préparer des aliquotes homogènes, sur lesquelles seront mesurées séparément les teneurs en potassium et la composition isotopique de l'argon. Les échantillons sont broyés et tamisés à la fraction 0,250 – 0,125 mm, puis lavés dans un bain d'acide acétique dans une cuve à ultras sons, afin d'éliminer les éventuelles phases secondaires d'altération. Les phénocristaux, d'olivine, de feldspaths et de pyroxènes, phases ubiquistes dans les roches de l'île de la Réunion, sont éliminés successivement par tris magnétique et densitométrique (Diiodométhane dilué à l'acétone) car ces phénocristaux, porteurs potentiels d'excès d'argon peuvent entraîner une erreur par excès sur les âges supérieure à l'erreur analytique. Les valeurs de densité sont données dans le tableau 1.

Sample ID	CI-2	MA1
Intervalle de densité	2.95 – 2.80	2.85 – 2.78

Tableau 1 : Gamme de densité des aliquotes de mésostases analysées.

La composition isotopique et les teneurs en argon sont mesurées suivant la technique sans traceur (unspiked) détaillée dans Charbit et al., 1998.

Charbit S. Guillou H. and Turpin L. 1998 -Cross calibration of K-Ar standard minerals using an unspiked Ar measurements technique. Chemical Geology, 150, 147-159.



II) Résultats.

Les résultats sont donnés dans les pages suivantes et synthétisés dans le tableau 2.

Experience n°	Poids fondu (g)	K* (wt.%)	40Ar* (%)	40Ar* (10 ⁻¹³ mol/g)	40Ar* moy. Pondérée ± 1σ	Age ± 2σ ka
C 2						
7715	0.92653	0.465 ± 0.005	6.308	11.176		
7734	1.42178	"....."	5.830	10.896	11.043 ± 0.112	1369 ± 39
A						
7730	2.14701	1.860 ± 0.019	10.420	7.989		
7737	1.97632	"....."	21.806	7.626	7.772 ± 0.039	241 ± 5



Annexe e e r e tat



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Date : 2000-03-03

Correlation C2

Praticien : Jacques Eric / jean-Louis Nédellec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Sample Preparation Note #

Water analysis Brown jar 02000 ration extraction sample name
 $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ $^{40}\text{Ar}^0$ 0

Age 3 ± 0.0 a

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-12} moles/g)
6.308	1.118
5.830	1.090

Weighted Mean (10^{-12} moles/g)
1.104Potassium Analysis:

K%: 0.465

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_e = 0.572 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$\lambda_{e^*} = 0.0088 \cdot 10^{-10}/\text{a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_e + \lambda_{e^*})}{(\lambda_e + \lambda_{e^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note $^{40}\text{Ar}^*$ refers to radiogenic $^{40}\text{Ar}^*$ refers to total and unclear Error on the age at 2σ e.e.



POTASSIUM-ARGON AGE DETERMINATION

Date : 30/03/

Corrérence : A

Attestation : Jacques Eric / Jean-Louis Nédellec
B.R.G.M. Réunion
5, Rue Sainte Anne
BP 906
97478 Saint Denis cedex

Date d'analyse : 02/03/2002

Matériel analysé : roche 02000 razion etat de la n
 $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}_2$ $^{40}\text{Ar}^0 = 0000$

Age : 2 ± 2 a

Argon Analyses:

$^{40}\text{Ar}^*$ %	$^{40}\text{Ar}^*$ (10^{-13} moles/g)	Weighted Mean (10^{-13} moles/g)
10.420	7.989	7.772
21.806	7.626	

Potassium Analysis:

K%: 1.860

Constants used:

$$\lambda_\beta = 4.962 \cdot 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_\varepsilon = 0.572 \cdot 10^{-10} \text{ /a}$$

$$\lambda_{\varepsilon^*} = 0.0088 \cdot 10^{-10} \text{ /a}$$

$$^{40}\text{K}/\text{K} = 1.167 \cdot 10^{-4} \text{ g/g}$$

$$AGE = \frac{1}{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \ln \left[\frac{\lambda_\beta + (\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})}{(\lambda_\varepsilon + \lambda_{\varepsilon^*})} \times \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} + 1 \right]$$

Note : $^{40}\text{Ar}^*$ refers to ratio en $^{40}\text{Ar}^*$ a refer to total and overall Error on the age at 2σ e.e.

Annexe 4

Résultat des analyses ^{14}C

REUNION

Radiocarbone

Echantillons

Nature : bois et sédiments organiques
Date de réception : 24/09/04

Analyses

Opérateur(s): sous traitance auprès de BETA ANALYTIC INC.
Date de réalisation : octobre – novembre 2004

Mode d'analyse

Analyse de l'activité du Carbone 14 par la méthode radiométrique.

L'échantillon broyé subit d'abord une série de nettoyages pour éliminer les différents contaminants. La combustion sous oxygène permet d'obtenir du CO₂, dont un aliquote est utilisé pour la mesure du rapport isotopique ¹³C/¹²C. Le CO₂ est converti en benzène et l'activité de ¹⁴C est mesurée par comptage β sur un compteur à scintillation liquide.

La préparation et le comptage sur compteur à scintillation liquide sont réalisés par Beta Analytic Inc.

L'activité du C14 est normalisée par rapport à celle du carbone moderne référence et corrigée des effets isotopiques ; elle est exprimée en % de carbone moderne (pCM). L'âge conventionnel est déterminé à partir de la mesure de l'activité du ¹⁴C normalisée et corrigée. Par convention, la période du ¹⁴C est prise égale à 5568 ans, l'âge conventionnel est exprimé en ans BP (l'année référence est 1950 AD).

Identification et prétraitement des échantillons

Les échantillons de MC 01 et MC 02 sont des fragments de bois.

PC 1728 a été identifié comme du matériel carbonisé.

Dans l'échantillon FL-LM-71, une fraction tourbeuse a été séparée pour l'analyse.

MC01, MC 02, PC 1728 et FL-LM-71 ont subi une série de nettoyages (acide/base/acide) pour éliminer les différents contaminants, carbonates et acides organiques.

FL-M-85 ne contient pas de bois ni de matière végétale ; il a été traité comme un sédiment organique. Le nettoyage avant la combustion a consisté en une série de rinçages acides.

L'échantillon FL-M-50 est composé uniquement de sédiment faiblement organique; son analyse a été annulée par décision du demandeur.



Géosciences pour une Terre durable

brgm**Résultats***Rapport d'essais 04-1-109-D*

Nº	Réf. Labo	ECHANTILLON	$\delta^{13}\text{C}$ vs PDB ‰ (± 0.1)	Activité ^{14}C pCM	Age ^{14}C conventionnel ans BP ($\pm 1\sigma$)	Age estimé en années calendaires (2σ , 95% proba)
1	04 S 138	FL-LM-71	-25,8	82,6 \pm 0,6	1530 \pm 50	420 - 630 Cal AD (1,00)
2	04 S 139	PC 1728	-26,2	< 0,6	> 40810	âge supérieur au domaine de calibration
3	04 S 140	MC 01	-25,5	84,7 \pm 0,6	1330 \pm 60	600 - 830 Cal AD (0,98) 840 - 670 Cal AD (0,02)
4	04 S 141	MC 02	-28,5	82,0 \pm 0,5	1600 \pm 50	340 - 580 Cal AD (1,00)
5	04 S 142	FL-M-50	nd	nd	nd	-----
6	04 S 143	FL-M-85	-27,0	64,5 \pm 0,6	3520 \pm 70	2030 - 1690 Cal BC (1,00)

L'estimation statistique de l'âge en années calendaires est faite à partir du programme de calibration de Stuiver et al. (1998). Pour les bois, la tourbe et le sédiment organique cette évaluation est faite avec une calibration basée sur les données atmosphériques par décades (de 1998 jusqu'à de 20265 ^{14}C ans BP).

La période donnée représente la(les) zone(s) d'âge dans laquelle il y a 95% de chance de trouver l'âge. Entre parenthèses figure le poids relatif de chaque zone d'âge pour la statistique donnée.

AD : Anno Domini ; après J.C.

BC : Before Christ ; avant J.C.

Références

Stuiver M., Reimer P.J. , Bard E., Beck J.W., Burr G.S., Hughen K.A., Kromer B., McCormac G., van der Plicht J., et Spurk M. (1998)- INTCAL98 radiocarbon age calibration 24000-0 CAL BP. Radiocarbon 40.

le ho =

C. FLEHOC



Chef du service : A.M. FOUILAC
 Correspondant Qualité : C. LEDUC
 Coordination des analyses : A. GADALIA

Unité Chimie minérale des solides : D. MARTINEAU
 Unité Chimie des micropolluants organiques : L. AMALRIC
 Unité Chimie des eaux : J.P. GHESTEM
 Unité Chimie isotopique : J.P. GIRARD

RAPPORT D'ANALYSES

Demandeur	GARCIN
	ARN/ATL
Provenance des échantillons	REUNION
Nature des prélèvements	
N° ANA	I1236B
N° de demande	2400179
N° d'affaire	
N° de compte	02RIS

Laboratoire Isotopes stables

Responsable C.FLEHOC

Téléphone : (33) 02 38 64 30 17

Télécopie : (33) 02 38 64 39 25

Résultats certifiés par le(s) responsable(s) de laboratoire le : 13-DEC-02

Visa A. Gadalia

.> -> ATTENTION AUX INFORMATIONS PORTEES PAGE(S) SUIVANTE(S).

Les résultats exprimés ne concernent que les échantillons soumis à essais.
 La reproduction de ce rapport d'essais n'est autorisée que sous sa forme intégrale.

Nb Pages 4/3

BRGM - Analyse

3, avenue Claude Guillemin - B.P. 6009 - 45060 Orléans cedex 2, France
 Téléphone : (33) 02 38.64.30.17 - Télécopieur : (33) 02 38.64.39.25 - Télex : BRGM 780258 F

Orléans, le 13/12/2002



SERVICE ANALYSE ET CARACTERISATION MINERALE
Laboratoire Isotopes stables et faible radioactivité

N/Réf. : ANA/ISO I1236B

Demandeur : M. GARCIN ARN/ATL
Référence de l'étude : LA REUNION
Nombre d'échantillons : 3

RESULTATS D'ANALYSES ISOTOPHIQUES

Datation par le radiocarbone

Réf. interne : 02S247

Réf. échantillon : MG02-REU 1 BOIS

Activité (en % Carbone Moderne) : 83.5 +/- 0.6

$\delta^{13}\text{C}^{\text{o}}/\text{oo}$ vs PDB : -28.4 +/- 0.1

$\delta^{15}\text{N}^{\text{o}}/\text{oo}$ vs air : ND +/- 0.2

Mesure réalisée par la méthode conventionnelle.

C. FLEHOC

N. B. - Les échantillons sont conservés six mois à compter de cette date. Leur destruction est ensuite systématique (sauf avis contraire de votre part).

ND : analyse non déterminée

Nb page : 3

4
Orléans, le 13/12/2002



SERVICE ANALYSE ET CARACTERISATION MINERALE
Laboratoire Isotopes stables et faible radioactivité

N/Réf. : ANA/ISO I1236B

Demandeur : M. GARCIN ARN/ATL
Référence de l'étude : LA REUNION
Nombre d'échantillons : 3

RESULTATS D'ANALYSES ISOTOPHIQUES

Datation par le radiocarbone

Réf. interne : 02S248

Réf. échantillon : MG02-REU 5 BOIS

Activité (en % Carbone Moderne) : 83.6 +/- 0.5

$\delta^{13}\text{C}^{\text{o}}/\text{oo}$ vs PDB : -30.4 +/- 0.1

$\delta^{15}\text{N}^{\text{o}}/\text{oo}$ vs air : ND +/- 0.2

Mesure réalisée par la méthode conventionnelle.


C. FLEHOC

N. B. - Les échantillons sont conservés six mois à compter de cette date. Leur destruction est ensuite systématique (sauf avis contraire de votre part).

ND : analyse non déterminée

Nb page : 3

**SERVICE ANALYSE ET CARACTERISATION MINERALE**
Laboratoire Isotopes stables et faible radioactivité

N/Réf. : ANA/ISO I1236B

Demandeur : M. GARCIN ARN/ATL
Référence de l'étude : LA REUNION
Nombre d'échantillons : 3

RESULTATS D'ANALYSES ISOTOPHIQUES**Datation par le radiocarbone**

Réf. interne : 02S249

Réf. échantillon : MG02-REU 6 BOIS

Activité (en % Carbone Moderne) : 85.1 +/- 0.7

 $\delta^{13}\text{C}^{\text{o}}/\text{oo}$ vs PDB : -25.8 +/- 0.1 $\delta^{15}\text{N}^{\text{o}}/\text{oo}$ vs air : ND +/- 0.2**Mesure réalisée par la méthode conventionnelle.**

C | lehoc
C. FLEHOC

N. B. - Les échantillons sont conservés six mois à compter de cette date. Leur destruction est ensuite systématique (sauf avis contraire de votre part).

ND : analyse non déterminée

Nb page : 3



5
Orléans, le 13/12/2002

SERVICE ANALYSE et CARACTERISATION MINERALE

Laboratoire Isotopes stables et faible radioactivité

Réf.: ANA / ISO 11236B

RESULTATS D'ANALYSES ISOTOPIQUES ANNEXE

Calibration des âges ^{14}C conventionnels en années calendaires

Echantillon	rég. Labo	Age ^{14}C conventionnel ans BP ($\pm 1\sigma$)	Age estimé en années calendaires ($\pm 2\sigma$, 95% proba)			
MG02REU1	02S 247	1450 \pm 60	440	-	460	Cal AD (0.01)
			460	-	520	Cal AD (0.08)
			520		680	Cal AD (0.91)
MG02REU5	02S 248	1440 \pm 40	550	-	660	Cal AD (1.00)
MG02REU6	02S 249	1300 \pm 60	640	-	880	Cal AD (1.00)

Age conventionnel :

C'est l'âge déterminé à partir de la mesure de l'activité du ^{14}C normalisée par rapport à celle du carbone moderne référence et corrigée des effets isotopiques. Par convention, la période du ^{14}C est prise égale à 5568 ans, l'âge conventionnel est exprimé en ans BP (l'année référence est 1950 AD)

L'estimation statistique de l'âge en années calendaires est faite à partir des courbes de calibration de Stuiver *et al.* (Radiocarbon 40, p1041-1083, 1998). La période donnée représente la(les) zone(s) d'âge dans laquelle il y a 95% de chance de trouver l'âge. Entre parenthèses figure le poids relatif de chaque zone d'âge pour la statistique donnée.

AD : Anno Domini ; après J.C.

BC : Before Christ ; avant J.C.


C. FLEHOC



Centre scientifique et technique
3, avenue Claude-Guillemain
BP 36009
45060 – Orléans Cedex 2 – France
Tél. : 02 38 64 34 34

Service géologique régional "Réunion"
5, rue Sainte Anne
97400 – Saint-Denis - France
Tél. : 02 62 21 22 14