

# THÈSE

Pour obtenir le grade de  
**Docteur**

Délivrée par  
**UNIVERSITÉ DE PERPIGNAN VIA DOMITIA**

Préparée au sein de l'école doctorale **ED544**  
Et de l'unité de recherche **HNHP**  
Spécialité : **Géosciences, géomorphologie et Quaternaire**

Présentée par  
Mlle **SARTÉGOU Amandine**

**ÉVOLUTION MORPHOGÉNIQUE DES  
PYRÉNÉES ORIENTALES : APPORTS DES  
DATATIONS DE SYSTÈMES KARSTIQUES  
ÉTAGÉS PAR LES NUCLÉIDES  
COSMOGÉNIQUES ET LA RPE**

~

**VOLUME D'ANNEXES**





# Sommaire

Préparation des échantillons en vue de mesurer des durées d'enfouissement $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ .....	I
Préparation des échantillons en vue de réaliser des mesures de $^{21}\text{Ne}$ .....	XIII
Détermination de durées d'enfouissement <i>via</i> la RPE.....	XVII
Détermination de durées d'enfouissement <i>via</i> l'OSL.....	XXXI
Annexe du chapitre 5 : localisation des prélèvements pour la vallée de la Têt.....	XXXVI
Annexe du chapitre 6 : localisation des prélèvements pour la haute vallée de l'Ariège.....	LXII
Annexe du chapitre 7 : localisation des prélèvements pour la haute vallée de l'Aude et la haute vallée de l'Agly.....	XCII



# Préparation des échantillons en vue de mesurer des durées d'enfouissement

## $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$

---

### Petit préambule...

#### Sécurité

Les émanations de tous les acides utilisés ici sont dangereuses. Il est nécessaire de toujours les manipuler sous hottes. Il en va de même pour les bases ou les substances organiques. Les brûlures cutanées sont moindres au premier contact concernant  $\text{H}_2\text{SiF}_6$  et  $\text{HCl}$  (ça pique moins fort), que pour  $\text{HNO}_3$  et  $\text{HClO}_4$ . La manipulation des deux premiers cités peut se faire *via* des gants en latex ou en nitrile, tandis que celle du nitrique nécessite des gants en latex. Le nitrique et le perchlorique réagissent fortement en présence de matière organique. La manipulation d'HF nécessite le port de gants épais, de lunettes et de manchons : en cas de contact, mettre du gluconate sur la brûlure et en ingérer.

Il est impératif de respecter les rangements définis (on ne mélange pas les acides et les bases par exemple) et de bien fermer les bouteilles et les bouchons.

Eau dans acide = suicide

Ne pas hésiter à apposer des écriteaux lorsque vous évaporez des substances nuisibles aux autres personnes fréquentant les laboratoires (évaporation d'HF, oxydation en  $\text{BeO}$ , décarbonatation violentes, etc.).

#### Environnement

Concernant les purifications, même si les réactions sont censées avoir consommé la majorité des acides présents en solution, il est préférable d'effectuer la vidange et les premiers rinçages dans une poubelle prévue à cet effet. Au passage, il est préférable d'éviter de mélanger des rejets d'acides chlorhydrique et nitrique, si vous voulez éviter de synthétiser du dichlore (très prisé durant la Première guerre mondiale mais beaucoup moins à la mode actuellement) et d'eau régale. Il est possible de rejeter la plupart des acides à l'évier après 2 ou 3 rinçages, car ils ne sont pas plus nocifs que des produits d'entretiens des canalisations du commerce (au contraire, ça peut leur faire du bien notamment pour contrebalancer les rejets argileux à l'évier). Le rinçage des bouteilles de HF à l'eau de ville souvent riche en ions calcium permet de neutraliser l'acide. Cette assertion s'applique également pour l'ammoniaque utilisée lors de la chimie, qui devra être vidée dans une poubelle réservée aux déchets basiques.

#### Propreté

Il convient de stocker les produits chimiques aux emplacements réservés, et de stocker au maximum ses échantillons dans son bureau et non dans les salles de manipulations, pour éviter

l'encombrement des paillasses, les pertes, les échanges, etc. Il est utile de nettoyer le matériel avant utilisation et impératif de le laver après. Mettre la main à la patte au niveau du nettoyage général des pièces. Il est également primordial de respecter les préconisations d'utilisation de chaque hotte et de chaque pièce (on ne fait pas de purifications dans une hotte réservée à la chimie par exemple).

Ne jamais faire toucher les goulots entre eux, les extrémités des pissettes, etc. Le cas échéant nettoyer abondamment à l'eau distillée. Si les machines à eau distillée n'ont pas fonctionné depuis un moment, ne pas hésiter à purger avec 1 ou 2 L (retour de vacances par exemple).

## **Durées**

Les durées dépendent de l'opérateur, de la disponibilité du matériel/machines, ainsi que du nombre et de la qualité des échantillons (quartzites, sables, etc.). Compter entre 3 semaines et 1 mois et demi. Globalement il faut compter :

- Séparations physiques : entre 1 jour et 1 semaine ;
- Séparations chimiques : entre 1 semaine et demie et deux semaines complètes ;
- Spike + dissolution complète des quartz : 2 jours ;
- Évaporation + dilutions pour l'ICP : une nuit complète + 1 jour ;
- Compter le temps de passage à l'ICP et de traitement des mesures ;
- Chimie : entre 2 et 7 jours. Conseils : évaporer la nuit, préparer à l'avance le matériel pour le lendemain ;
- Oxydation : selon la présence d'autres opérateurs (éviter de mettre le four en marche quand quelqu'un se trouve dans le « labo vert » ;
- Cathodage : 1 matinée à 2 jours.

## **Prélèvements**

Afin de déterminer une durée d'enfouissement pour un sédiment prélevé dans une cavité il convient de :

- ➔ Concernant la cavité : relever les coordonnées GPS du porche (latitude, longitude, altitude), relever la position précise de l'échantillonnage sur la topographie de la cavité, si elle est existante. On obtient ainsi une estimation de la position dans le paléodrain, de l'épaisseur du substrat sus-jacent, et de la hauteur de la voûte ;
- ➔ Prendre une quantité suffisante de matériel : estimer à l'œil la proportion de chaque classe granulométrique, les lithologies des clastes, ainsi que la teneur en quartz. En vue de la réalisation d'un amalgame ou de la méthode isochrone, prendre un nombre suffisant de clastes, de tailles exploitables séparément.

## **Extraction et purification du quartz**

### **1- Broyage/concassage**

- ➔ S'assurer que le poste de broyage est propre, c'est-à-dire que les dépôts de fines ont été évacués. Le nettoyer à l'éthanol ;

- ➔ Passer la soufflette d'air comprimé au niveau du collecteur du concasseur, et au niveau de la mâchoire. Les nettoyer à l'éthanol ;
- ➔ Nettoyer le baquet de réception des sédiments à l'air comprimé et à l'éthanol ;
- ➔ Préparer un sachet pour recueillir la fraction d'intérêt et réutiliser le sac de prélèvement pour la fraction grossière, si possible ;
- ➔ Placer l'échantillon dans les baquets en aluminium (moules à gâteaux) pour les transvaser aisément ;
- ➔ Si l'échantillon ne semble pas pouvoir être broyé en l'état du fait de sa taille, le briser au moyen d'un(e) masse/massette/marteau ;
- ➔ Régler la taille de la mâchoire (on commence usuellement à 5 puis on descend graduellement jusqu'à 2,5). Mettre en marche le broyeur (**attention, le baquet de réception doit bien être à sa place ! La machine ne se mettra pas en route si le dispositif n'est pas sécurisé**). Introduire l'échantillon au fur et à mesure dans le collecteur. Élargir la mâchoire avant de retirer le baquet pour s'assurer que tout l'échantillon est bien passé ;
- ➔ Tamiser les produits obtenus et re-broyer la fraction grossière. Il vaut mieux ne pas descendre trop vite en termes de taille de mâchoire, afin d'éviter de sur-broyer les grains (c'est-à-dire de produire majoritairement des fines au lieu de la fraction d'intérêt).

## 2- Tamisage

Étant donné qu'il n'y a pas de tamisette au CEREGE, le tamisage est effectué à sec pour les échantillons. Il est néanmoins possible de placer le dispositif dans l'évier, qui est assez grand pour ça, et de procéder à un tamisage par voie humide après le tamisage à sec, pour accroître l'efficacité :

- ➔ Préparer une colonne de tamis, avec le baquet de réception surmonté d'un tamis d'ouverture 250  $\mu\text{m}$  et d'un tamis d'ouverture 1 mm. D'autres mailles sont disponibles selon les besoins ;
- ➔ Les passer à l'air comprimé, vérifier qu'il n'y ait pas de grains et les passer à l'éthanol (ne pas négliger les bordures !) ;
- ➔ Verser doucement l'échantillon sur la colonne de tamis. Ne pas trop surcharger car la maille peut vite saturer ;
- ➔ Secouer très vigoureusement la colonne, en décrivant des cercles et en la faisant légèrement taper. L'idée est de simuler des vibrations ;
- ➔ Récupérer le tamisat de la fraction 0,25 – 1 mm dans le sachet prévu à cet effet. Pour ma part je ne conserve pas le tamisat de fines, trop sujettes à des contaminations et peu pratique pour le reste de la démarche de purification. Le refus sera repassé au broyeur (d'où l'intérêt de pratiquer la démarche à sec au CEREGE) ;
- ➔ Renouveler l'opération jusqu'à ce que la quantité de grains soit jugée suffisante selon la teneur en quartz de l'échantillon.

## 3- Séparation magnétique

Cette étape se pratique au moyen d'un séparateur Frantz.

- ➔ Nettoyer l'ensemble du dispositif à l'air comprimé et à l'éthanol. Monter le collecteur, la rampe, et placer deux béchers propres sur l'élévateur à croisillons prévu à cet effet ;
- ➔ Allumer le Frantz, régler l'intensité du champ magnétique ;
- ➔ Bien fermer le bec du collecteur et y placer l'échantillon ;
- ➔ Allumer la vibration et régler le débit d'alimentation ;
- ➔ Ouvrir doucement le bec verseur pour assurer un flux régulier. Pour ma part je fais couler l'échantillon du côté de l'aimant car mes échantillons renferment une large part de minéraux paramagnétiques. Attention à ne pas trop verser de grains, ce qui risque de provoquer un bouchon ;
- ➔ Récupérer la fraction non magnétique et la passer à une intensité du champ magnétique supérieure, jusqu'à ce que l'on soit satisfait du résultat de la séparation. Cette séparation est plus efficace si les grains ont préalablement été débarrassés de leurs fines par lavage à l'eau.

#### 4- Attaques acides

- ➔ Placer les grains obtenus par les méthodes de séparation physique (concassage – broyage – tamisage – séparation magnétique) dans des bouteilles Nalgène®. Peser l'ensemble bouteille + grains ;
- ➔ Mettre en contact les grains avec le mélange  $H_2SiF_6 + HCl$  : l'acide hexafluorosilicique étant en équilibre avec la silice, il éliminera tout le reste. L'acide chlorhydrique permettra de se débarrasser des carbonates. Éviter pour cela de dépasser la limite du tiers en hauteur de la bouteille pour la quantité de grains à traiter, et remplir aux  $\frac{3}{4}$  la bouteille d'acides ;
- ➔ Placer le tout sous agitation pendant un ou deux jours selon les écoles, puis renouveler les acides : vidanger dans la poubelle  $H_2SiF_6 + HCl$  en faisant attention de ne pas faire tomber les grains, rincer une ou deux fois à l'eau de ville, remettre un nouveau mélange acide. Effectuer trois à huit cycles ;
- ➔ Après la dernière vidange, rincer les grains à l'eau de ville jusqu'à atteindre un pH neutre (vérification au papier pH, on atteint ce seuil après 6 rinçages environ), puis placer les Nalgène® à l'étuve à 70°C. Le rinçage est important pour ne pas que des vapeurs d'acides s'accumulent dans l'étuve ;
- ➔ Peser la masse de grains restants.

#### 5- Élimination du $^{10}Be$ atmosphérique

##### a- $HNO_3$ - HF (1% - 1%)

Cette étape est pratiquée au CRPG mais n'a actuellement plus cours au CEREGE. Elle demeure néanmoins pratique si elle est possible à mettre en œuvre.

Mettre en contact avec cette méthode environ 7,5 grammes de quartz avec 25 mL d'HF à 40% (dilué dans un litre d'eau distillée). Sachant qu'il faut 4,4 mL d'HF pour attaquer un gramme de quartz selon la stœchiométrie, c'est une dose d'HF suffisante pour enlever les  $\frac{3}{4}$  du quartz qui est mise. Les faibles pertes (2 à 5%) sont dues au fait que l'acide est très dilué, ce qui crée un blocage cinétique, et à la durée de l'attaque acide. Il est donc important de bien respecter la dilution et le temps d'agitation, sinon les pertes en quartz pourraient être importantes.

- ➔ S'équiper de manière adéquate (gants en nitrile + gants Mappa® + manchons de protection + lunettes + vêtements longs en-dessous de la blouse) et se munir du matériel nécessaire ;
- ➔ Remplir les Nalgène® avec le mélange HNO<sub>3</sub>-HF (1%-1%) ;
- ➔ Placer les Nalgène® dans le panier de la cuve à ultrasons, la remplir d'eau distillée et placer le couvercle. La mettre en marche et laisser reposer 7 heures ;
- ➔ Après les 7 heures, sortir les échantillons et rincer les bouteilles à l'eau froide. Les vidanger puis les rincer 5 fois à l'eau distillée ;
- ➔ Les placer à l'étuve ;
- ➔ Répéter la manipulation deux nouvelles fois après avoir pesé les masses à chaque sortie de l'étuve.

#### **b- Attaques HF**

- ➔ S'équiper de manière adéquate (gants en nitrile + gants Mappa® + manchons de protection + lunettes + vêtements longs en-dessous de la blouse) et se munir du matériel nécessaire ;
- ➔ Considérer 10% de la masse restante lors de la dernière étape de séparation chimique. Multiplier ce nombre par 4,4 pour obtenir le volume d'HF qu'il faudra mettre en contact avec les grains. Un fichier peut pratiquer cette opération automatiquement ;
- ➔ Mettre un petit matelas d'eau distillée sur les grains de quartz ;
- ➔ Mettre le volume nécessaire dans chaque Nalgène®. Pour plus de précision, pipeter le volume calculé et le placer dans la bouteille. Vérifier qu'il n'y ait pas de réaction violente (il peut être utile de se prémunir d'une bassine d'eau) ;
- ➔ Mettre sous sachet dans les boîtes en plastique prévues pour contenir les bouteilles d'HF (il peut être utile d'en garnir le fond avec l'hydrogénocarbonate de sodium au préalable, en cas de fuite). Placer sous agitation durant 24 heures ;
- ➔ À l'issue des 24 heures, vidanger et rincer cinq fois à l'eau distillée, puis placer les bouteilles à l'étuve ;
- ➔ Une fois sèches, peser l'ensemble bouteille + grains et répéter les 6 points précédents deux nouvelles fois.

#### **6- Vérification de la pureté à la loupe binoculaire**

- ➔ Placer l'échantillon dans un verre de montre propre ;
- ➔ L'observer à la loupe binoculaire afin de vérifier que l'échantillon ne contient que du quartz ;
- ➔ Au besoin retirer les minéraux indésirables à l'aide d'une pince. Si leur proportion est trop importante, poursuivre la purification (nouveau passage au Frantz, liqueurs denses, etc.).

## 7- Dissolution totale des quartz et ajout de l'entraîneur

Il apparaît judicieux de travailler avec une quantité inférieure à 20 g de quartz, pour diminuer la quantité d'HF à évaporer, et éviter la formation de « cakes » lors de la première évaporation.

### a- Ajout de l'entraîneur

- Récupérer le *spike* Be au laboratoire bleu ;
- Pipeter la quantité totale d'entraîneur nécessaire et les placer dans un Nalgène® personnel de 8 mL. Cela évite les contaminations et la dégradation de la qualité du *spike* ;
- Ajouter un matelas d'eau distillée sur les grains dans la bouteille Nalgène® ;
- Poser un vial vide sur la balance, tarer ;
- Remplir le vial avec 100 µL ou 150 µL de spike <sup>9</sup>Be, peser le vial plein ;
- Récupérer le contenu du vial avec la pipette et le verser dans le Nalgène®. Rincer le vial à l'eau distillée et faire couler les eaux de rinçage dans le Nalgène®, et ce trois fois (malgré la tension superficielle, tout l'entraîneur peut ne pas avoir quitté le vial au pipetage) ;
- Renouveler l'opération pour chaque échantillon ;
- Ne pas oublier de préparer un blanc chimique : y mettre la même quantité de *spike* mais sans forcément peser ;
- Une variante :
  - Peser le Nalgène® avec les grains et l'eau distillée ;
  - Y placer la quantité de *spike* désirée et peser l'ensemble.

### b- Dissolution totale

- **EPI !!!** Ajouter une quantité d'HF à 48% équivalente à 3.59 mL d'HF par gramme de quartz à dissoudre, ou une quantité d'HF à 40% équivalente à 4.4 mL d'HF par gramme de quartz à dissoudre. Ajouter 20 à 25 mL d'HF au volume calculé afin d'être sûr qu'il soit en excès ;
- Ajouter la même gamme de volumes pour le blanc chimique ;
- Placer dans le sac puis les boîtes hermétiques, bouteilles à la verticale. Bien fermer la boîte avec du scotch ;
- Mettre à l'agitation de 24 à 48 heures (l'idéal est pendant le WE).

### c- Évaporation HF

Vérifier que les béchers en Téflon® soient propres sinon :

- Rincer à l'eau distillée ;
- Remplir avec l'eau distillée puis compléter avec HCl à 37 % ;
- Faire chauffer sur la plancha pendant au moins une demi-heure ;
- Vider dans la poubelle  $\text{H}_2\text{SiF}_6 + \text{HCl}$  ;
- Rincer à l'eau de ville et essuyer ;
- Rincer à l'eau distillée.

S'ils sont propres (mais après un nettoyage à l'eau distillée) ou après nettoyage :

- Labelliser les béchers ;
- Verser le contenu du Nalgène® dans le bécher correspondant ;
- Ajouter 2-3 mL de  $\text{HNO}_3$  à la pipette Pasteur en passant sur les bordures du Nalgène® et verser dans le bécher. Faire ceci trois fois ;
- Mettre l'ensemble à chauffer durant la nuit ;
- Attendre qu'un précipité blanc/jaune se forme.

#### d- Récupération du résidu dans HCl

- Remettre du  $\text{HNO}_3$  quand le précipité est à sec puis ré-évaporer. On fait cette reprise trois fois ;
- Après la troisième évaporation, ajouter HCl 10 M (ou 7 M selon les écoles) dans un bécher pour dissoudre le résidu et transférer le tout dans un Falcon® préalablement nommé et pesé. Rincer une ou plusieurs fois le bécher avec HCl ;
- Peser le Falcon® plein ;
- Prélèvement de 500  $\mu\text{L}$  (aliquote) dans les Falcon®, transfert dans vial préalablement pesé. Pesée de l'aliquote ;
- Sceller les Falcon® dans du Parafilm® et les réserver au frigo ;
- Laver les béchers : mettre 1/2 bécher d'HCl et le reste (jusqu'en haut !) d'eau distillée ; mettre un couvercle en Téflon®, mettre à chauffer sur les plaques pour au moins une journée.

#### e- Préparation pour la mesure à l'ICP et spike Al

- Labelliser un Falcon® de 10 mL et le peser ;
- Prélever 100  $\mu\text{L}$  (**attention volume variable selon le facteur de dilution souhaité !**) dans l'aliquote de 500  $\mu\text{L}$ , et les placer dans le Falcon® de 10 mL ;
- Peser cette nouvelle aliquote ;
- Compléter avec 9,9 mL (**attention volume variable selon le facteur de dilution souhaité !**) du  $\text{HNO}_3$  à 2% ;
- Peser le Falcon® plein ;
- Répéter l'opération pour tous les échantillons ;
- Sceller les Falcon® et les vials dans du Parafilm® et les réserver au frigo.

Une fois que les échantillons ont été passés à l'ICP et que l'aluminium total contenu dans l'échantillon a été mesuré, il est possible de déterminer si l'échantillon a ou non besoin d'être *spike*

en Al. Si ce n'est pas le cas, passer directement à l'étape suivante. S'il est nécessaire de *spiker*, se référer au 7-a en considérant les volumes de *spike* Al à utiliser.

## **Récupération du Be et de l'Al du quartz**

**N.B :** Si la manipulation ne peut être effectuée en continu, conserver le Be et l'Al en phase aqueuse dans l'acide entre 2 étapes. Ne pas hésiter à sceller au Parafilm et à mettre au frigo.

Pour effectuer ses grands débuts avec les résines échangeuses d'ions, passer entre 4 et 7 échantillons + 1 blanc. La maîtrise du temps peut être ardue au début.

Penser à l'ergonomie de l'espace de travail et occuper les « temps morts » avec des nettoyages et des préparations.

La préparation d'un litre de solution voulue est aisée à l'aide des éprouvettes d'1 L annotées.

### **a- Précipitation du Be et de l'Al**

- ➔ Préparer un Falcon® avec du NH<sub>3</sub>, et une pipette Pasteur 1 mL (Pastette®) jetable ;
- ➔ Préparer un bécher avec du sopalin au fond et des agitateurs en plastique ;
- ➔ Mettre environ 1 mL de NH<sub>3</sub> dans le Falcon® du 1er échantillon ;
- ➔ Préparer un stock de papier pH sur du sopalin ;
- ➔ Préparer un bécher d'HCl à 4,5 M (ou 7 ou 10 M selon les préférences) pour redescendre le pH si nécessaire ;
- ➔ Tester le pH avec l'agitateur dévolu à l'échantillon ;
- ➔ Rajouter quelques gouttes de NH<sub>3</sub> ou de HCl pour ajuster à pH 8-9, et tester régulièrement. Attention zone de virage vers pH 4-5. Globalement, si le précipité a été récupéré avec trois pipettes d'HCl 10 M après l'évaporation, il est simplement nécessaire de mettre trois pipettes d'ammoniaque ;
- ➔ « Vortexer » à « speed » 6 à 8 ;
- ➔ Passer à la centrifugeuse : 5 min à 4000 tours/min ;
- ➔ Les sortir et re-tester le pH. Le réajuster si nécessaire ;
- ➔ Vider le surnageant dans la poubelle « déchets basiques » ;
- ➔ Rincer le précipité à l'eau pH 8-9 et tester le pH ;
- ➔ Repasser au vortex, centrifugeuse, etc. L'ensemble trois fois ;
- ➔ Après les trois fois, ajouter 3 mL d'HCl 10 M + re-vortexer pour dissoudre le précipité ;
- ➔ Centrifuger pour que l'ensemble du liquide se trouve au fond du Falcon®.

### **b- Préparation colonne I – passage sur résine anionique (Dowex 1 x 8)**

- ➔ Préparer 8 colonnes à l'eau distillée, les numéroter, sortir les feuilles de suivi et les accrocher à la vitre de la hotte ;
- ➔ Placer les béchers poubelles sous les colonnes ;
- ➔ Rincer à l'eau distillée ;
- ➔ Prendre le bécher « 1x8 » dans le meuble roulant ainsi que le pot de résine Dowex® 1x8 sur l'étagère. Nettoyer le bécher à l'eau distillée et y verser la résine si elle est humide ;

- ➔ Prendre des béchers en borosilicates neufs, les rincer à l'eau distillée et les labelliser ;
- ➔ Rincer les colonnes à l'HCl 4.5 M puis 10 M puis repasser de l'eau distillée ;
- ➔ Introduire 10 mL d'eau distillée dans les colonnes avec le bouchon du bas ouvert puis la résine jusqu'à largement dépasser les 10 cm ;
- ➔ Laisser descendre le liquide, quand le goutte-à-goutte se fait plus faible, boucher le bas de la colonne ;
- ➔ Attendre que la résine se tasse et qu'elle se différencie avec l'eau ;
- ➔ Égaliser à 9 cm en aspirant ou en ajoutant de la résine en en remuant la surface pour la garder plane.

N.B :

- Méthode alternative pour éviter la formation de bulles : mettre de l'eau distillée avec le bouchon de la colonne fermé puis ajouter un peu de résine à la pipette. Une fois sûre qu'il n'y a pas de bulles, ouvrir le bouchon.
- Il ne doit pas y avoir de bulles ou de stratifications dans les colonnes !
- Une alternative peut être employée si la résine est sèche. Dans ce cas la masse à prélever sera indiquée sur le pot de résine (peser le bécher à sec, y mettre la masse de résine adéquate, l'humidifier et la verser dans les colonnes).

**c- Colonne I**

- ➔ Ouvrir les colonnes et laisser descendre l'eau distillée dans les béchers poubelles ;
- ➔ Quand le niveau arrive à 2-3 mm au-dessus de la surface de la résine, ajouter quelques gouttes d'HCl 10 M puis ajouter 20 mL d' HCl 10 M (voir astuces du N.B) ;
- ➔ Quand le niveau arrive à 2-3 mm au-dessus de la surface de la résine, CHANGER DE BÉCHER et introduire l'échantillon dans la colonne. Mettre quelques gouttes de HCl 10 M dans le Falcon®, pipetter et introduire dans la colonne, l'ensemble 2 ou 3 fois en agitant l'HCl dans le Falcon® avant de le transvaser (pour rincer le tube) ;
- ➔ Quand le niveau arrive à 2-3 mm au-dessus de la surface de la résine, ajouter environ 20 mL de HCl 10 M, d'abord à la pipette puis en versant doucement ;
- ➔ Laisser couler l'ensemble.

N.B : pour éviter les périodes de « rush »

- Astuce 1 dite « astuce-maison » : Nettoyer autant de petits béchers en plastique qu'il y a de colonnes et les placer devant. Y placer successivement tous les volumes nécessaires à la manipulation. En prévoir un supplémentaire avec du HCl 10 M pour les rinçages ;
- Astuce 2 dite « astuce-Choy » : Il est possible d'utiliser un seul petit bécher contenant le HCl 10 M pour alimenter toutes les colonnes et les rinçages, puis de mettre le dernier volume de 20 mL directement dans les Falcon® ;
- Astuce 3 dite « astuce-Léanni » : utiliser des entonnoirs rincés à l'eau distillée pour verser l'intégralité des volumes d'un seul coup.

**d- Évaporation II et précipitation II**

- Mettre les béchers à chauffer à 250°C jusqu'à ce qu'il reste 2 ou 3 mL ou des résidus secs. Attention à ne pas faire bouillir ! Les projections pourraient alors engendrer des contaminations croisées ;
- Ajouter 2-3 mL d'HCl 10 M (ou 7 M selon les écoles) dans les béchers ;
- Transvaser dans de nouveaux Falcon® préalablement nommés si les précédents avaient jaunis, sinon conserver les Falcon® initiaux (ça vaut cher tout ce petit matériel !) ;
- Refaire précipiter les échantillons en montant le pH à 8 au moyen de l'ammoniaque ;
- Vortexer, centrifuger, vider dans la poubelle basique ;
- Rinçage à l'eau pH 8-9, vortexer, centrifuger ;
- Vider le surnageant puis dissoudre dans du HCl 1 M avec quelques mL (2-3) ;
- Centrifuger pour que l'ensemble du liquide se trouve au fond du Falcon® ;
- Laver les colonnes. Pour cela les laisser avec de l'eau distillée et de l'HCl pendant le reste de la journée ou bien la nuit (~2/3 – 1/3).

N.B : si le précipité arrive au moins aux  $\frac{3}{4}$  de la hauteur entre le culot du Falcon® et la soudure en plastique, il sera nécessaire de passer l'échantillon sur une colonne cationique double.

#### e- Colonne II – passage sur résine cationique (Dowex 50Wx8)

- Préparer les colonnes de la même manière que pour la colonne I, à l'exception de la résine : se munir cette fois du pot de Dowex® 50x8 et du bécher correspondant. La couleur rouge-rosée de l'eau est normale et due à la résine. Veiller à ce que tout le matériel soit prêt au préalable (petits béchers en plastique rincés, deux Pastettes® à HCl, entonnoirs rincés, béchers « Be » propres, béchers « Al » propres, éprouvette graduée annotée à 120 mL rincée, les échantillons et leurs Pastettes® correspondantes, et les bouteilles d'HCl aux différentes concentrations) ;
- Laisser descendre l'eau distillée ;
- Quand le niveau est à 10.5 cm, visser les entonnoirs ;
- Quand le niveau est à 9.5 cm, introduire doucement 30 mL d'HCl à 1 mol/L ;
- Laisser couler jusqu'à quelques mm au-dessus de la résine, introduire l'échantillon et rincer le Falcon® à l'HCl 1 mol/L. Introduire avec une pipette neuve au-dessus de l'échantillon ;
- Laisser couler dans le bécher poubelle ;
- Quand le niveau est à 9.5 cm, ajouter 40 mL d'HCl 1 M et laisser toujours le bécher poubelle ;
- Quand le niveau est à 9.5 cm, ajouter 115 mL d'HCl à 1 M et CHANGER LE BÉCHER !
- Quand le niveau est à 9.5 cm, changer de bécher et ajouter 50 mL d'HCl à 4.5 M ;
- Attendre que tout ait coulé, préparer les Falcons® ;
- Laver les colonnes. Pour cela les laisser avec de l'eau distillée et de l'HCl pendant le reste de la journée ou bien la nuit (~2/3 – 1/3).

N.B : dans le cas d'une colonne double, traiter chaque colonne comme si elle était individuelle. Verser équitablement l'échantillon (une pipette pour papa, une pipette pour maman) entre les deux colonnes au moment venu, ainsi que les eaux de rinçage. N'utiliser en revanche qu'un seul bécher, les supports de colonnes ont été taillés pour faciliter cette démarche.

#### f- Évaporation III et précipitation III

- ➔ Mettre à évaporer les deux séries de béchers vers 200-250°C, à thermostat 5-5.5 pour éviter les bouillons. Alternier les pots d'Al et de Be pour limiter les risques de contamination ;
- ➔ Transvaser dans des Falcons® quand il ne reste plus que quelques mL dans les béchers, reprendre avec 2-3 mL d'HCl à 1 M pour bien re-dissoudre ce qui est au fond du bécher ;
- ➔ Amener le pH à 8 avec quelques gouttes d'NH<sub>3</sub>. Y aller goutte par goutte car le pH remonte vite. En général pour 3 pipettes d'HCl à 1 M, le bon pH est trouvé entre 18 et 25 gouttes ;
- ➔ « Vortexer », centrifuger ;
- ➔ Ajouter quelques mL d'eau à pH 8-9, re-vortexer et re-centrifuger ;
- ➔ Rincer trois fois le précipité ;
- ➔ Dissoudre le précipité dans 1 mL d'HNO<sub>3</sub> ;
- ➔ Centrifuger pour que l'ensemble du liquide se trouve au fond du Falcon®.

#### g- Oxydation (700°C) de l'aluminium et du béryllium

- ➔ Nettoyage des creusets :
  - Eau distillée ;
  - HNO<sub>3</sub> ;
  - Eau distillée + essuyage ;
  - Eau distillée ;
- ➔ Pipeter l'échantillon dans le Falcon®, le transvaser dans le creuset ;
- ➔ Rincer le Falcon® avec ~1 mL d'eau distillée ;
- ➔ Mettre les creusets à évaporer sur les plaques jusqu'à obtenir un résidu d'hydroxydes presque brûlé. Attention à bien les espacer, des projections sont possibles ;
- ➔ Mettre les creusets au four à 700°C pendant 1 heure (voir N.B) ou au minéraliseur (« grille-pain » à pleine puissance pendant 1 h ;
- ➔ Laisser refroidir sur les plaques et mettre sous Parafilm® avec les noms ;
- ➔ Stocker les échantillons.

N.B :

- On passe de Be<sup>2+</sup> à BeO. Mettre un masque pour éviter d'inhaler les oxydes et signaler la manipulation à l'aide d'écriteaux apposés sur les portes ;
- Faire un plan car l'encre du feutre ne tiendra pas à cette température.

#### Cathodage

Par la suite, amener les échantillons à ASTER. Suivre le protocole de cathodage fourni par Georges Aumaitre.

La manœuvre consiste à mélanger les oxydes de Be pulvérulents avec de la poudre conductrice de niobium au sein du creuset, puis d'introduire le mélange homogénéisé au sein d'une cathode de cuivre où il sera pressé. Les oxydes d'aluminium sont eux mélangés avec une poudre d'argent.

Les cathodes sont ensuite placées sur un carrousel d'échantillon qui est introduit dans la source d'ASTER.

# Préparation des échantillons en vue de réaliser des mesures de $^{21}\text{Ne}$

La manipulation est assez simple et relativement rapide. Dans un premier temps il s'agit de :

- ➔ Nettoyer l'intérieur de la balance à l'acétone ;
- ➔ Nommer la boîte ;

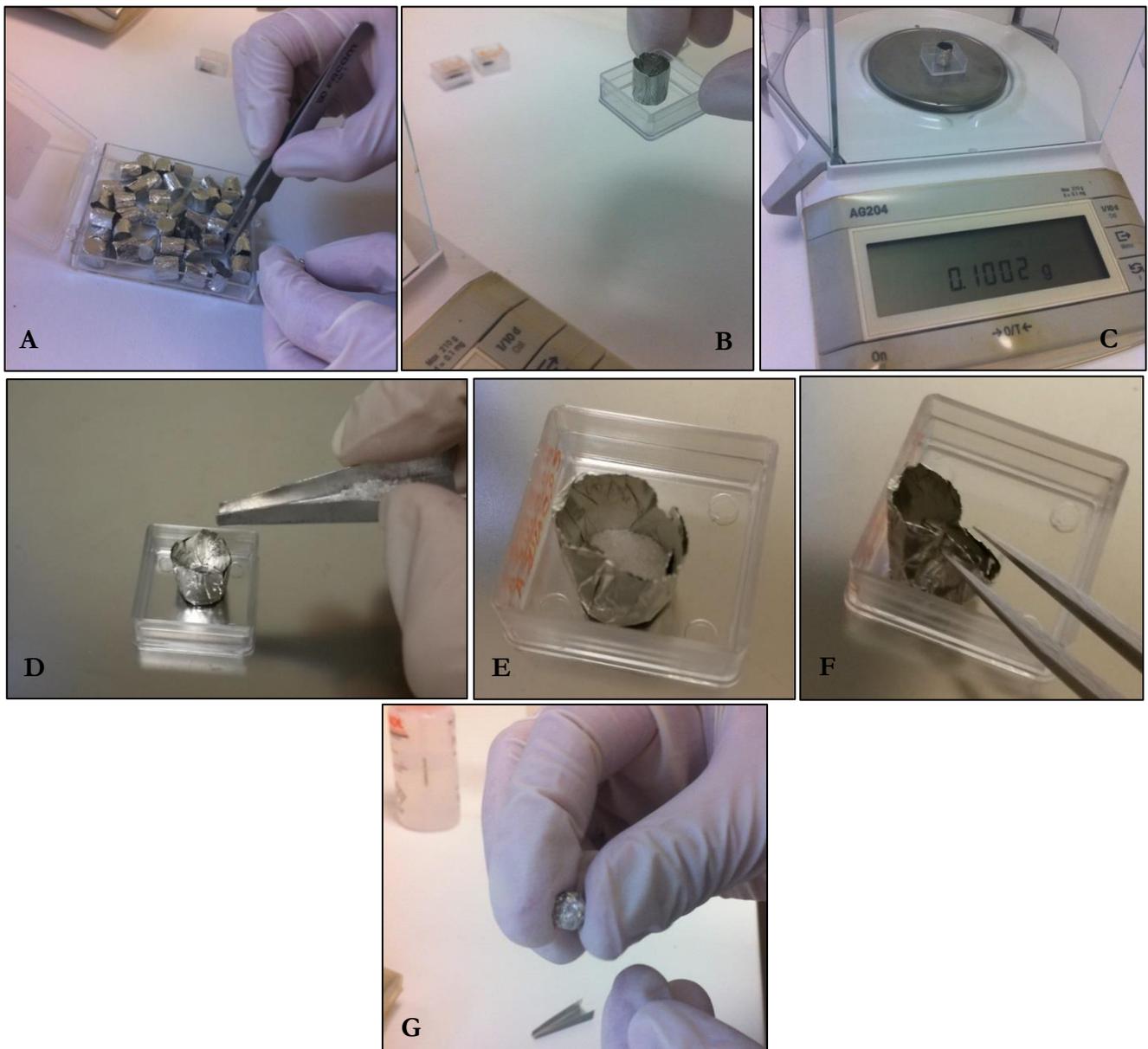


Figure 1 : Préparation des échantillons de quartz. A – Saisie d'un creuset en étain dans lequel les grains de quartz vont être transférés via un entonnoir préalablement lavé à l'acétone ; B – Le creuset est placé dans un récipient en plexiglas ; C – L'ensemble {barquette plexiglas + creuset} est pesé. La balance est tarée ; D – Le quartz est introduit dans le creuset à l'aide de

l'entonnoir ; E – Le quartz forme un tapis de grain homogène au fond du creuset, aucun grain ne se trouve au fond de la barquette de plexiglas ; F – Le creuset est refermé à la pince ; G – Il est ensuite roulé en boule avant d'être introduit dans un nouveau creuset qui sera fermé puis roulé de même. L'opération est ensuite répétée une ultime fois, et l'échantillon est alors prêt pour un passage au spectromètre.

- ➔ Mettre la feuille en étain en creuset au fond de la boîte (attention à manipuler l'ensemble à la pince préalablement lavée à l'acétone afin de ne pas contaminer le matériel avec de la matière organique).
- ➔ Placer l'ensemble dans la balance et tarer (ne pas oublier de fermer la porte surtout pour des échantillons de petite taille) ;
- ➔ Laver l'entonnoir à l'acétone et laisser sécher ;
- ➔ Placer la masse voulue de quartz dans l'entonnoir et verser dans le creuset, puis peser l'ensemble (porte fermée). Le standard étant davantage concentré, ne pas oublier d'adapter la quantité ;
- ➔ Plier sans perdre de grains, en pinçant le haut du creuset ;
- ➔ En faire une petite boule ;
- ➔ Repeser l'ensemble pour voir s'il n'y a pas eu de pertes de grains dans l'opération précédente. Il est impératif de relever la masse de l'échantillon à  $10^{-4}$  g près à ce moment-là afin de déterminer la concentration !!! (le spectromètre ne permet que de remonter à un nombre d'atomes) ;
- ➔ Mettre la boule dans un autre creuset et faire une autre boule. Renouveler l'opération pour avoir plusieurs couches d'étain ;
- ➔ Charger le spectromètre de masse après l'avoir préalablement préparé.



Figure 2 : Chargement d'un échantillon au carrousel

## Procédure de mesure

Avant de commencer les mesures :

- ➔ le spectromètre de masse est sous pompage (EV10 ouverte) et EV3 est fermée ;

- ➔ la ligne est sous pompage (EV5 ouverte) et EV9 est fermée. La pression doit être aux alentours de  $2 \text{ à } 3 \cdot 10^{-9}$  torr ;
- ➔ le four et le bandeau sont sous pompage (EV6 ouverte) et EV8 est ouverte pour éviter toute oxydation ;
- ➔ les échantillons sont prêts dans le carrousel, le hublot est propre pour ne pas fausser les mesures au pyromètre optique (la ligne + le bandeau ont été étuvés, les getters réactivés et les charbons actifs dégazés) ;
- ➔ les charbons actifs (au moins CA1) sont immergés dans l'azote liquide  $N_2$  (attention aux projections car le métal est significativement plus chaud), et les dewars sont couverts de papier aluminium afin de conserver  $N_2$  à l'état liquide le plus longtemps possible ;
- ➔ la ligne de commande « Purif\_neon\_four.txt » est rentrée dans le fichier « Batch.txt », ainsi que les caractéristiques qui l'accompagnent : « 0 » pour un échantillon ou « 2 » pour un blanc ou une ré-extraction, « Ne » pour l'élément mesuré, et il est fait mention dans la 4<sup>ème</sup> colonne de la nature de l'analyse ainsi que de la température du four.

#### Réalisation d'une mesure ou d'un blanc :

- ➔ Fermer la vanne EV6 mais laisser EV8 ouverte ;
- ➔ Fermeture manuelle de getter 1 et CA2 ;
- ➔ Mise en route du four à induction :
  - **Ouvrir les arrivées d'eau** : le robinet du tuyau gris épais se trouve derrière le spectromètre, le robinet du tuyau noir fin se trouve derrière l'Hélix MC. Il n'est pas nécessaire d'ouvrir les robinets entièrement, tourner d'1/4 de tour suffit. Vérifier sous le bureau les débits d'évacuation des tuyaux rouges et gris ;
  - Mettre en marche les **deux ventilateurs** ;
  - Allumer les disjoncteurs du four, en commençant par le général puis en actionnant les secondaires, **après avoir vérifié que le potentiomètre était à 0**. À l'allumage une valeur de la gamme « 244.5 – 245 » doit apparaître.
  - Appuyer sur le bouton noir « Marche ». Un voyant vert s'allume et le compteur passe dans une gamme proche de « 169.6 – 169.9 » ;
  - Tourner le potentiomètre pour atteindre la température souhaitée après l'étude de la caractéristique. Pour le néon, l'extraction se déroule à  $1450^\circ\text{C}$  environ. Pour ce faire le potentiomètre doit être placé sur « 150 » (cadran supérieur sur 1 et inférieur sur 50) ;
- ➔ Si l'on procède à une mesure et non à un blanc, faire tomber l'échantillon au début du rougeoiement. Il n'est *a priori* pas possible d'effectuer de premier palier afin d'extraire l'eau adsorbée à la surface des grains. Pour ne pas encrasser le hublot du fait des gaz extraits, il est nécessaire de mettre les trous bouchés du carrousel en face du hublot. Laisser chauffer **durant 20 minutes** afin de s'assurer que l'extraction soit totale, et vérifier la température du four régulièrement. ;
- ➔ Éteindre le four à induction : remettre le potentiomètre à 0, appuyer sur le bouton rouge « Arrêt » puis **couper l'alimentation au niveau des disjoncteurs. Laisser les ventilateurs tourner et l'alimentation d'eau.** *Attention, si cette procédure n'est pas complète, le four demeurera à  $700 - 800^\circ\text{C}$  malgré l'absence de rougeoiement ce qui pourra mener à une surpression dans la ligne ;*

- ➔ Laisser ainsi durant 3' avec EV8 ouverte. Si ce n'est pas fait, immerger CA2 dans N<sub>2</sub> ;
- ➔ Fermer EV8 et ouvrir manuellement CA2. Laisser ainsi durant 3' ;
- ➔ Ouvrir getter 1 et laisser ainsi durant 3', immerger CA3 dans N<sub>2</sub> ;
- ➔ Lancer la séquence automatisée. Ne pas oublier de remettre du N<sub>2</sub> dans le dewar de CA2 tant qu'EV9 est ouverte et dans celui de CA3 tant que le gaz n'a pas pénétré dans le secteur magnétique ;
- ➔ Environ 200 secondes avant le contrôle de pression « P 4E-6 », immerger dans N<sub>2</sub> le charbon placé avant le secteur magnétique ;
- ➔ Environ 1 minute avant le passage dans le spectromètre de masse, retirer N<sub>2</sub> de CA3 pour permettre au gaz de pénétrer dans le secteur magnétique, attiré par le froid ;
- ➔ Quand le gaz est dans le secteur magnétique et qu'EV5, EV6 et EV11 sont ouvertes, dégazer les charbons actifs. Pour ce faire, protéger les getters en fermant Getter 1 (manuellement) ainsi qu'EV4 et EV7.

N.B : ne pas oublier de contrôler la pression dans la ligne de manière régulière à l'aide de la jauge Pirani.

#### Passage d'un standard :

- ➔ Placer du N<sub>2</sub> au niveau de CA3 ;
- ➔ La ligne de commande « StandardDOM\_Ne\_cosmo\_Dilu2fois.txt » est rentrée dans le fichier « Batch.txt », ainsi que les caractéristiques qui l'accompagnent : « 1 » pour signifier le passage d'un standard, « Ne » pour l'élément mesuré, et il est fait mention dans la 4<sup>ème</sup> colonne du numéro du standard « DOM-XXX » ;
- ➔ Lancer la séquence automatisée. Ne pas oublier de remettre du N<sub>2</sub> dans le dewar de CA2 tant qu'EV9 est ouverte et dans celui de CA3 tant que le gaz n'a pas pénétré dans le secteur magnétique ;
- ➔ Environ 200 secondes avant le contrôle de pression « P 4E-6 », immerger dans N<sub>2</sub> le charbon placé avant le secteur magnétique ;
- ➔ Environ 1 minute avant le passage dans le spectromètre de masse, retirer N<sub>2</sub> de CA3 pour permettre au gaz de pénétrer dans le secteur magnétique, attiré par le froid.

#### Exploitation des résultats

- ➔ Ouvrir le dossier « SFTDATA » se trouvant dans la barre de raccourcis ;
- ➔ Ouvrir sous Excel le fichier « *aaaa-mm-jj-AAx.txt* » à examiner. Si le fichier est incomplet, il est récupérable sous « SFTDATATEMP.lmv » mais il est alors impératif de traiter le fichier avant nouvelle mesure (il sera écrasé), et d'en extraire une version .xml à enregistrer dans le dossier SFTDATA sous la dénomination « *AAAA-MM-JJ-AAx.xml* » ;
- ➔ Sélectionner l'ensemble des données mesurées (généralement des lignes 11 à 841 et des colonnes A à K), et les trier selon la masse (colonne C) ;
- ➔ Tracer pour les trois isotopes le graphique « Nombre de coups perçus par multi » en fonction du temps (colonne H en fonction de la colonne B), effectuer la régression à l'ordre 1 et en extraire le coefficient directeur ;

- ➔ Sélectionner 5\*2 cases et effectuer une régression linéaire des paramètres « Multi » en fonction du « temps » : =DROITEREG(Hxxx : Hxxx ; Bxxx : Bxxx ; 1 ; 1) et propagation avec Ctrl + Maj + Enter. On y retrouve le coefficient directeur nous donnant le nombre de coups à noter sur le cahier (3<sup>ème</sup> colonne et 1<sup>ère</sup> ligne) ainsi que l'incertitude sur ce nombre de coups (3<sup>ème</sup> colonne et 2<sup>ème</sup> ligne) ;
- ➔ Extraire de ces données les rapports  $^{22}\text{Ne}/^{20}\text{Ne}$  et  $^{21}\text{Ne}/^{20}\text{Ne}$  ;
- ➔ Rappporter les résultats dans le cahier de laboratoire ainsi que les observations relatives aux manipulations (pompe cryogénique remontée à 200 K, difficultés rencontrées, etc.).

# Détermination de durées d'enfouissement *via* la RPE

---

## Détermination de la dose externe

- 1- Récupérer entre 100 et 150 g d'échantillon brut. Les peser humides, puis les sécher à l'étuve à 40°C. Peser une boîte à gamma et tarer la balance, puis peser la masse d'échantillon sec (on obtient ainsi la teneur en eau de l'échantillon). Il est nécessaire de peser précisément et de sceller les boîtes avec du scotch. Placer sur la boîte une étiquette avec le nom de l'échantillon, sa masse et la date d'emballage (Figure 1).



Figure 1 : Échantillons placés dans les boîtes à gamma

## Récupération des quartz en vue du passage sur spectromètre ESR

- 1- **Tamissage** par voie humide. Si les sédiments sont très argileux, les malaxer au préalable dans une bassine ou un seau. Récupérer préférentiellement la **fraction 100-200  $\mu\text{m}$** . En cas de manque de matière, il est possible d'élargir la gamme et de récolter du 60-300  $\mu\text{m}$ .
- 2- Transvaser dans un bécher Pyrex et mettre l'ensemble dans la **cuve à ultrasons**. Cette manœuvre va permettre de séparer les argiles restantes des grains, et de casser certains minéraux comme les feldspaths. Vider le surnageant et rincer jusqu'à avoir un surnageant limpide.
- 3- **Tamiser** de nouveau pour éliminer les agglomérats et les fines.
- 4- Passer au Frantz pour **éliminer les minéraux paramagnétiques**. En l'absence de cet appareillage couper le doigt d'un gant pour emballer un aimant (Figure 2).
- 5- **Porter ses EPI**. Transférer dans un bécher en Téflon préalablement nommé et effectuer une **décarbonatation** avec HCl à 37%.

- 6- **Porter ses EPI.** Lorsqu'il n'y a plus de réaction (celle-ci n'est pas systématique), vidanger et rincer les sédiments puis introduire du peroxyde d'hydrogène dans les béchers (à 35%). Cette manipulation va permettre d'ôter toute trace de matière organique. Il est également possible d'utiliser du  $\text{HNO}_3$  à 2%.
- 7- **« Renforcer » ses EPI.** À la fin de la réaction, rincer les échantillons et s'équiper pour manipuler l'**HF**. En verser goutte à goutte pour se prémunir de toute réaction violente puis verser jusqu'à avoir 1 cm d'HF au-dessus de l'échantillon. Laisser agir pendant environ une heure. Remuer régulièrement pour pérenniser l'attaque (avec un agitateur en plastique bien sûr).



Figure 2 : Tri magnétique à l'aimant de l'échantillon d'une grotte du massif de Calamès (à gauche), afin d'éliminer les minéraux paramagnétiques (et sensibles à l'électricité statique) tels que les micas (à droite)

- 8- **Rincer** à l'eau de ville jusqu'à avoir un pH de 6-7. Remise sous HCl des échantillons pour **éviter la formation des fluorides**. La solution est en principe jaune. Pratiquer cette attaque pendant au moins deux heures puis rincer. Ne pas oublier d'agiter de temps à autres.
- 9- Mettre à l'**étuve** à 40°C. Les échantillons doivent être parfaitement secs pour la manipulation suivante.
- 10- En attendant, **préparer le SPT (polytungstate de sodium)** pour une densité à 2,72 (élimination minéraux lourds et récupération des quartz et des feldspaths résiduels).

Pour préparation à partir de poudre, utiliser les proportions suivantes :

Solution	Densité	SPT (g)	Eau (mL)
1000 mL	2,6	2052	545
1000 mL	2,65	2114	538
1000 mL	2,7	2175	527

1000 mL	2,75	2247	508
---------	------	------	-----

### ATTENTION À BIEN UTILISER DE L'EAU DISTILLÉE

Éviter de mettre toute la poudre puis l'eau... L'idéal semble être à chaud et petit à petit, si possible avec agitation magnétique, sinon sous agitation manuelle intermittente.

Ajuster la liqueur à la densité souhaitée :

La densité du SPT peut varier de 1 à 3.

- ➔ Mesurer la densité de la solution disponible avec le densimètre dans l'éprouvette de mesure (Figure 3). Il faut un certain volume pour que le densimètre flotte. La lecture de la densité du liquide se fait au moyen des graduations du densimètre.

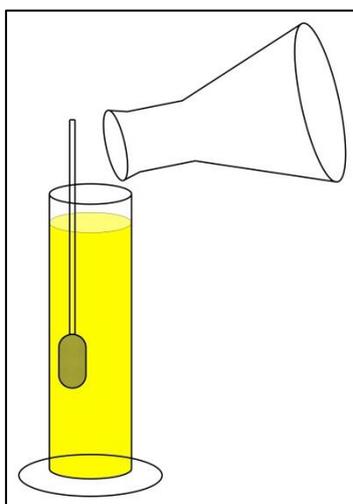


Figure 3 : Mesure de la densité de la solution dans l'éprouvette de mesure avec le densimètre

- ➔ Si le liquide n'est pas assez dense, il est nécessaire de le mettre à évaporer sur une plaque chauffante, si possible sous agitation magnétique.
- ➔ Si la densité est trop élevée, ajouter doucement de l'eau distillée en homogénéisant régulièrement. Les variations sont très rapides.

### 11- Séparation au SPT

- ➔ Placer 200 mL de SPT dans une ampoule propre et sèche (nettoyée à l'eau distillée et séchée à l'étuve) de 250 mL (Figure 4), en faisant très légèrement dans un béccher au début. Fermer rapidement le robinet. Ce procédé évite la formation de bulles ;
- ➔ Verser l'échantillon dans l'ampoule. Ne pas mettre trop de matière pour éviter la formation de bouchons ;
- ➔ Prendre 2 filtres neufs et les labelliser dans la partie haute du filtre avec un marqueur : "Nom de l'échantillon" + "d < 2,72" sur le premier (ou "Légers") ;

"Nom de l'échantillon + "d > 2,72" sur le second (ou "Lourds"). Il est possible de prendre de vieux filtres pour ces derniers ;

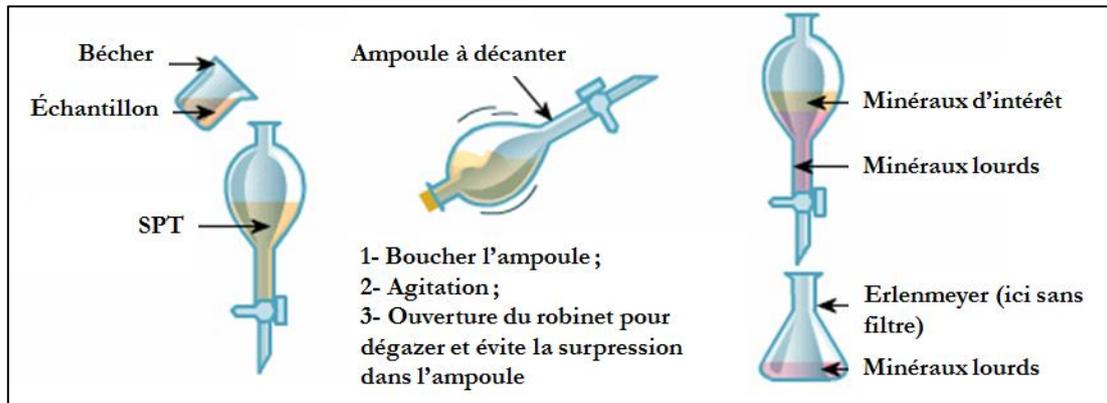


Figure 4 : Protocole général de l'extraction. Ne pas oublier de vérifier régulièrement la densité de la solution. Bien rincer les quartz du surnageant avec de l'eau distillée pour récupérer le SPT. Récupérer le surnageant à chaque passage car le SPT du sous-nageant peut être réintroduit dans l'ampoule (évaporation et recyclage).

→ Emboîter 2 entonnoirs en verre dans 2 erlenmeyers puis placer les filtres dans les entonnoirs (Figure 5) ;

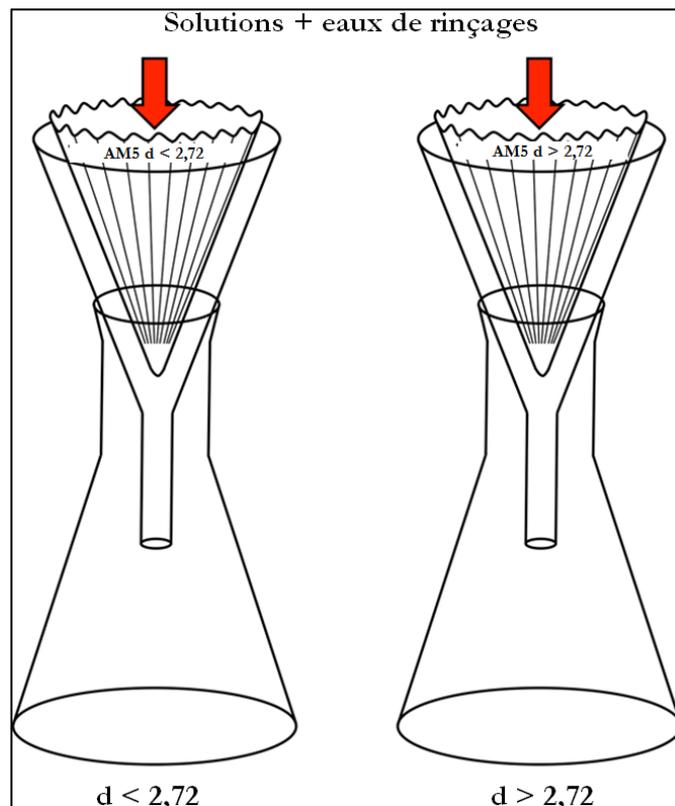


Figure 5 : Dispositif de filtration simple pour la récupération de minéraux lourds et de minéraux de la densité voulue

→ Rincer à la pissette d'eau distillée les grains dans le filtre afin de les débarrasser des polytungstates. Plusieurs lavages à l'eau distillée sont nécessaires pour récupérer des grains

propres, et casser les agglomérats ;

- Quand les grains sont bien rincés, retirer les filtres des entonnoirs, les placer dans des coupelles et les mettre à l'étuve à 40°C ;
- Continuer les séries de séparation tant qu'il reste de la solution ;
- Si l'échantillon a été bien rincé, récupérer les grains secs dans les filtres. La séparation est alors terminée. Si un échantillon mal rincé a été mis à l'étuve, les grains seront indurés par un ciment blanc de polytungstates. Dans ce cas, placer l'échantillon incriminé dans un entonnoir au-dessus d'un bécher propre (au cas où le filtre serait abîmé) et le rincer de nouveau abondamment à l'eau distillée afin de remettre les polytungstates en solution. Le remettre à l'étuve pour le sécher et achever la séparation ;
- Recycler les polytungstates :

Comme mentionné, il est important de récupérer les produits du rinçage des ampoules (vérifier toutefois qu'il n'y a pas de grains !) et de rinçage des grains. Quand bien même les solutions sont très pâles, effectuer néanmoins l'opération.

- Regrouper les différents volumes de liquide dans un minimum de béchers ;
- Évaporer les solutions de ces béchers pour éliminer l'eau et se rapprocher de la densité initiale ou tout du moins d'une densité exploitable par ses successeurs. Utiliser pour ce faire une plaque chauffante entre 100 et 160°C, si possible pourvue de l'agitation magnétique ;
- À mesure que l'évaporation est effective, la solution fonce, son volume diminue et sa densité augmente. Si l'évaporation se faisait au moyen de plusieurs béchers, regrouper les solutions. Si les solutions arrivent à sec, ajouter de l'eau distillée et reprendre l'évaporation ;
- Surveiller fréquemment la densité pour ne pas que la solution fige. Il n'est alors pas rare de voir l'apparition d'une « peau » à la surface de la solution. Si ce signe précurseur se présente, ajouter de l'eau distillée et remuer avec une baguette en verre pour la faire disparaître ;
- Une fois la solution à la bonne densité, la filtrer à l'aide d'un filtre propre afin d'éviter tout risque de contamination en cas de présence de grains résiduels.

- 12- **Tamiser** chaque échantillon sur des tamis de 100 µm (élimination des fines créées par les attaques acides) et de 200 µm (élimination des grains agglomérés). Passer la fraction 100-200 µm ainsi récupérée à l'**aimant** (Figure 2).
- 13- Placer la fraction non magnétique dans un grand pilulier blanc préalablement nommé. Peser cette fraction.
- 14- Préparer 9 petits piluliers pour chaque échantillon (Figure 6), et nommer les bouchons avec le nom

suivi de 1, 2, ..., 9. En préparer un supplémentaire portant le nom de l'échantillon suivi de la mention « BL », pour l'échantillon à blanchir artificiellement aux UV.

- 15- Prendre 10 petits piluliers en Téfalon et leurs bouchons, et les remplir de quartz à l'aide d'une spatule. Boucher avec le doigt à la fin de l'opération et souffler pour enlever les grains qui gêneraient la fermeture du bouchon. Souffler également sur le pas de vis du bouchon. Il est nécessaire d'éviter de forcer en cas de blocage lors du vissage, si on veut pouvoir ré-ouvrir un jour le pilulier sans le détériorer.
- 16- Fermer le pilulier en Téfalon et le placer dans le pilulier en plastique afférent.



**Figure 6 : Mise en piluliers des échantillons, chaque pilulier étant destiné à une dose d'irradiation différente**

- 17- Irradiation gamma des échantillons à différentes doses au CEA et blanchiment optique aux UV de l'un d'entre eux. Étapes non réalisées à titre personnel.
- 18- Le contenu de chaque pilulier blanc en Téfalon irradié est déversé dans son pilulier en plastique afférent.
- 19- Les tubes en verre calibrés sont numérotés avec le nom de l'échantillon suivi du numéro relatif à la dose d'irradiation (Figure 7).

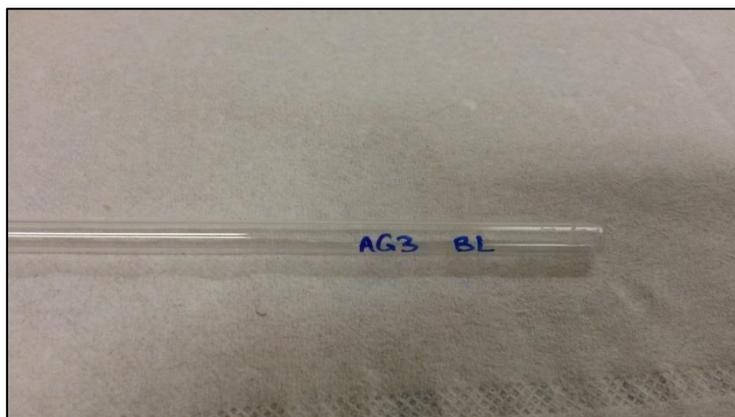


Figure 7 : Exemple de numérotation du tube en verre calibré, ici pour un échantillon blanchi de la grotte de l'Aguzou

- 20- Pesée à vide du tube sur la balance à précision (au dixième de mg près) et tare.
  - 21- Un entonnoir est placé sur l'ouverture du tube et une masse de quartz correspondant à 1 à 1,5 cm de hauteur y est introduite. Puis pesée de l'échantillon (Figure 8). Sceller le tube au Téflon pour se prémunir des accidents de la circulation.
- NB : bien secouer l'entonnoir pour tout récupérer même s'il y a peu d'interactions électrostatiques. Puis y passer un écouvillon. Entre chaque échantillon (pas doses), le nettoyer à l'éthanol pour éviter les contaminations croisées.

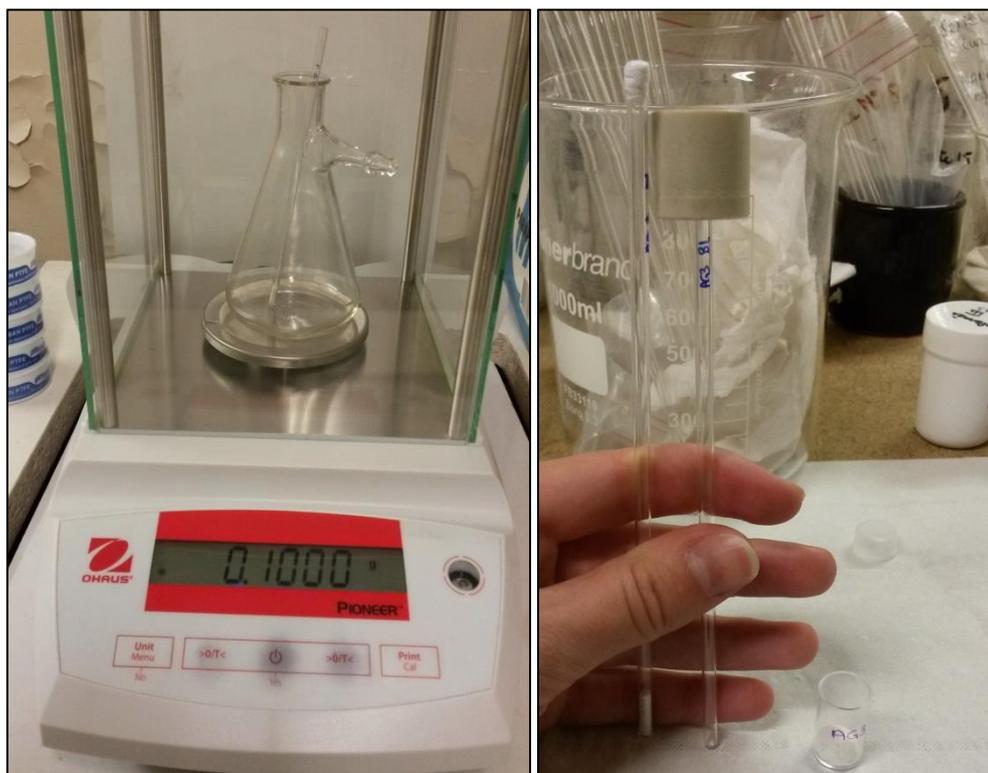


Figure 8 : Pesée de l'échantillon sur la balance de précision (à gauche) puis remplissage du tube suivant (à droite). À noter le tube scellé au Téflon et le second portant l'entonnoir. Une technique pour obtenir la masse du même ordre de grandeur consiste à se servir du tube rempli précédemment comme témoin de la hauteur approximative de quartz à introduire.

22- Afin de faire varier le moins possible le paramètre « masse », chaque masse introduite pour les fractions irradiées suivantes du même échantillon devra être la même au mg près.

Par exemple pour la photographie (Figure 8), toute masse introduite pour AG3 BL, AG3 1, AG3 2, ..., AG3 9, devra être comprise entre 100,0 et 100,9 mg.

### **Mesures sur spectromètre ESR**

- Tracer une ligne sur le tube en verre 9 cm au-dessus du milieu de l'échantillon, puis réaliser trois divisions du périmètre du tube pour pouvoir le faire tourner d'une soixantaine de degrés ;



**Figure 9 : Spectromètre Bruker EMX de l'IPH**

- Machine en « stand-by » (en vert en haut à gauche dans fenêtre principale et coché dans la fenêtre « *Microwave Bridge Control* » (Figure 10) ;

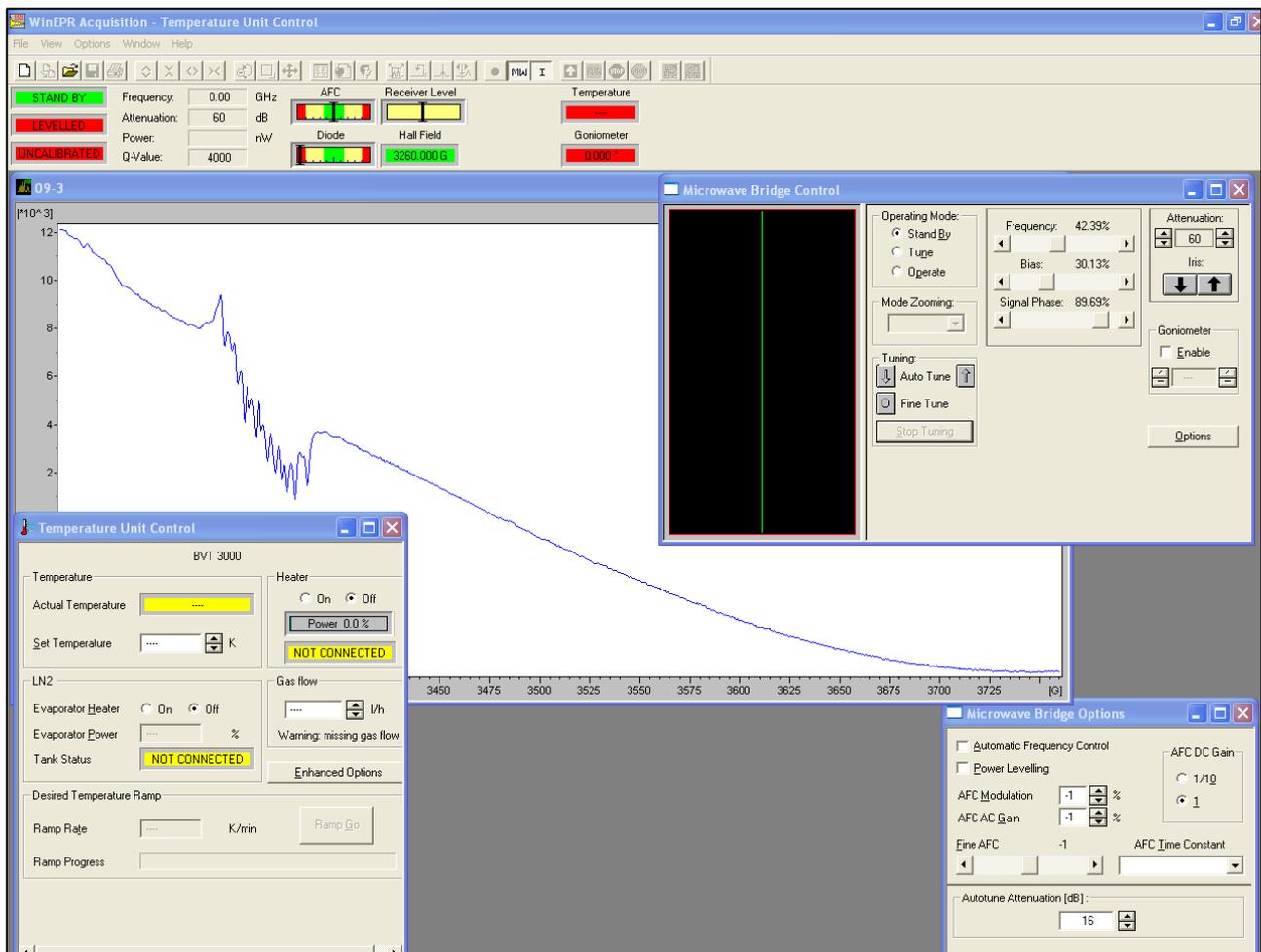


Figure 10 : Écran de contrôle principal. Après branchement de l'azote, l'onglet " *Temperature Unit Control*" vire au vert avec un statut " *Connected*", un *Evaporator Heater* " *On*"

- Ouvrir la bombonne d'azote liquide et placer le joint ;
- Plonger doucement la canne dans l'azote liquide pour éviter les projections et la surpression, placer le serre-joint et le serrer ce qui doit provoquer un désagréable « driiiii » strident ;
- Brancher le connecteur d'azote liquide au bas de la cellule (dispositif en verre double-paroi accueillant l'échantillon) et le fixer avec son « serre-joint » (Figure 11). Il ne surtout pas forcer pour la connexion, simplement mettre les deux bouches en vis-à-vis et faire glisser le cache en plastique qui doit s'adapter ;

NB : l'alimentation en azote est correcte si la connexion entre la bombonne et la canne n'est pas prise dans la glace et s'il s'évapore au niveau de la cellule et en moindre mesure au niveau de la connexion entre le flexible de la canne et la cellule.



**Figure 11 : Face arrière du spectromètre. Le flexible de la canne alimente la cellule**

- Placer l'échantillon dans la cellule en l'enfonçant bien dans l'axe jusqu'au trait (Figure 12). Débuter par l'échantillon le plus irradié, nommé Xd avec X le numéro. Cette manipulation est réalisée car on ne dispose pas de standards : ainsi on peut juger de la déviation de l'appareil ;



**Figure 12 : Échantillon placé dans la cellule et refroidit à 110 K à l'azote liquide**

- Régler le spectromètre dans « *Temperature Unit Control* » : température à 108 – 109 K et pourcentage d'évaporation selon le degré de remplissage de la bombonne (si plein, commencer vers 50 %). Normalement les autres paramètres sont ok, sinon régler le gain, le nombre de scans et la durée d'acquisition dans « *Interactive Spectrometer Control* » (Figure 13) ;

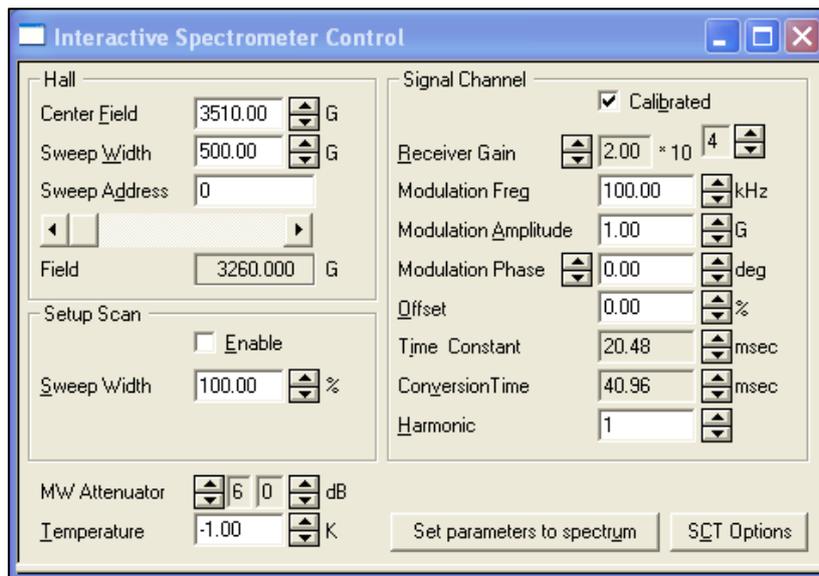


Figure 13 : Fenêtre de réglages avec les paramètres (pour mesures, se placer à 16 dB)

- Si la machine a travaillé à température ambiante auparavant, porter la fréquence vers 42,3 – 43% puis se placer en mode « Tune » pour aider le spectromètre. Puis cliquer sur « Fine Tune » dans le contrôleur ou bien sur le point dans la barre de contrôle générale ;
  - Une fois tous les voyants au vert en haut à gauche de la fenêtre principale, veiller à ce que la diode et l'AFC soient bien au centre de la jauge verte. Si ce n'est pas le cas, utiliser le curseur « Frequency » de la fenêtre « Microwave Bridge Control » pour régler l'AFC ou cliquer sur les flèches d' « Iris » pour régler la diode. Pour le réglage de cette dernière il faut appuyer au moins une seconde sur la touche. Il est à noter que la puissance doit être à 5 mW pour la mesure des centres Al et Ti (20 mW si Ti). Il faut être en « repetitive mode » pour cumuler et éliminer le bruit ;
  - Lancer la mesure avec la commande « RUN » de la barre de contrôle générale. Il devient alors possible de suivre la mesure du spectre qui se dessine en bleu sur la fenêtre principale ;
  - Ouvrir WINEPR ;
  - Une fois l'acquisition terminée, « File → Save As... → Donner le nom suivi du numéro de mesure (ex : 09d – 1 pour la mesure n°1 de l'échantillon le plus irradié, ou BL – 2, N – 3, 01 – 3, etc.) » ;
  - Cliquer sur « WINEPR » dans la barre de contrôle principale ;
  - Desserrer la vis de la cellule et faire tourner l'échantillon d'~60°. Resserrer et lancer « Fine Tune » puis une nouvelle acquisition. Lors du retrait d'un échantillon, tirer le tube de verre bien dans l'axe pour ne pas le briser ;
- NB : le port de gants n'est pas obligatoire mais fortement conseillé pour éviter les brûlures.
- En parallèle, sur WINEPR : « 1D-processing → Baseline correction → Define Region (sélectionner les zones du spectre avec un clic droit pour initier et un clic gauche pour terminer) → Functions (sélectionner la plus adaptée) → Subtract → Display → Distance (la barre doit

coïncider avec le pic le plus haut et la deuxième avec le point bas du dernier pic) → relever la +/- val qui donne la valeur d'intensité maximale » ;



Figure 14 : Ouverture du spectre sur WINEPR et début du traitement

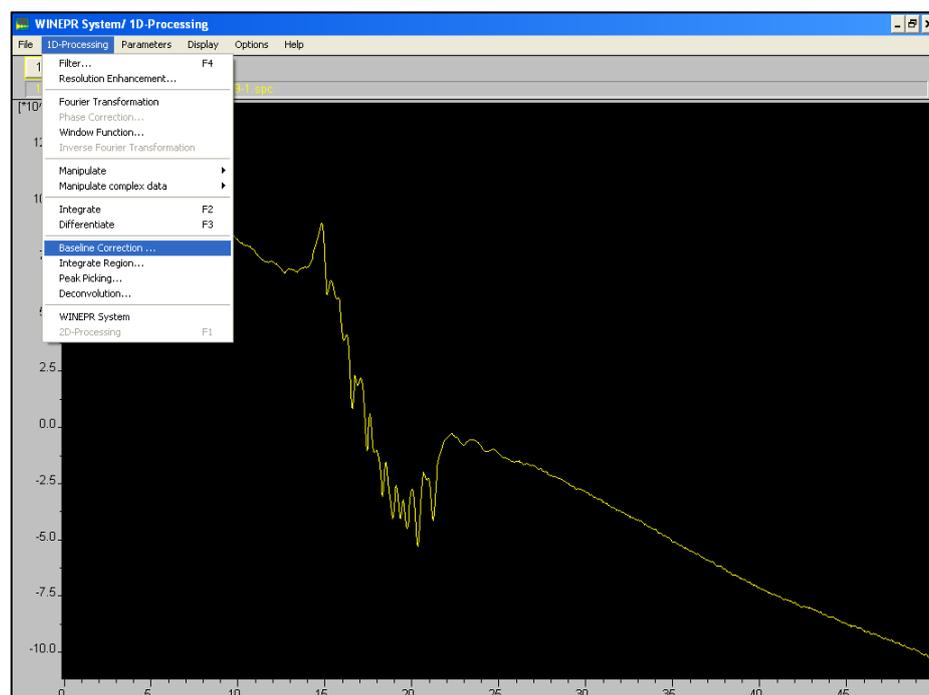


Figure 15 : Définition de la ligne de base par laquelle corriger

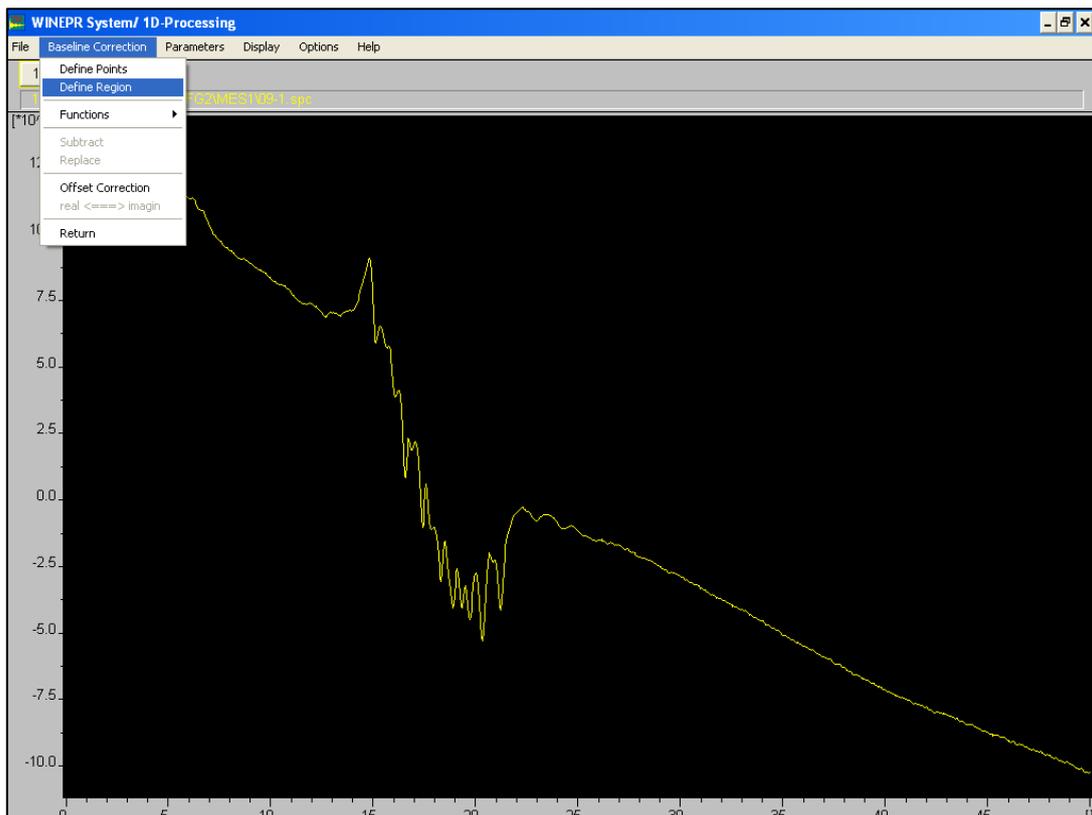


Figure 16 : Définition des régions du spectre servant de ligne de base

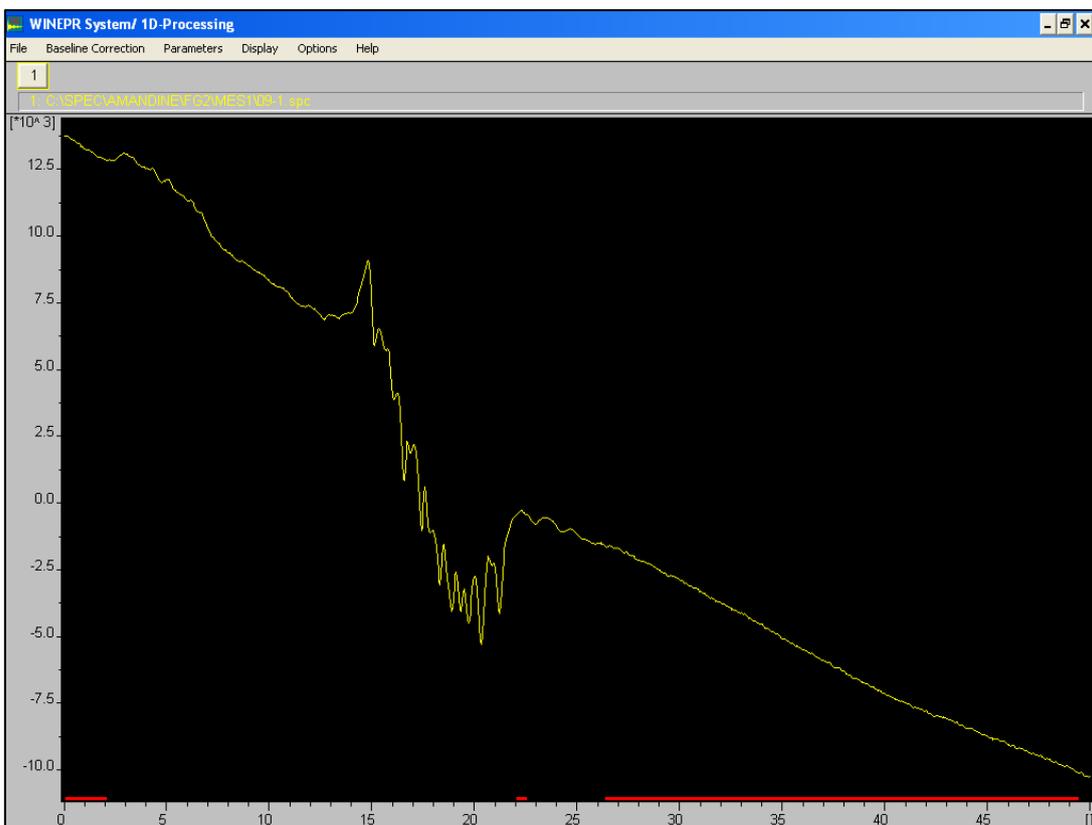


Figure 17 : Les régions choisies sont soulignées en rouge sur l'axe des abscisses

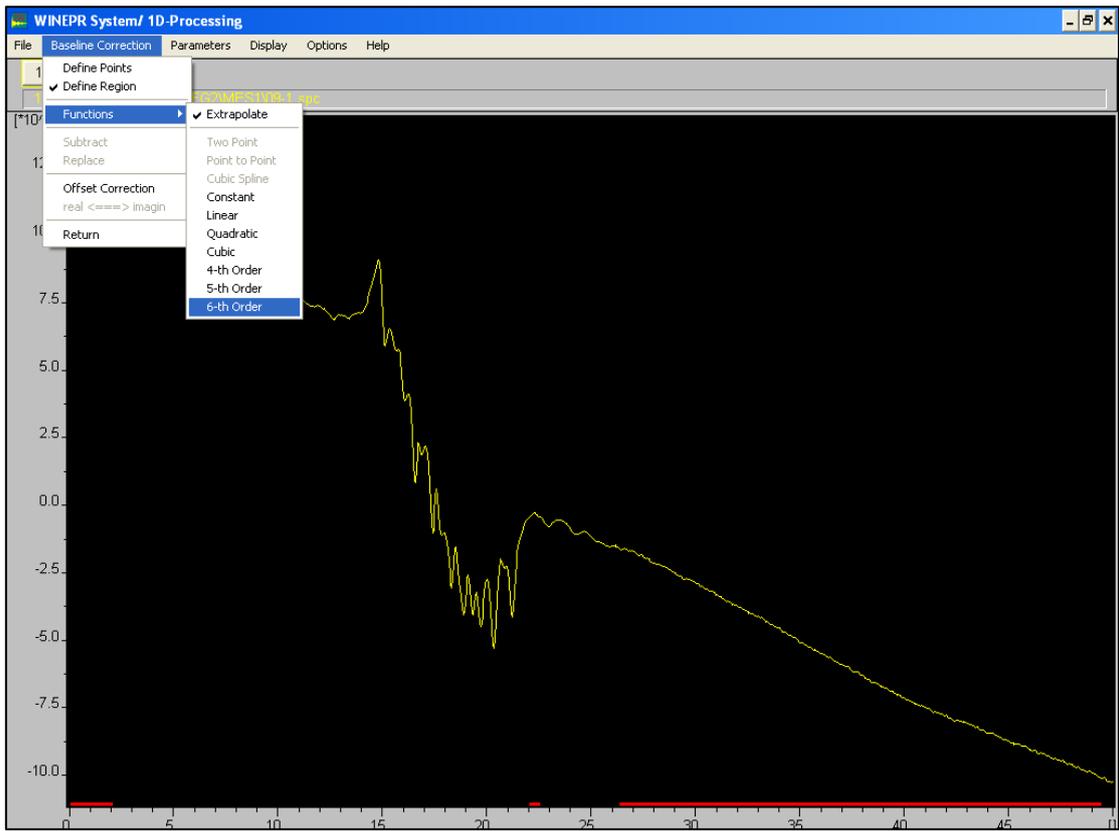


Figure 18 : Choix de la fonction la plus représentative de la ligne de base



Figure 19 : Correction par une fonction polynôme du 6<sup>ème</sup> degré

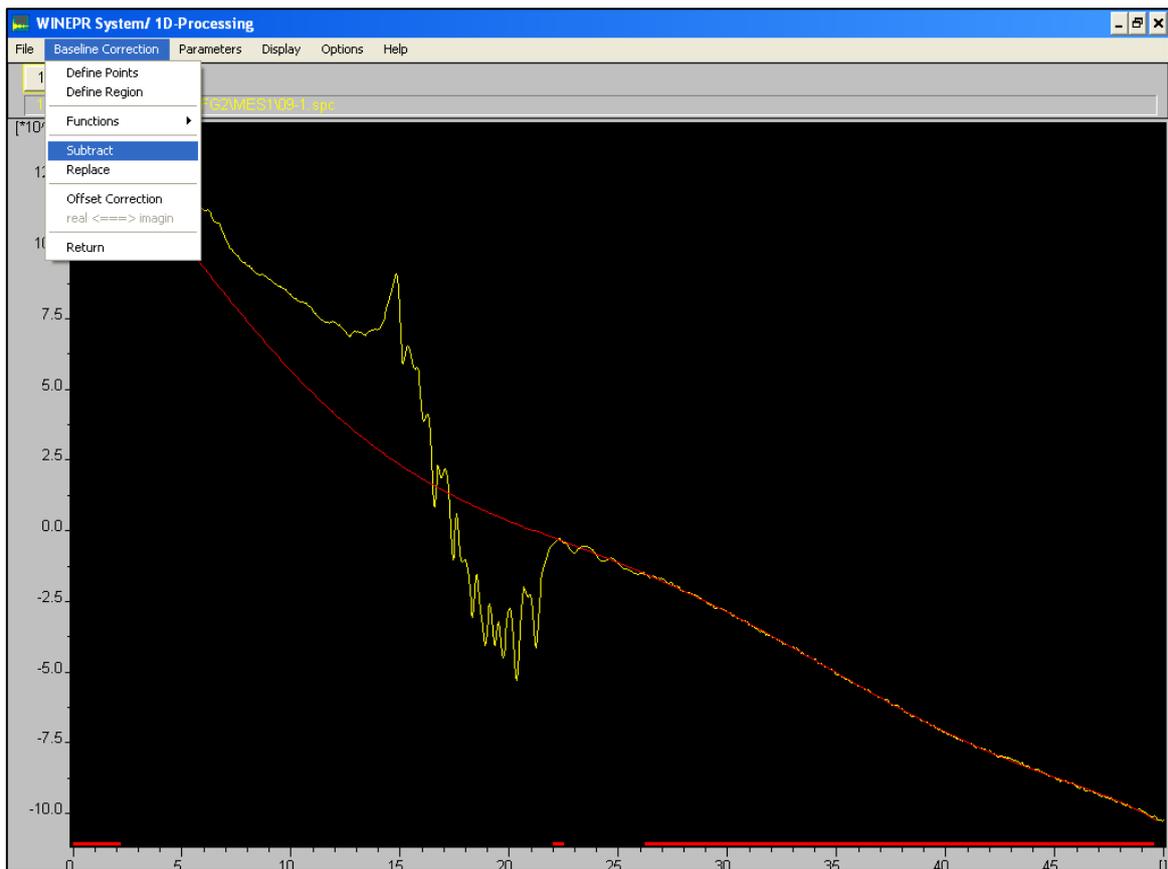


Figure 20 : Correction par la fonction sélectionnée

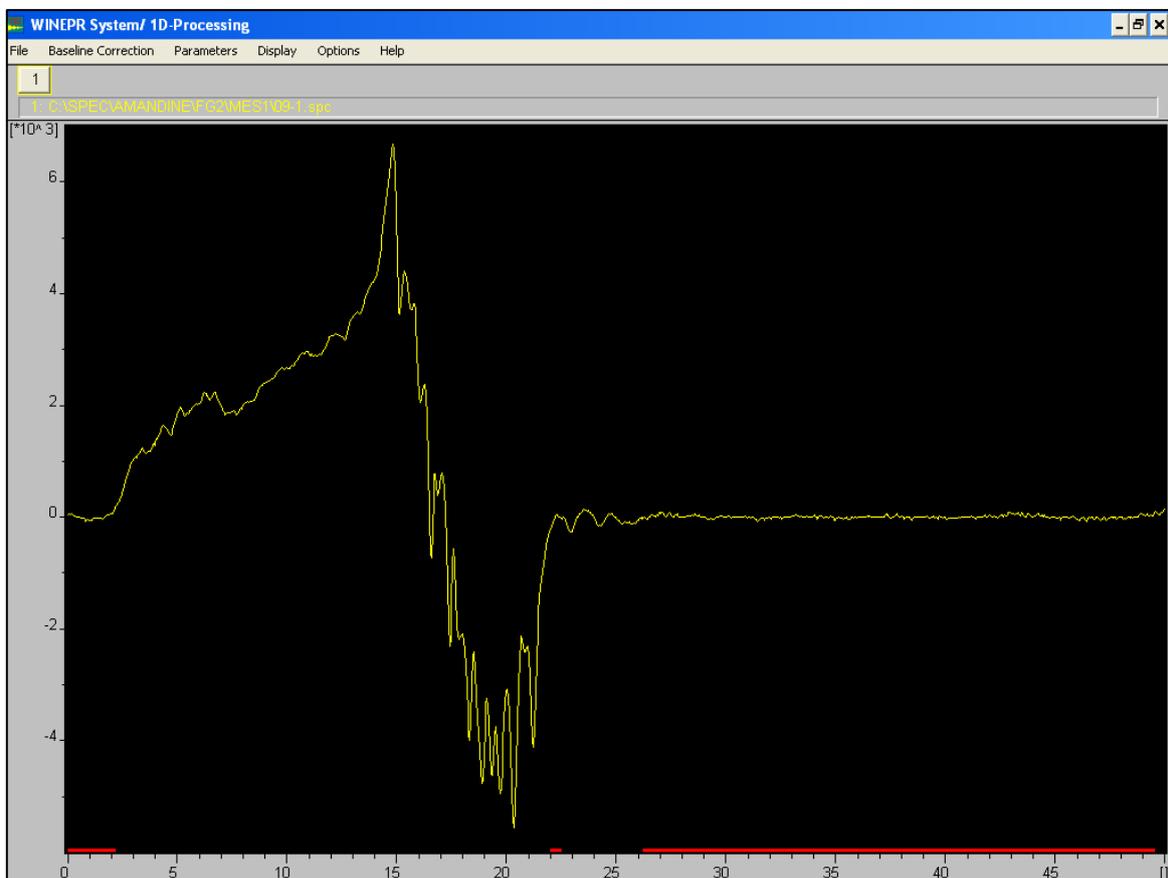


Figure 21 : Spectre corrigé de la fonction, caractéristique de l'aluminium

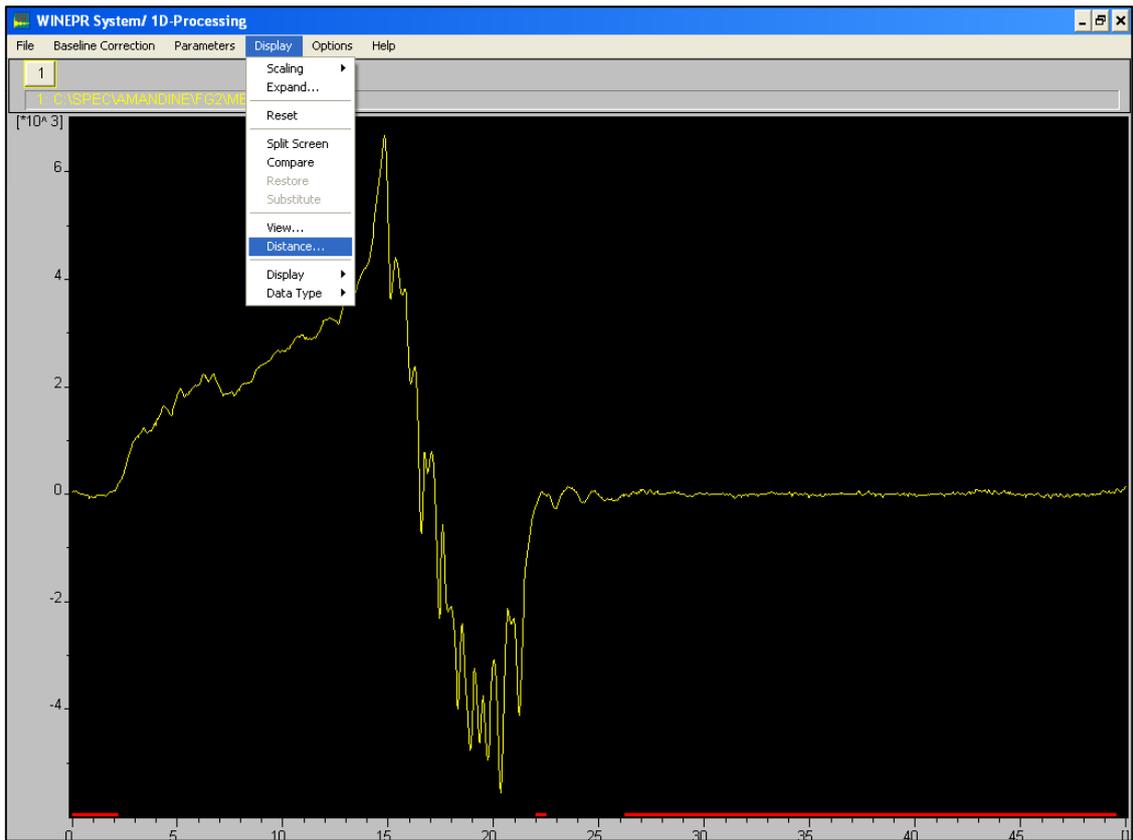


Figure 22 : Sélection de la fonction permettant de mesurer l'intensité maximale

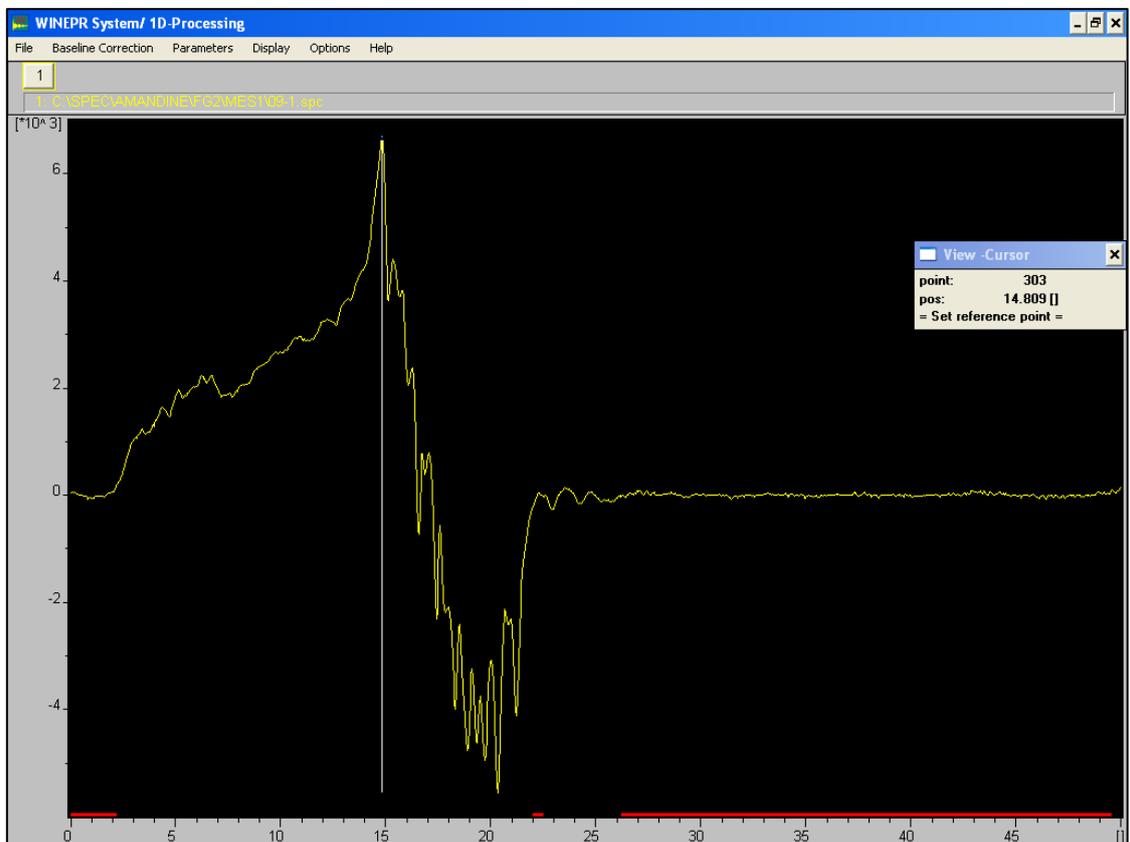


Figure 23 : Sélection du point haut du premier pic

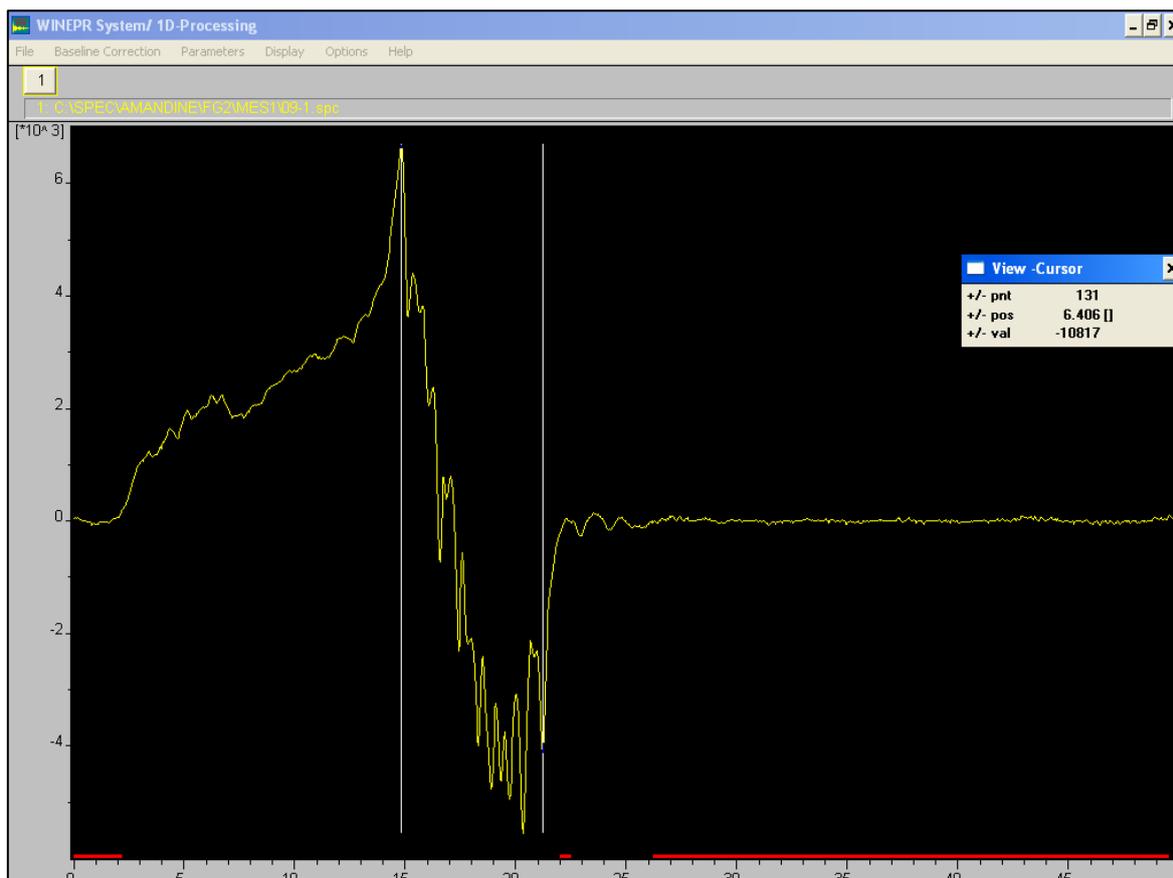


Figure 24 : Sélection du point bas du 16<sup>ème</sup> et dernier pic. La valeur d'intensité maximale s'affiche dans la fenêtre « *View Cursor* »

- Mesurer trois ou quatre angles pour chaque dose d'irradiation, selon la dépendance angulaire de l'échantillon ;
- Réaliser les mesures dans l'ordre : 9d → BL → N → 1 → 2 → ... → 8 → 9 ;
- Traiter les résultats grâce au logiciel OriginPro8 ;
- À la fin d'une session de mesures, cliquer sur « *Stand-By* » dans la fenêtre « *Microwave Bridge Control* » déconnecter l'azote liquide de la cellule et desserrer le « serre-joint » maintenant le flexible. Attention, il est un peu pris dans la glace ;
- Desserrer le « serre-joint » maintenant la canne et la sortir avec précaution de la bombonne, en tirant bien dans l'axe. Ôter le joint d'étanchéité et reboucher la bombonne.

# Détermination de durées d'enfouissement *via* l'OSL

---

## Détermination de la dose externe

- 1- Gratter les 5 premiers centimètres de la carotte afin de récupérer de l'échantillon brut (au moins 100 à 150 g). Les peser humides, puis les sécher à l'étuve à 40°C. Peser une boîte à gamma et tarer la balance, puis peser la masse d'échantillon sec (on obtient ainsi la teneur en eau de l'échantillon). Il est nécessaire de peser précisément et de sceller les boîtes avec du scotch. Placer sur la boîte une étiquette avec le nom de l'échantillon, sa masse et la date d'emballage (Figure 1). Les boîtes à gamma seront transmises ultérieurement à un laboratoire capable de déterminer la dose externe.



Figure 1 : Échantillons placés dans les boîtes à gamma

## Récupération des quartz et des feldspaths

### Purification

- 1- **Porter ses EPI.** Transférer dans un béccher préalablement nommé l'échantillon, et effectuer une **décarbonatation** avec HCl à 37%. Agiter régulièrement et vidanger sur un filtre puis renouveler les acides si nécessaire.  
*Laisser réagir environ 12 heures*  
*Vidanger le HCl (sur un filtre ?)*
- 2- Rincer les échantillons à l'eau de ville, au moins deux fois
- 3- Mettre de l'eau et laisser décanter
- 4- **Porter ses EPI.** Introduire du peroxyde d'hydrogène dans les bécchers (à 35%). Cette manipulation va permettre d'**ôter toute trace de matière organique**. La réaction peut-être violente.

- 5- Rincer les échantillons à l'eau de ville, au moins deux fois
- 6- Ajouter 100 mL de pyrophosphate de sodium (défloculant), agiter, et laisser décanter au moins deux heures. Cette étape va permettre de casser les agglomérats de grains
- 7- Vidanger le  $\text{Na}_2\text{P}_2\text{O}_7$  et rincer à l'eau de ville. Ajouter de l'eau et laisser décanter
- 8- **Tamisage** par voie humide. Préparer une colonne de tamis surmontant un seau. Récupérer les **fractions 90-125, 125-180 et 180-250  $\mu\text{m}$** . Vider le bécher sur la colonne de tamis et laver à l'eau de ville. Récupérer les silts dans le collecteur (seau). Il est possible de récupérer le refus de 250  $\mu\text{m}$  en vue d'autres manipulations ou en réserve.
- 9- Si les échantillons sont encore riches en argiles, les placer dans les tubes avec de l'eau propre et les centrifuger. Puis les laver de la même manière au méthanol, trois fois. Attention, vidanger le méthanol dans la poubelle appropriée.
- 10- Rincer les grains à l'eau, au moins trois fois. Mettre les échantillons à l'étuve une nuit à 40°C, les échantillons devant être parfaitement secs pour les séparations à venir.
- 11- Laver le matériel
- 12- Peser chaque fraction et les placer dans un sachet hermétique préalablement annoté
- 13- Prélever une petite partie des échantillons et les observer à la loupe binoculaire pour voir le pourcentage de minéraux d'intérêt (quartz et feldspaths), de minéraux potentiellement utilisables (micas), ou de minéraux indésirables.
- 14- Si des minéraux paramagnétiques ou ferromagnétiques sont présents, passer au Frantz pour les éliminer.

### Séparation des feldspaths et des micas

- 15- **Préparer le LPT (polytungstate de lithium)** pour une densité à 2,57

**ATTENTION À BIEN UTILISER DE L'EAU DISTILLÉE**

Ajuster la liqueur à la densité souhaitée :

La densité du LPT peut varier de 1 à 3.

- ➔ Mesurer la densité de la solution disponible avec le densimètre dans l'éprouvette de mesure (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**). Il faut un certain volume pour que le densimètre flotte. La lecture de la densité du liquide se fait au moyen des graduations du densimètre.
- ➔ Si le liquide n'est pas assez dense, il est nécessaire de le mettre à évaporer à l'étuve.
- ➔ Si la densité est trop élevée, ajouter doucement de l'eau distillée en homogénéisant régulièrement. Les variations sont très rapides.

- 16- **Séparation au LPT**

- Placer environ 3 grammes de la fraction de travail dans un tube à centrifuger ;
- Introduire le LPT de densité 2,57 ;
- Boucher les tubes et les placer dans la centrifugeuse en veillant à bien l'équilibrer. La faire tourner à au moins 4000 tours pendant 3 minutes ;
- Prendre 1 filtre neuf et le labelliser dans la partie haute du filtre avec un marqueur : "Nom de l'échantillon" + "d < 2,57" (ou "Légers") ;
- Emboîter 1 entonnoir en verre dans 1 erlenmeyer ou 1 bécher puis placer le filtre dans l'entonnoir (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) ;
- Lorsque la centrifugation est achevée : les feldspaths surnagent tandis que les quartz coulent :
  - Récupération des feldspaths : vidanger le surnageant et la liqueur dense dans le filtre désignant la fraction légère. Retourner le filtre sur un bécher propre et rincer à l'eau distillée de manière à récupérer les grains ;
  - Récupération des quartz : récupérer les quartz en rinçant le tube au-dessus d'un bécher propre ;
- Rincer à la pissette d'eau distillée les grains afin de les débarrasser des polytungstates. Plusieurs lavages à l'eau distillée sont nécessaires pour récupérer des grains propres, et casser les agglomérats ;
- Quand les grains sont bien rincés, retirer les filtres des entonnoirs, les placer dans des coupelles et les mettre à l'étuve à 40°C ;
- Continuer les séries de séparation tant qu'il reste de la solution ;
- Si l'échantillon a été bien rincé, récupérer les grains secs dans les filtres. La séparation est alors terminée. Si un échantillon mal rincé a été mis à l'étuve, les grains seront indurés par un ciment blanc de polytungstates. Dans ce cas, placer l'échantillon incriminé dans un entonnoir au-dessus d'un bécher propre (au cas où le filtre serait abîmé) et le rincer de nouveau abondamment à l'eau distillée afin de remettre les polytungstates en solution. Le remettre à l'étuve pour le sécher et achever la séparation ;
- Recycler les polytungstates :
 

Comme mentionné, il est important de récupérer les produits du rinçage des ampoules (vérifier toutefois qu'il n'y a pas de grains !) et de rinçage des grains. Quand bien même les solutions sont très pâles, effectuer néanmoins l'opération.

  - Regrouper les différents volumes de liquide dans un minimum de bécchers ;
  - Évaporer les solutions de ces bécchers pour éliminer l'eau et se rapprocher de la densité initiale ou tout du moins d'une densité exploitable par ses successeurs. Pour ce faire, placer le ou les bécchers à l'étuve ;
  - À mesure que l'évaporation est effective, la solution fonce, son volume diminue et sa

densité augmente. Si l'évaporation se faisait au moyen de plusieurs béchers, regrouper les solutions. Si les solutions arrivent à sec, ajouter de l'eau distillée et reprendre l'évaporation ;

- Surveiller fréquemment la densité pour ne pas que la solution fige. Il n'est alors pas rare de voir l'apparition d'une « peau » à la surface de la solution. Si ce signe précurseur se présente, ajouter de l'eau distillée et remuer avec une baguette en verre pour la faire disparaître ;
- Une fois la solution à la bonne densité, la filtrer à l'aide d'un filtre propre afin d'éviter tout risque de contamination en cas de présence de grains résiduels.

- 17- **Porter ses EPI et les « renforcer »**. Placer l'échantillon dans un bécher en Téflon ou en plastique. S'équiper pour manipuler l'**HF**. En verser goutte à goutte pour se prémunir de toute réaction violente puis verser jusqu'à avoir 1 cm d'HF au-dessus de l'échantillon. Laisser agir pendant environ une heure. Remuer régulièrement pour pérenniser l'attaque (avec un agitateur en plastique).
- 18- **Vidanger** l'HF dans la poubelle réservée aux acides puis **rincer** à l'eau de ville jusqu'à avoir un pH de 6-7. Remise sous HCl des échantillons pour **éviter la formation des fluorides**. La solution est en principe jaune. Pratiquer cette attaque pendant au moins deux heures puis rincer. Ne pas oublier d'agiter de temps à autres.
- 19- **Tamiser** chaque échantillon pour éliminer les fines créées par les attaques acides et les agglomérats.
- 20- **Peser** les échantillons et les **stocker** dans des sachets opaques.
- 21- **Préparation des échantillons pour la mesure** (voir Figure 2)
  - Placer une feuille noire sur la paillasse et préparer une pastille propre, une spatule, l'échantillon, de la silicone alimentaire en spray et un coton-tige propre ;
  - Verser quelques grains de quartz sur la feuille (ils sont plus visibles si la feuille est noire). L'appareillage de mesure étant sensible, peu de grains suffisent ;
  - Placer sous la hotte une coupelle propre et la vaporiser de silicone alimentaire ;
  - Y passer le coton-tige, puis passer celui-ci dans le tas de grains de manière à en coller quelques-uns sur le coton ;
  - Passer le coton-tige chargé de grains sur la pastille propre ;
  - Placer la pastille sur la platine de mesure. Suite à des tests, il est judicieux d'espacer de deux ou trois emplacements les pastilles, de manière à éviter leur chute dans le dispositif.

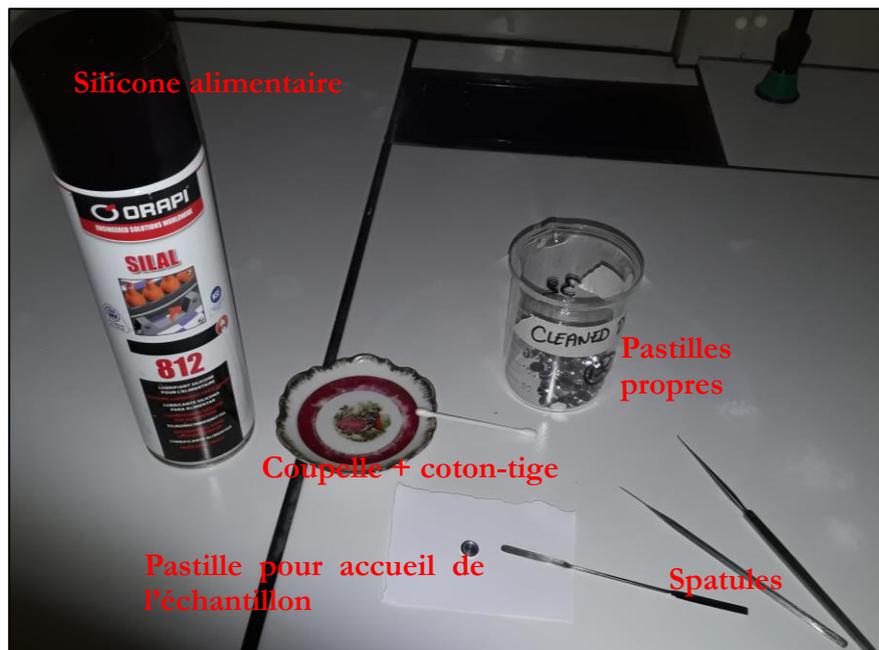


Figure 2 : Mesure de la densité de la solution dans l'éprouvette de mesure avec le densimètre

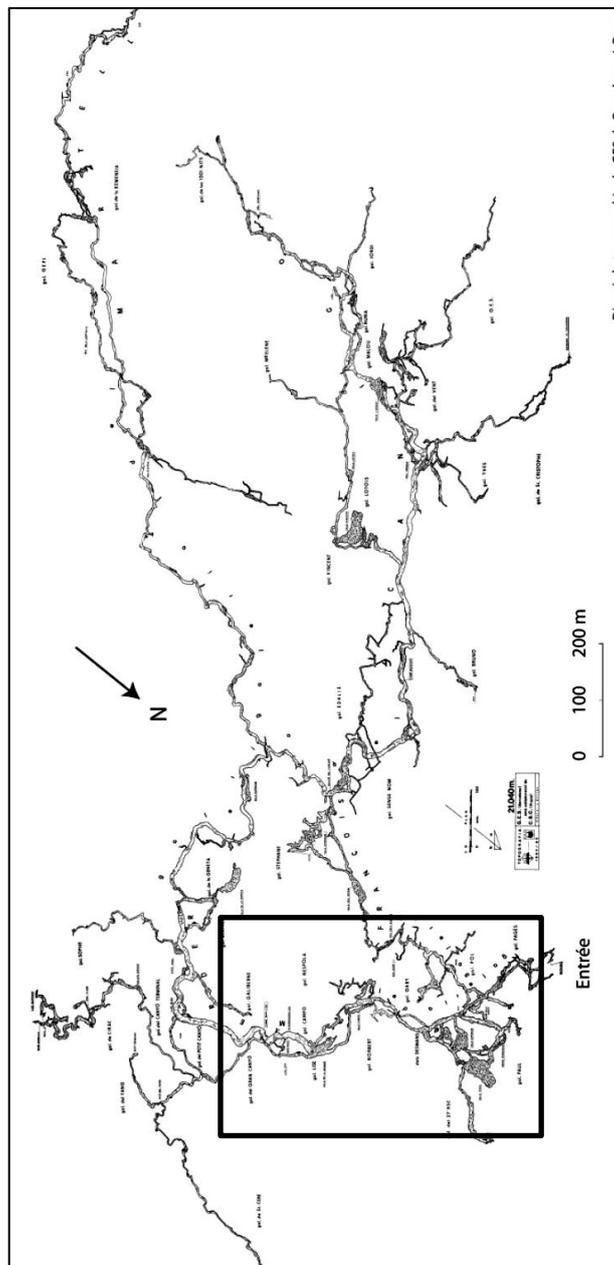
- 22- **Introduire** la platine dans le dispositif analytique. La procédure de calibration est de mesure est amplement décrite par le manuel du fabricant ;
- 23- Une fois analysées, les pastilles sont vidées dans un bécher recevant les pastilles usagées et à nettoyer au moyen d'éthanol dans un bain à ultrasons.

# Annexe du chapitre 5 : localisation des prélèvements pour la vallée de la Têt

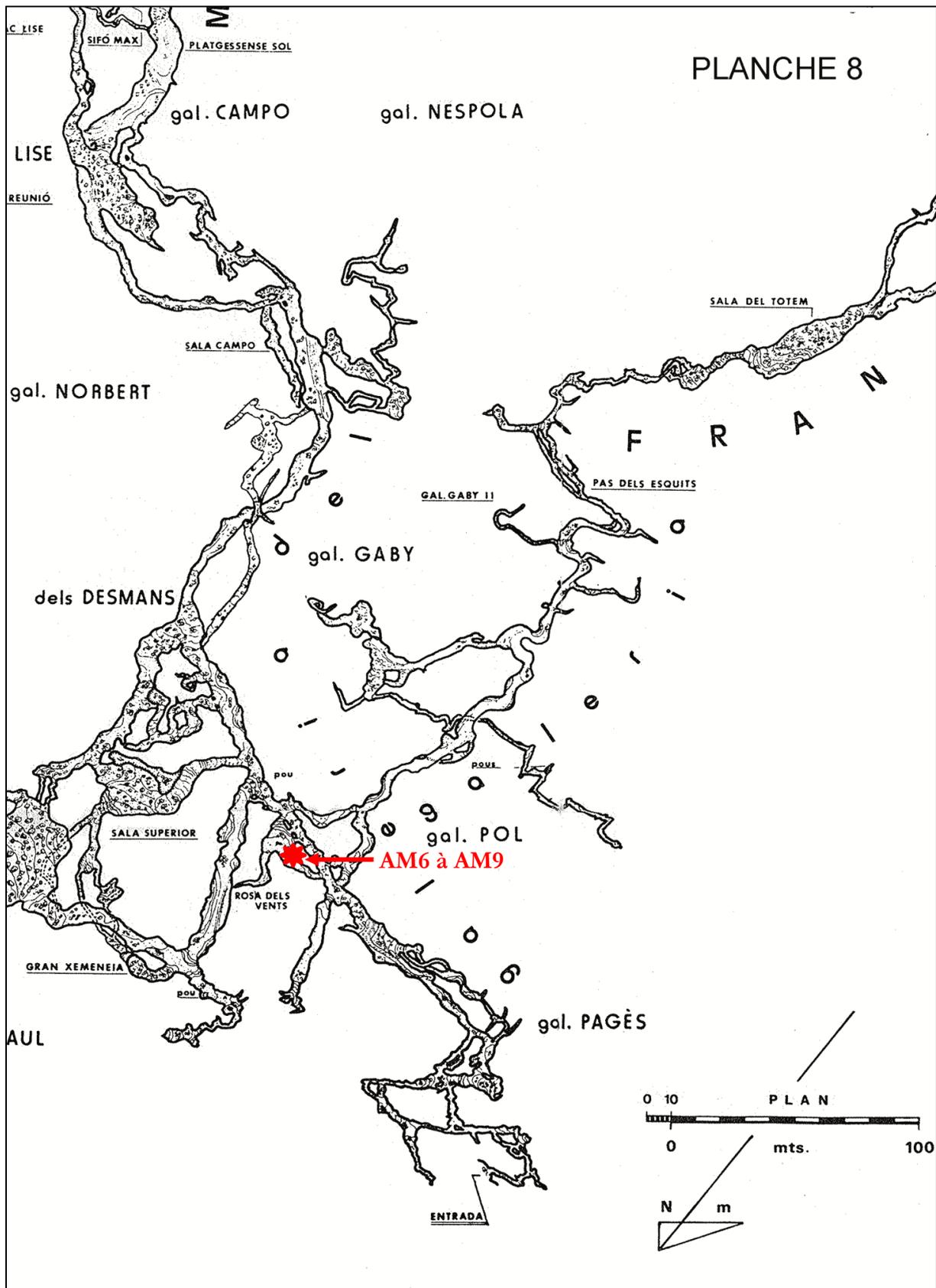
Cette annexe vient compléter les données de localisation, de nature des échantillons, et analytiques, présentes dans le chapitre 5 concernant les échantillons prélevés dans les cavités.

## ASAR001 : réseau Lachambre – échantillons « AM »

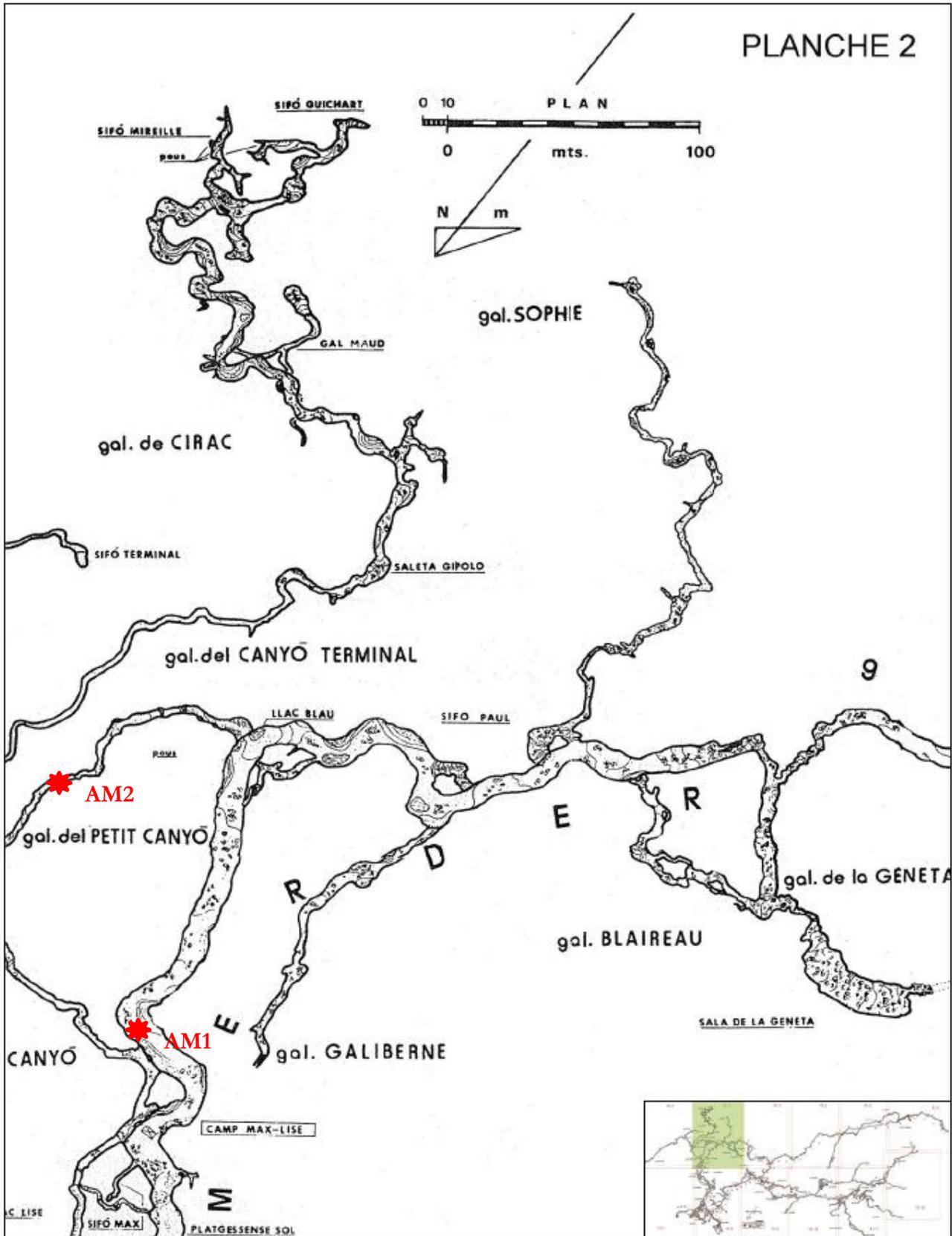
Date des prélèvements : 15/10/2014 et 21/06/2016



Topographie du réseau Lachambre. GES de Barcelone, de 1983 à 1985. Dessin J. Borràs.  
L'encadré noir est décrit à la page suivante.



Zoom sur l'encadré noir de la figure précédente. Extrait topographique du réseau Lachambre. GES de Barcelone, de 1983 à 1985. Dessin J. Borràs.



Zoom sur l'encadré vert de l'ensemble du réseau (voir encart). Extrait topographique du réseau Lachambre. GES de Barcelone, de 1983 à 1985. Dessin J. Borràs.



Point de prélèvement d'ASAR001\_001, également appelé AM1, à proximité du camp Max-Lise. Les sédiments prélevés font partis de ce cortège sédimentaire constitué de sables fins à grossiers, présentant un litage. L'échantillon a été daté *via* les nucléides cosmogéniques.



Point de prélèvement d'ASAR001\_002, également appelé AM2, au sein de la galerie du Canyon Blanc. Les sédiments prélevés font partis de ce cortège sédimentaire constitué de sables fins à grossiers, présentant un litage. L'échantillon a été daté *via* les nucléides cosmogéniques.



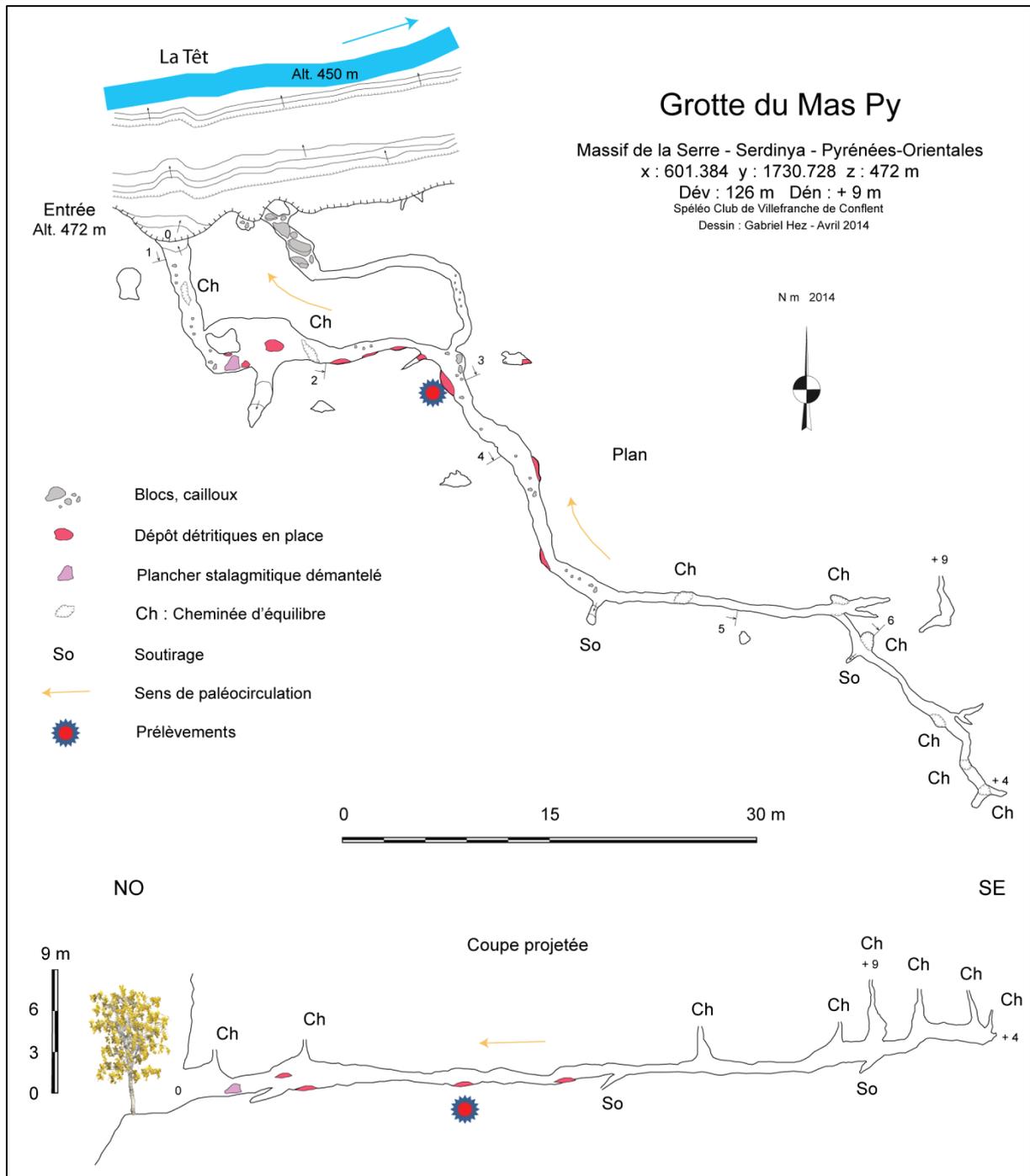
Point de prélèvement d'ASAR001\_005, ou AM5. Le dépôt est constitué d'argiles et de sables fins à moyens. Les galets sont majoritairement des granites, des gneiss et des quartzites. Les échantillons ont été datés par ESR. Photos H. Tissoux.



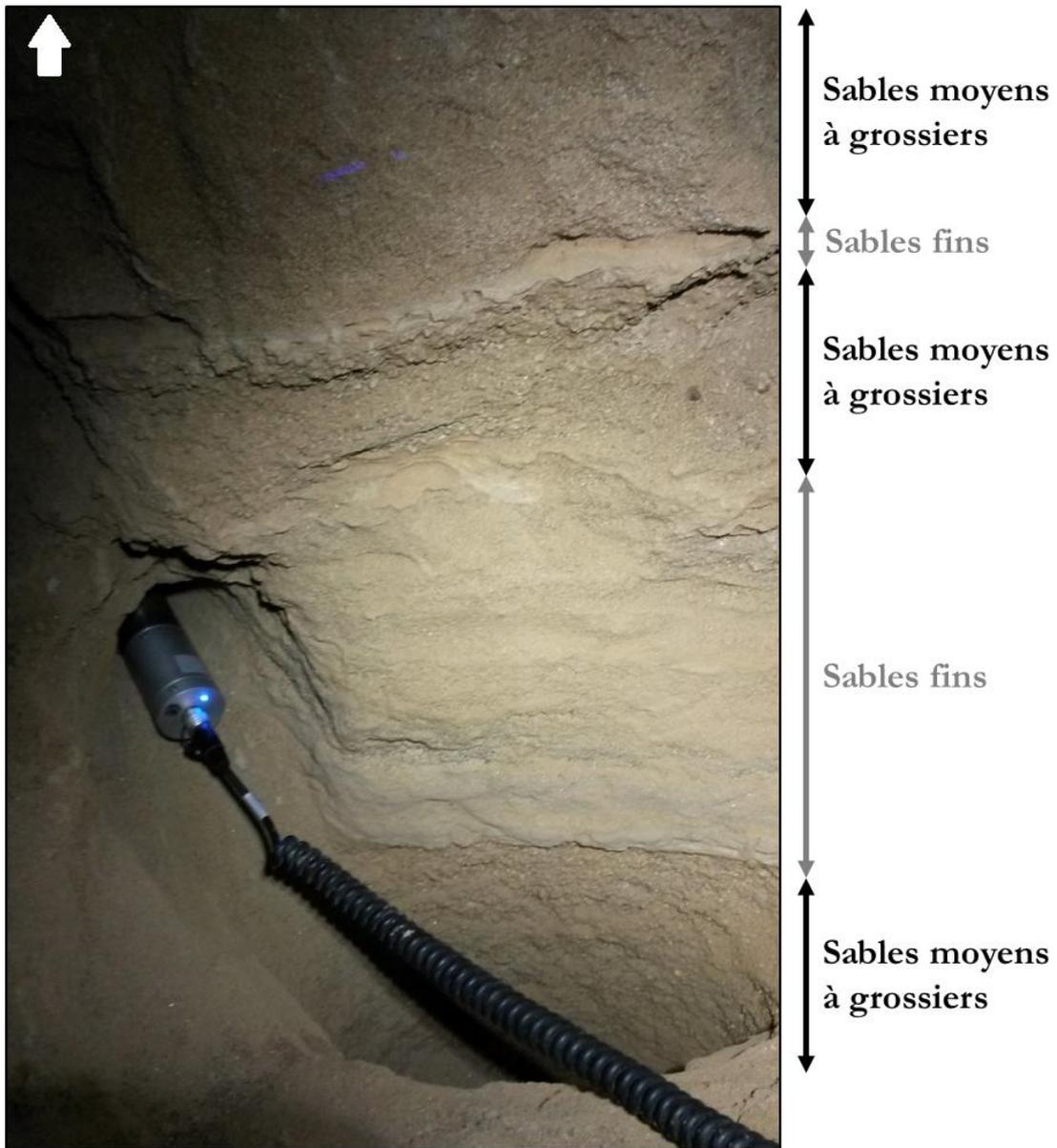
Point de prélèvement d'ASAR001\_006 à ASAR001\_009, chaque échantillon étant un galet du dépôt. La matrice, non analysée, est constituée de sables fins à moyens. Les galets sont majoritairement des granites, des gneiss et des quartzites. Les échantillons ont été datés *via* les nucléides cosmogéniques. Photo R. Braucher.

## ASAR002 : grotte de Mas-Py – échantillons « MP »

Date des prélèvements : 10/03/2014 et 22/06/2016



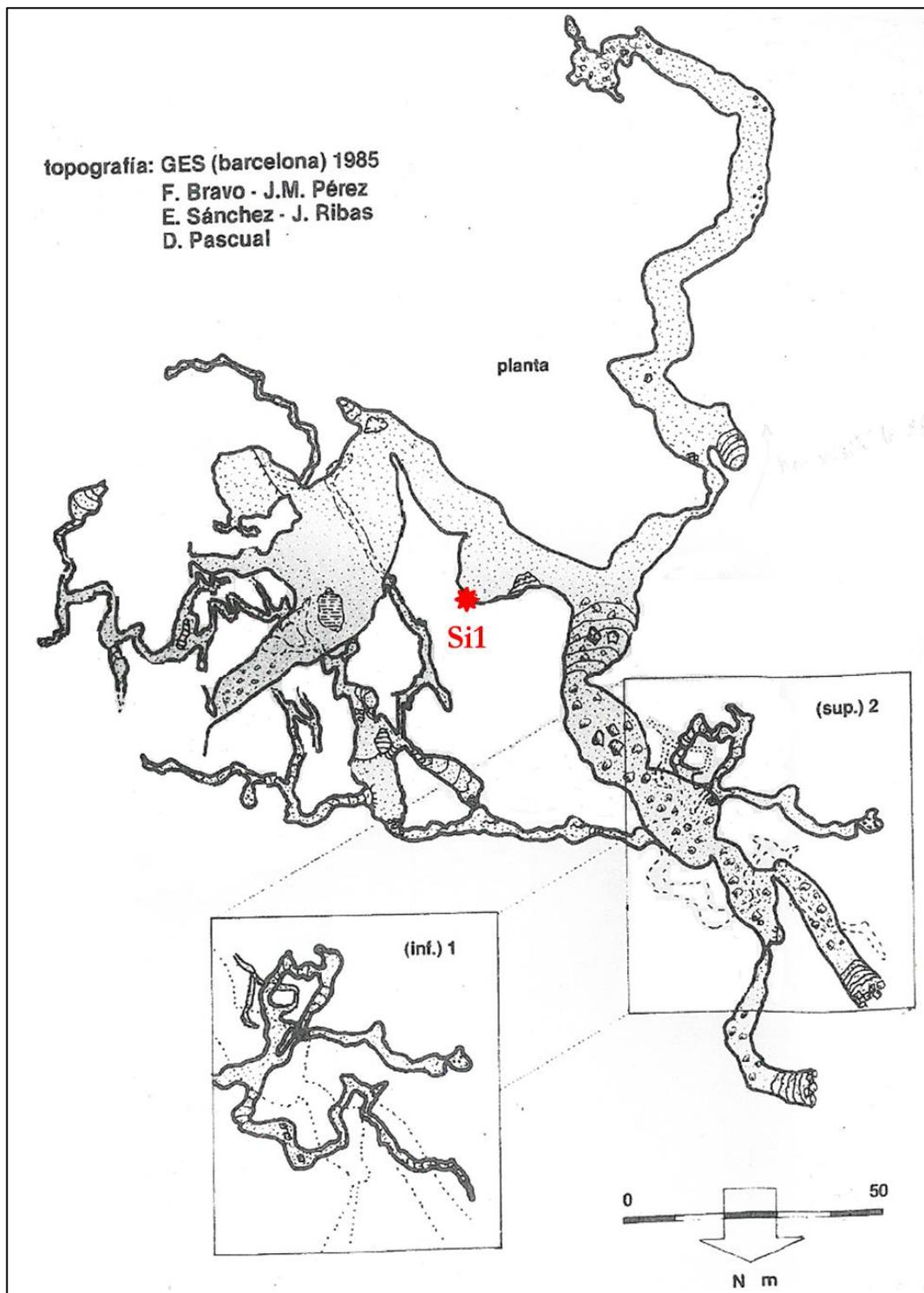
Topographie de la grotte de Mas-Py (Hez, 2014). Les alluvions se trouvent uniquement sous forme de lambeaux épars. Les prélèvements ont tous été réalisés au sein d'une même coupe (photo suivante) et sont figurés par l'étoile rouge et bleue.



Les prélèvements ont tous été réalisés au sein de cette coupe présentant une alternance entre sables fins et sables grossiers. La flèche indique le nord. ASAR002\_001 et ASAR002\_002 (respectivement MP1 et MP2) ont donné lieu à des déterminations de durées d'enfouissement par le biais des nucléides cosmogéniques, tandis qu'ASAR002\_003 (MP3) a été pris parmi les sables fins et utilisé exclusivement pour des analyses RPE.

ASAR003 : grotte de Sirach – échantillons « Si »

Date des prélèvements : 02/01/2014



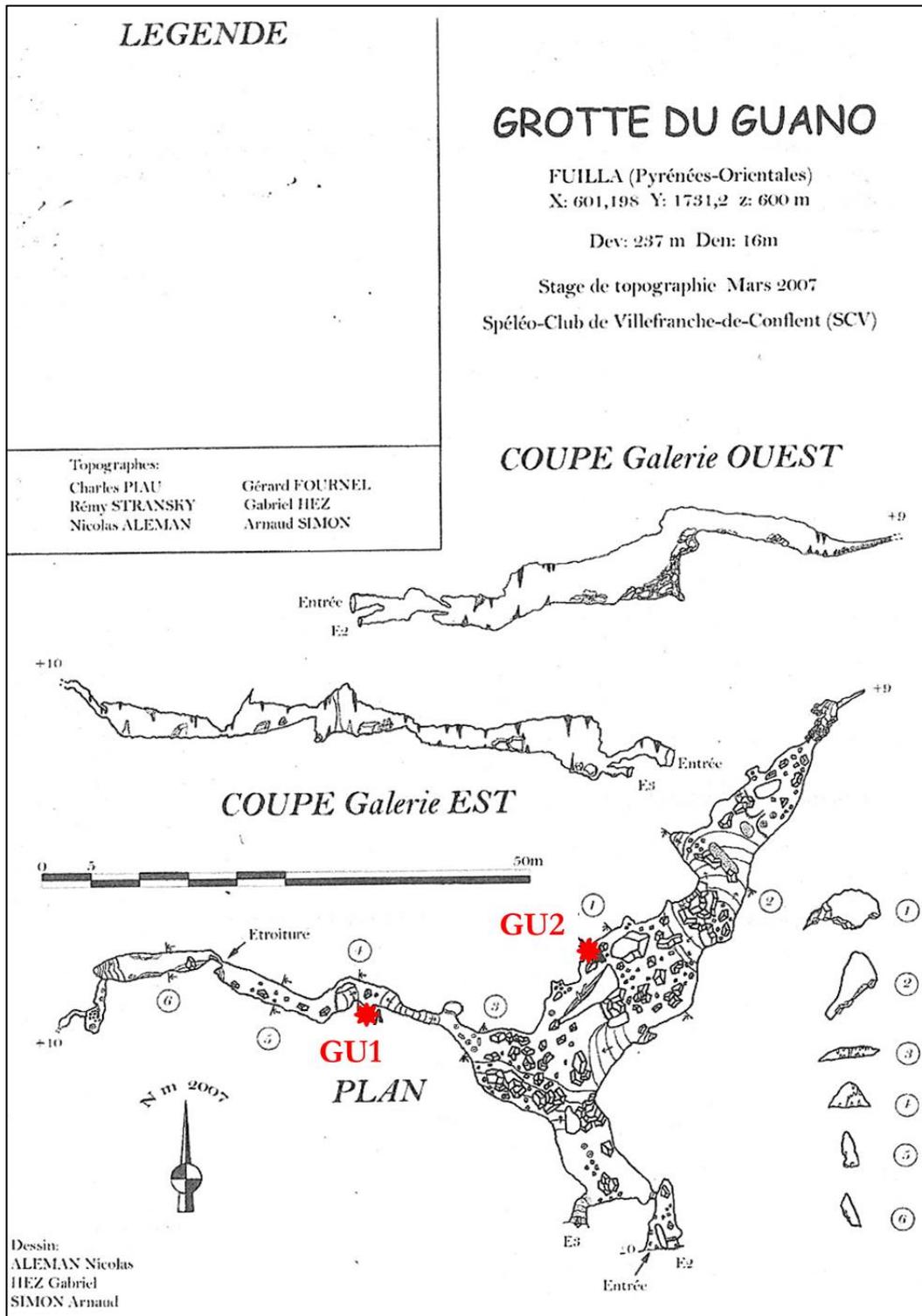
Topographie de la grotte de la grotte de Sirach, ou Cova de Cirac (GES de Barcelone, 1985). Les alluvions se trouvent uniquement sous forme de lambeaux épars. Les prélèvements sont figurés par l'étoile rouge.



Point de prélèvement d'ASAR003\_001, également appelé Si1, au sein de la galerie principale de la grotte de Sirach. Les sédiments prélevés font partis de ce cortège sédimentaire. L'échantillon a été daté *via* les nucléides cosmogéniques. Photo M. Calvet.

# ASAR004 : grotte du Guano – échantillons « GU »

Date des prélèvements : 30/12/2013



Topographie de la grotte du Guano (crédits sur la figure). Les alluvions se trouvent uniquement sous forme de lambeaux épars. Les prélèvements ont été réalisés en deux points de la galerie principale et sont figurés par les étoiles rouges.



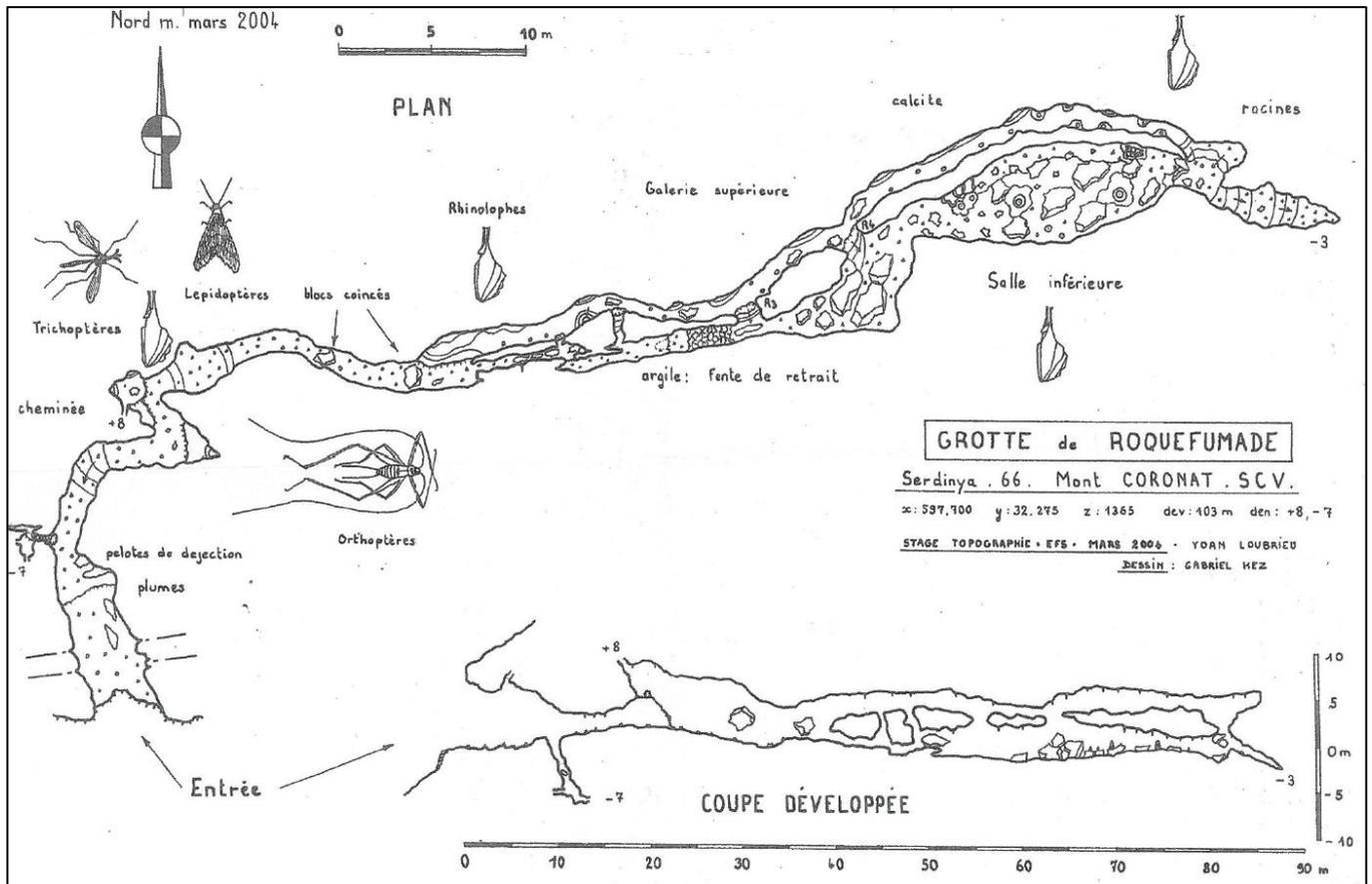
Photographie du point de prélèvement d'ASAR004\_001, également nommé GU1. Ces sables moyens à grossiers sont plaqués sur la paroi gauche de la galerie. Photo M. Calvet.



Photographie du point de prélèvement d'ASAR004\_002, également nommé GU2. Ces sables moyens sont plaqués au plafond de la galerie, enrobant des lapiaz de voûte. Photo M. Calvet.

## ASAR005 : grotte de Roquefumade – échantillons « RF »

Date des prélèvements : 04/05/2013



Topographie de la grotte de Roquefumade. Les auteurs sont crédités sur la figure.



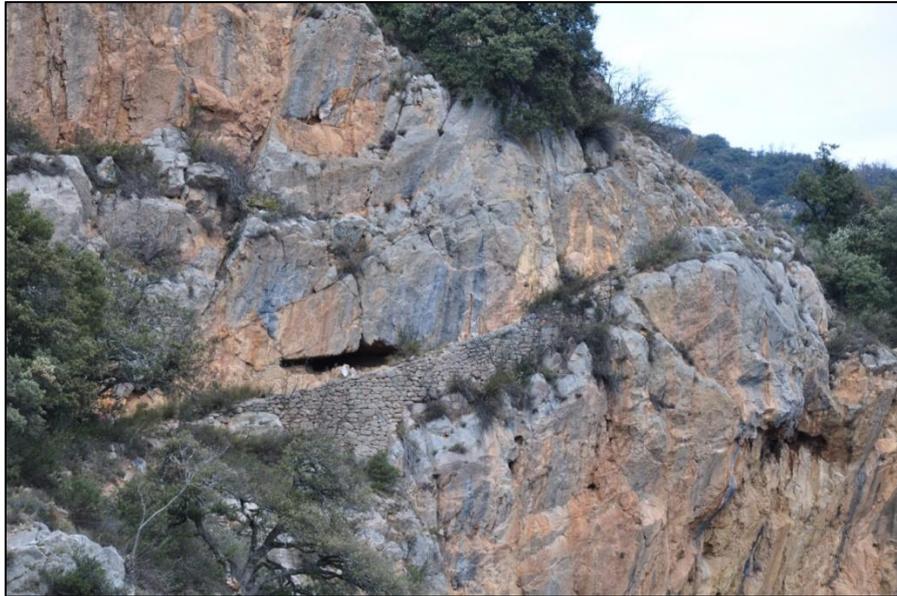
Photographie des points de prélèvement d'ASAR005\_001 à ASAR005\_003, également nommés RF1, RF2 et RF3. Ces sables moyens à grossiers font partis de coupe présentes contre les parois des galeries. Photos M. Calvet.



**Vue macroscopique des échantillons ASAR005\_001 à ASAR005\_003. Ces échantillons sont très argileux et comportent peu de clastes. Ils sont également très rubéfiés. Photos M. Calvet.**

**ASAR006 : grotte du Balcon – échantillons « BA »**

Date des prélèvements : 24/02/2013



Porche d'entrée de la grotte du Balcon, surplombant la vallée de la Têt. La grotte est peu développée et la progression ne s'y fait pas redressée. Les sacs à dos posés à l'entrée indiquent l'épaisseur conséquente de l'encaissant, suffisante pour s'affranchir du rayonnement cosmique.  
Photo M. Calvet.



Photographie d'un des points de prélèvement d'ASAR006, également nommée BA. Ces sables moyens à graveleux sont plaqués sur la paroi gauche de la petite galerie. Photo M. Calvet.

**ASAR007 : grotte du Nid – échantillons « NID »**

Date des prélèvements : 24/02/2013. La cavité ne dispose pas de topographie.



**Porche d'entrée de la grotte du Nid, surplombant la vallée de la Têt. La grotte est peu développée et l'épaisseur conséquente de l'encaissant est suffisante pour s'affranchir du rayonnement cosmique. Photo M. Calvet.**



**Photographie d'un des points de prélèvement d'ASAR007, également nommée NID. Photo M. Calvet.**



Photographie d'un des points de prélèvement d'ASAR007, également nommée NID. Photo M. Calvet.

### **ASAR008 : grotte de Roc Campagna – échantillons « CAM »**

Date des prélèvements : 19/12/2014. La cavité ne dispose pas de topographie. Photographie du dépôt absente.



Photographie du porche de la grotte de Roc Campagna, surplombant la vallée de la Têt.

### **ASAR009 : grotte du Faubourg – échantillons « F »**

Date des prélèvements : 30/04/2011, 05/05/2015 et 21/06/2016.

Les détails photographiques concernant les échantillons F1S, F2S et F3S sont disponibles au sein de Calvet et al. (2015).

# Grotte du Faubourg

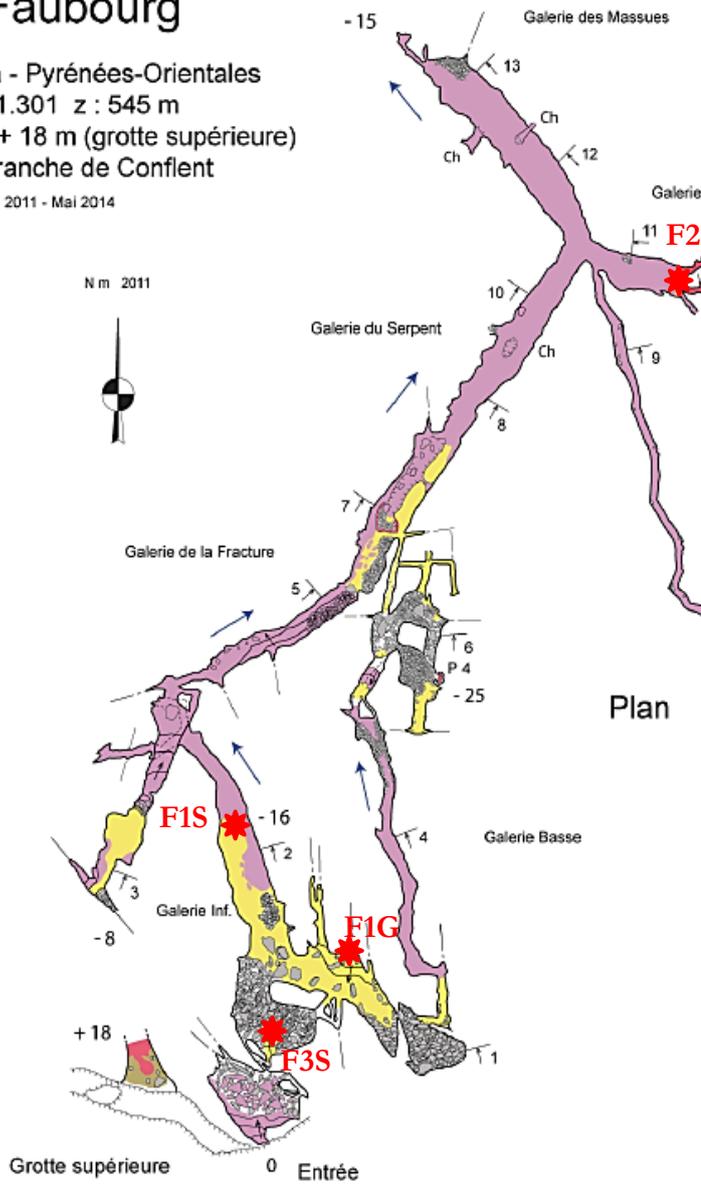
Massif du Coronat - Fuilla - Pyrénées-Orientales  
 x : 601.817 y : 1731.301 z : 545 m  
 Dév : 500 m Dén : - 25 m . + 18 m (grotte supérieure)  
 Spéléo Club de Villefranche de Conflent

Dessin : Gabriel Hez - 2011 - Mai 2014

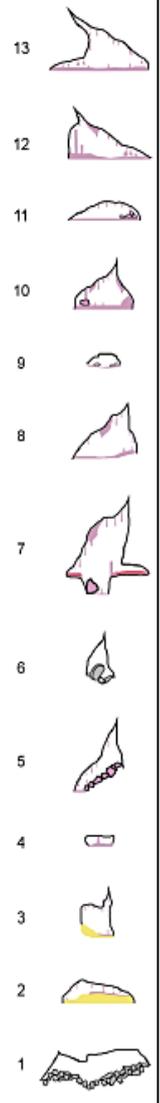
Sections

-  Blocs, cailloux
-  Dépôt carbonaté
-  Dépôts détritiques :  
graviers et galets
-  Dépôts détritiques fins :  
sables, limons et argiles
-  Dépôt éolien
-  Pente
-  Abrupt rocheux
-  Ressaut
-  Puits
-  Cheminée
-  Fracture
-  Faille
-  Paléo écoulement

N m 2011



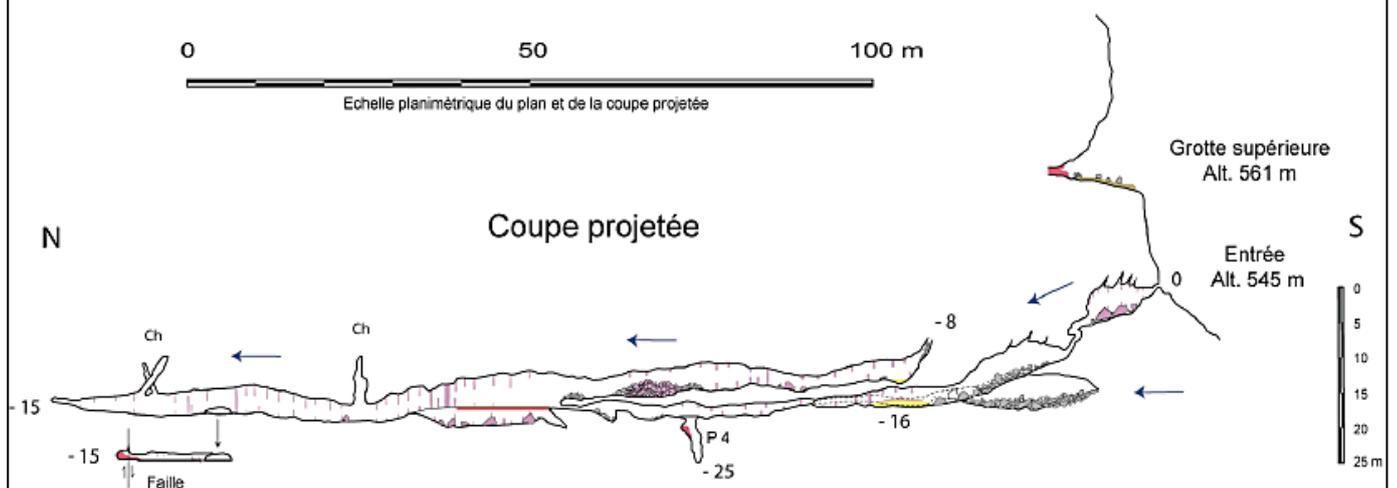
Plan



0 5 10 m  
Echelle des sections

0 50 100 m

Echelle planimétrique du plan et de la coupe projetée



Topographie de la grotte du Faubourg (Hez, 2015). Les remplissages alluviaux endokarstiques se situent entre 530 m et 561 m d'altitude, (+95 – 126 m) par rapport à la Tête, et est au même niveau

que le lambeau de terrasse T5 conservé plus en aval en rive gauche (Fort Libéria, 540 m). Les dépôts analysés sont figurés par les étoiles rouges.

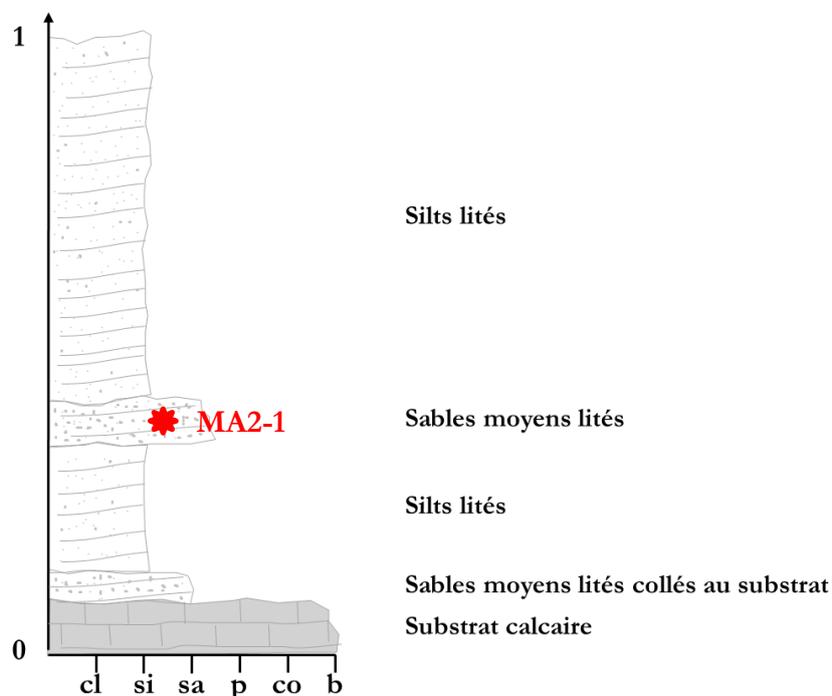
Les détails photographiques des prélèvements sont disponibles dans la publication de Calvet *et al.* (2015).

### ASAR010 : grotte Malou2 – échantillons « MA2 »

Date des prélèvements : 18/12/2014. La cavité ne dispose pas de topographie.

Cette cavité obstruée par des dépôts cimentés est en cours de désobstruction et d'exploration par G. Hez.

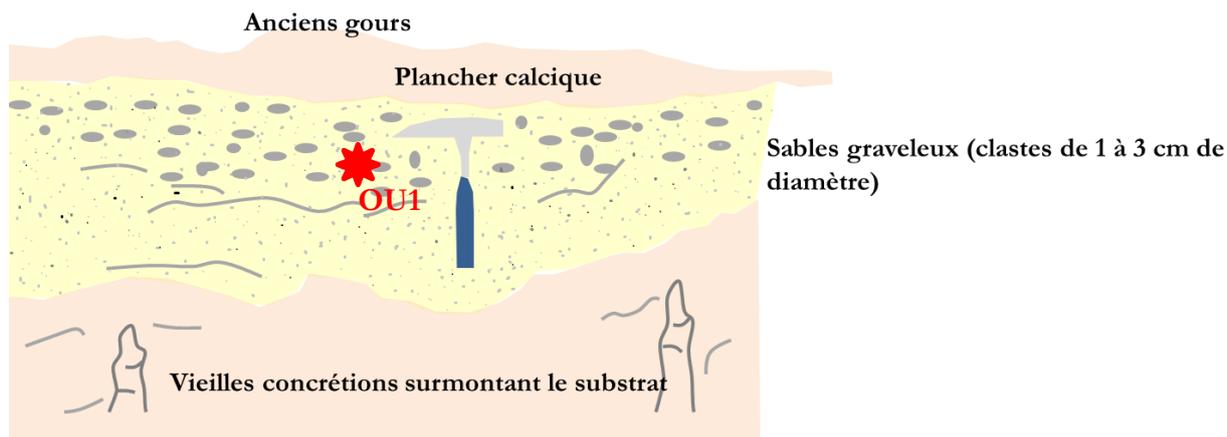
Les sables prélevés pourraient être un mélange entre des colluvions et des sables alluviaux. Une voile calcique recouvre les dépôts, pouvant provenir d'une vidange postérieure de la cavité.



Log stratigraphique de la zone de prélèvement. L'échelle verticale est en mètres. « cl » désigne les argiles, « si » désigne les silts, « sa » désigne les sables, « p » désigne les graviers, « co » désigne les galets et « b » désigne les blocs. L'échantillon ASAR010\_001, ou MA2-1, a été prélevé dans les sables moyens lités en milieu de coupe.

### ASAR011 : grotte de l'Ours – échantillons « OU »

Date des prélèvements : 18/12/2014. La cavité ne dispose pas de topographie.



Point de prélèvement de l'échantillon ASAR011\_001, ou OU1, au sein de la large galerie principale de la grotte de l'Ours. L'échantillon analysé est, du fait de la cimentation, un amalgame des graviers et des sables piégés entre les deux niveaux concrétionnés.

### ASAR012 : grotte Isabelle

Deux tentatives de visites de cette cavité ont été effectuées le 01/05/2015 et le 22/01/2016.

Elle a pour coordonnées (WGS 84) :

X = 42°35'10.5" N

Y = 2°20'59.9" E

Z = 763 ± 9 m

L'écrantage est excellent. Le « porche » est plutôt petit, avec une conduite n'excédant pas 1 m à 1,5 m de hauteur et une forme ovoïde caractéristique d'un fonctionnement en conduite forcée. Par ailleurs, l'entrée comporte des morphologies de type scallops indiquant des circulations d'eau, avec un sens d'écoulement caractéristique d'un fonctionnement en perte.

La cavité n'a pas pu être investiguée lors des deux reprises, étant occupée par un ou des blaireaux ainsi que ses parasites, et étant trop exiguë pour risquer un face-à-face.

### ASAR013 : grotte de la Palangane

Date des prélèvements : 01/05/2015

Cette cavité, a pour coordonnées (WGS 84) :

X = 42°35'6.4" N

Y = 2°21'20.1" E

Z = 560 ± 5 m

Elle est donc équivalente au Faubourg supérieur.

Il s'agit d'un tube d'environ 1 m de diamètre et d'une vingtaine de mètres de profondeur, se développant vers l'ouest, parallèlement à la paroi. Des morphologies d'écoulement sont visibles en voûte et des remplissages sableux fins à graveleux sont présents dans l'intégralité de la cavité. Au niveau de l'entrée, des galets sont visibles à la base des remplissages sableux. Cependant ils sont directement exposés aux produits secondaires de la gerbe cosmique.

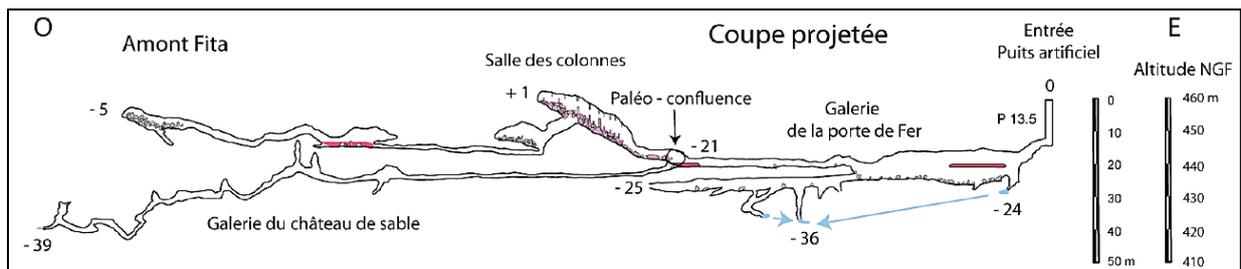
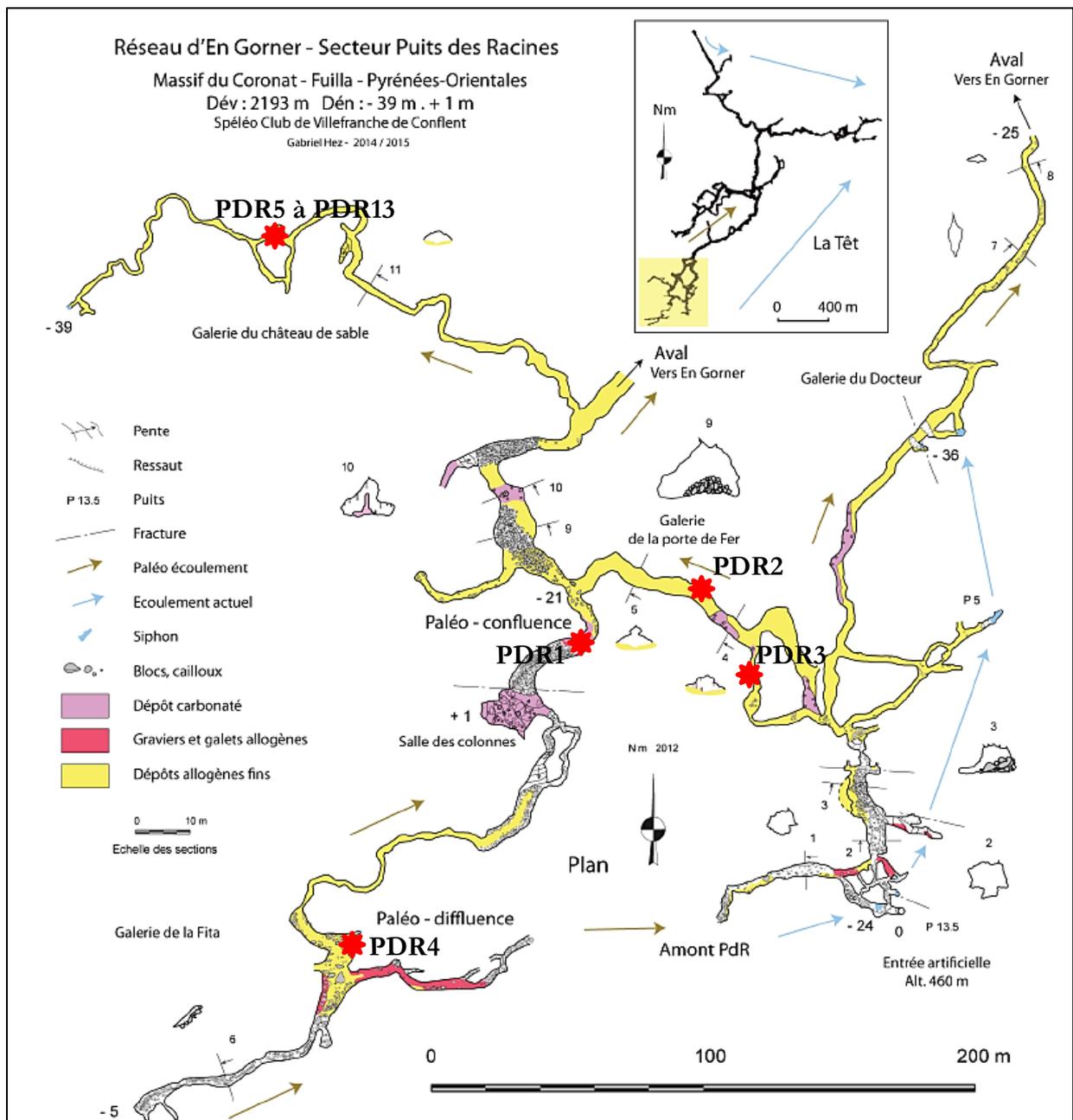
Des sables grossiers y ont été prélevés dans une séquence granodécroissante et présentant des litages, mais étaient mélangés à du sol riche en matière organique. Malgré le kilogramme de sédiments prélevés, les purifications se sont avérées infructueuses. Par ailleurs, de par la nature du matériel prélevé, cet échantillon semblait trop peu représentatif des problématiques de travail pour donner lieu à une nouvelle visite de la cavité pour récupérer davantage de matière.

Pour finir, l'écrantage de la cavité est bien trop faible n'excédant pas trois à cinq mètres. Ce faible écrantage engendre de la post-production en nucléides cosmogéniques *in situ via* les muons, et nécessite d'estimer précisément l'épaisseur de roche sus-jacente.



**Photographie de l'échantillon ASAR013\_001, utilisé pour la tentative de datation cosmogénique.**







Photographie du point de prélèvement ASAR014\_001, ou PDR1, daté *via* les nucléides cosmogéniques. Photo G. Hez.



Photographie du point de prélèvement ASAR014\_002, ou PDR2, daté *via* les nucléides cosmogéniques et la RPE. Photo G. Hez.



Photographie du point de prélèvement ASAR014\_003, ou PDR3, daté *via* les nucléides cosmogéniques et la RPE. Photo G. Hez.



Photographie du point de prélèvement ASAR014\_004, ou PDR4, daté *via* les nucléides cosmogéniques. Photo G. Hez.



Photographie du point de prélèvement ASAR014\_005, 006, et 008 à 013 (ou PDR5, PDR6 et PDR8 à PDR13). Ces galets bourrant une galerie supérieure ont été analysés séparément. Photo R. Braucher.

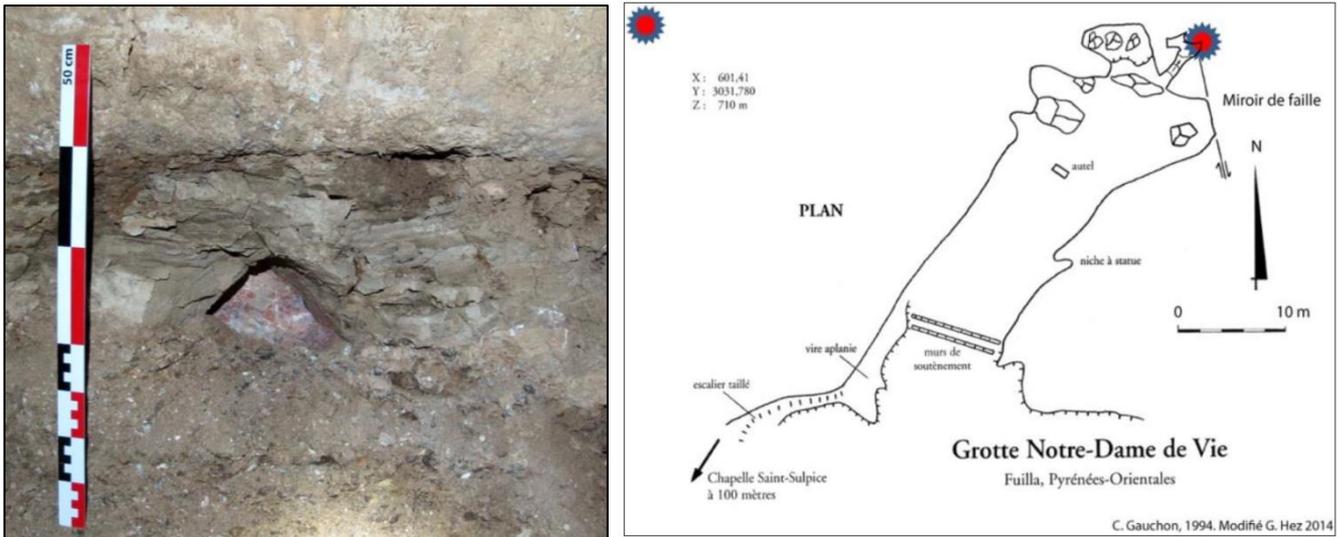


Photographie du point de prélèvement ASAR014\_007, ou PDR7, exclusivement utilisé pour des mesures de RPE. Photo R. Braucher.

## ASAR015 : grotte de Notre-Dame-de-Vie – échantillons « NDV »

Date des prélèvements : 21/06/2016

Les détails photographiques concernant l'échantillon NDVG sont disponibles au sein de Calvet et al. (2015).



**Photographie par G. Hez du point de prélèvement de NDVG (à gauche). L'échantillon ASAR015\_001, ou ND1, provient également de la même coupe. À droite se trouve la topographie de la grotte de Notre-Dame-de-Vie (crédit intégré à la figure). Le point de prélèvement est matérialisé par l'étoile rouge et bleue sur la topographie.**

# Annexe du chapitre 6 : localisation des prélèvements pour la haute vallée de l'Ariège

## **ABOU102 : Grotte de la Mirouge**

Les relevés de terrains ont été effectués par Audry Bourdet et sont disponibles au sein de son mémoire.

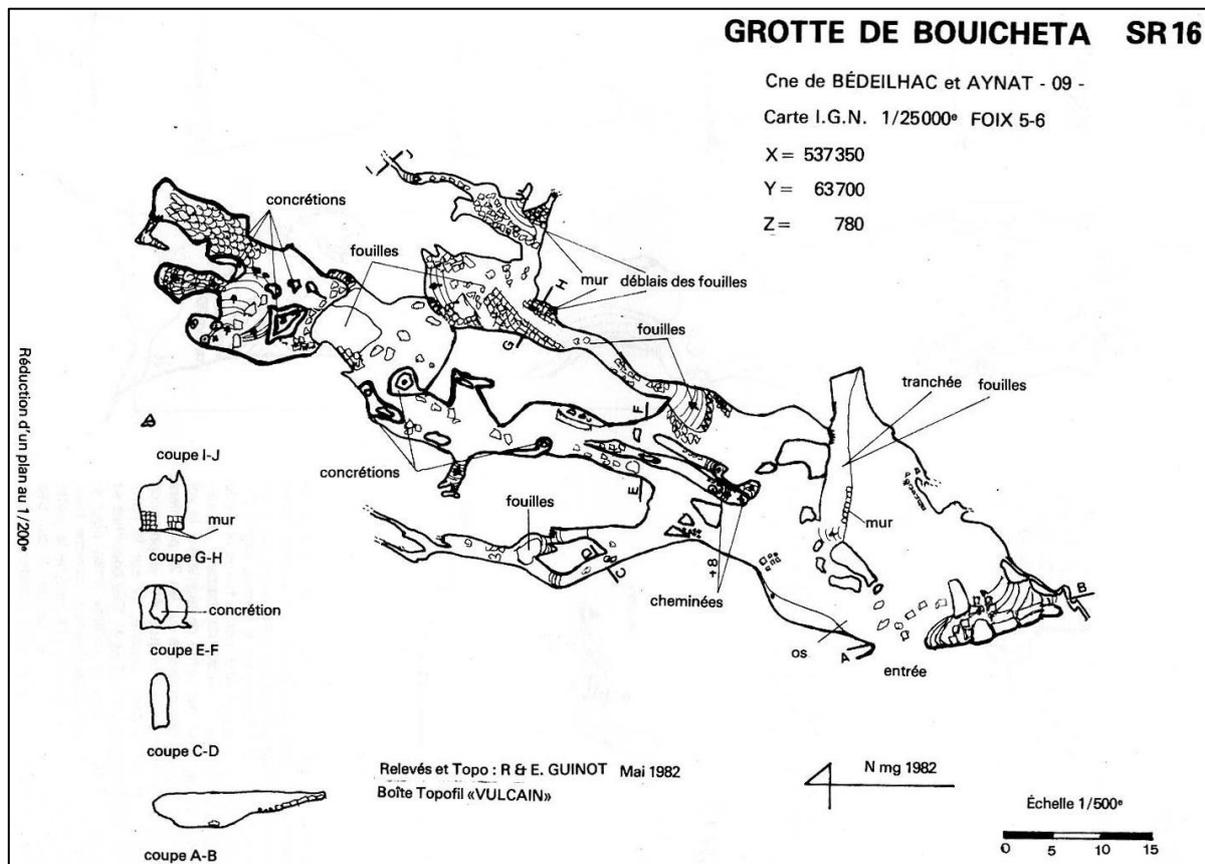
Prélèvement par Max Nicol en 2013, visite par Audry Bourdet le 10/11/2013.

Visite de la cavité le 09/05/2015.

## **ABOU103 : Grotte de Bouicheta**

Les relevés de terrains ont été effectués par Audry Bourdet (10/04/2014) et sont disponibles au sein de son mémoire.

Visite de la cavité le 09/05/2015.

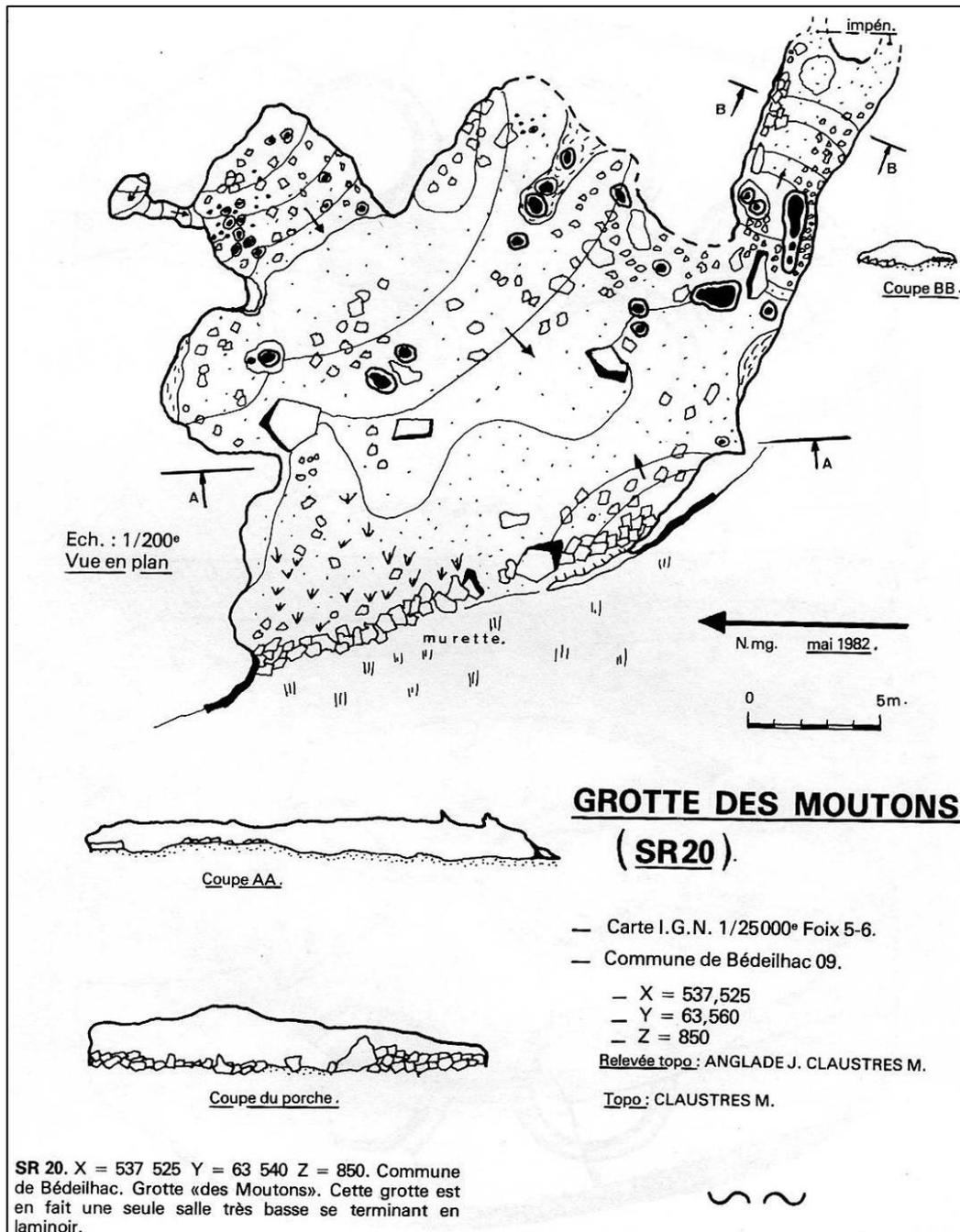


Topographie de la grotte de Bouicheta (Spéléo-Club Haut-Sabarthez)

## ABOU104 : Grotte des Moutons

Les relevés de terrains ont été effectués par Audry Bourdet (novembre 2013) et sont disponibles au sein de son mémoire.

Visite de la cavité le 09/05/2015.



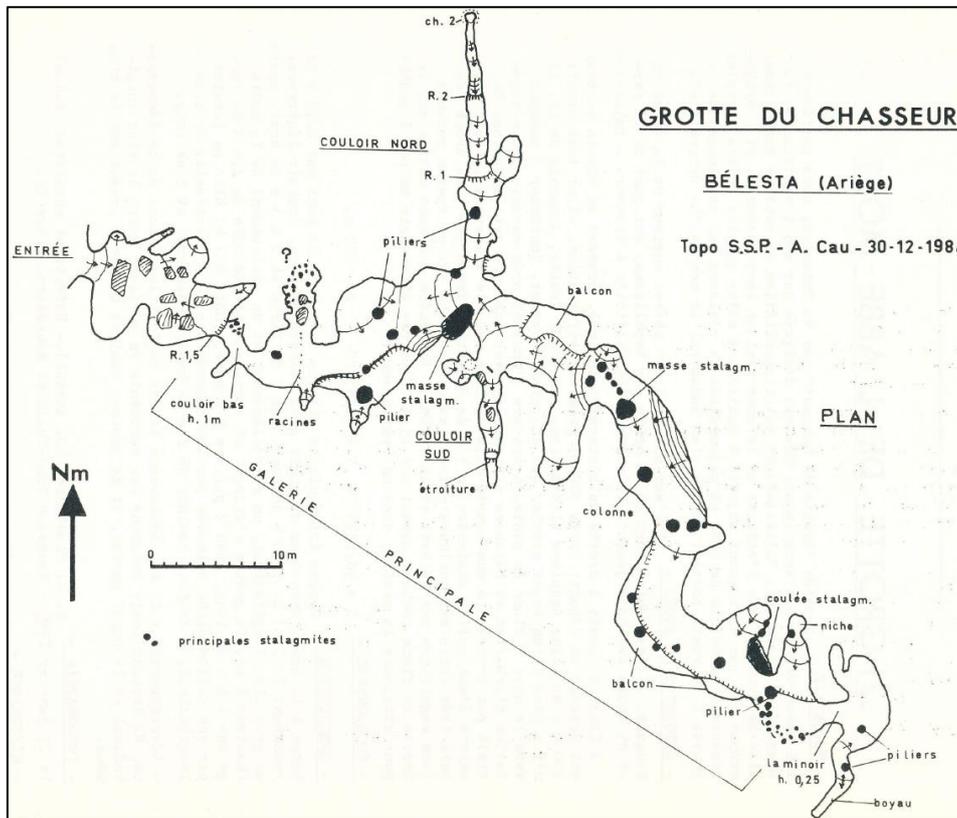
## ASAR105 : Grotte du Chasseur

Cavité visitée le 15/04/2015.

Description dans le chapitre 6.



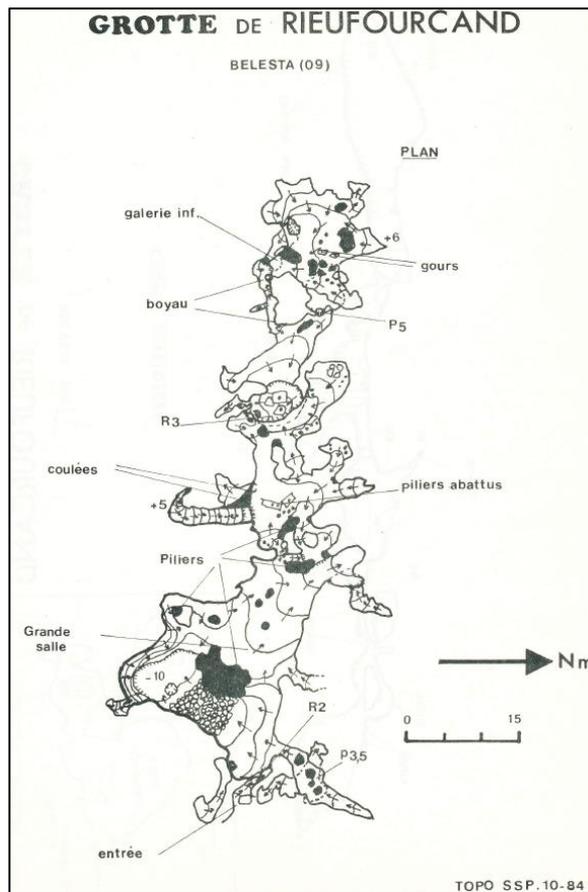
Entrée de la grotte du Chasseur



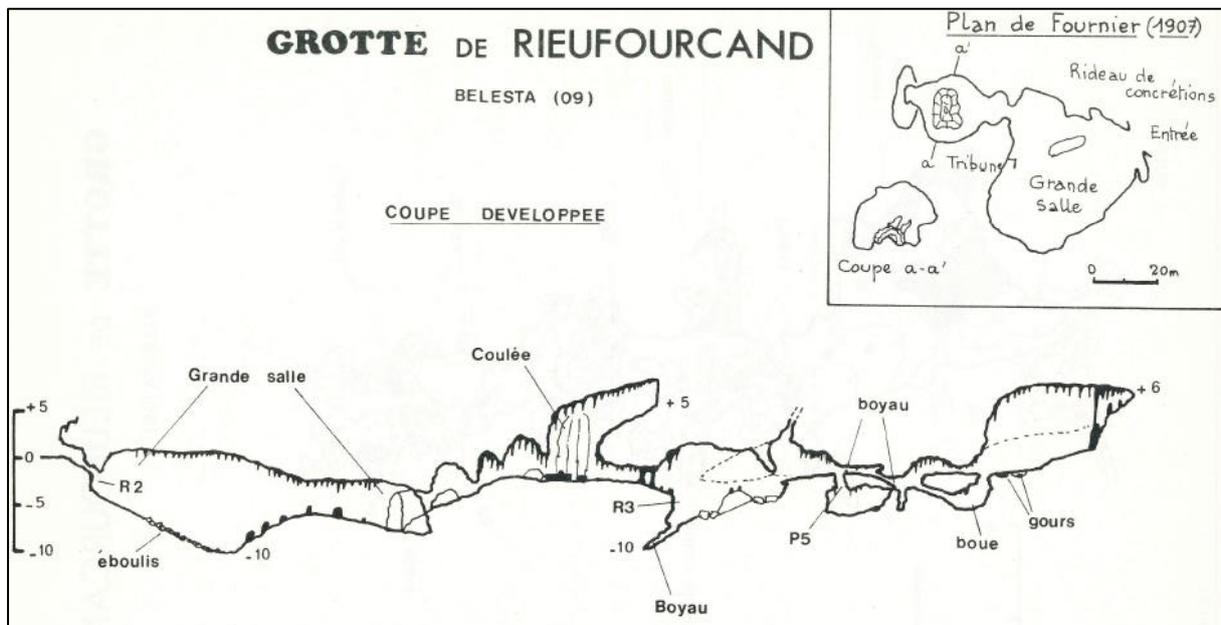
Topographie de la grotte du Chasseur

**ASAR106 : Grotte de Rieufourcand**

Cavité visitée le 15/04/2015.



Topographie de la grotte de Rieuforcand



Coupe de la grotte de Rieuforcand (SSP, 1984). L'horizontalité de la galerie est bien visible.

Description dans le chapitre 6.

### ASAR107 : Grotte de Ludax

Cavité visitée le 15/04/2015. Topographie absente.

Description dans le chapitre 6.

### ASAR108 : Grotte de la Dame Blanche

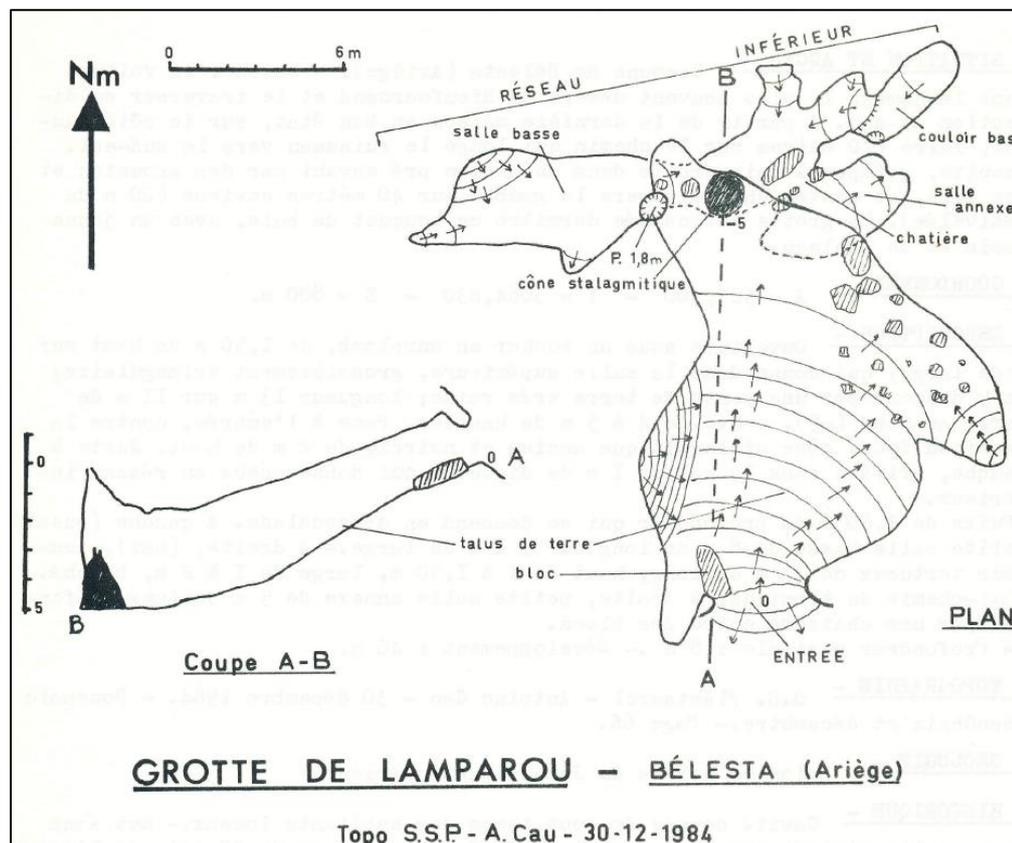
Cavité visitée le 15/04/2015. Topographie absente.

Description dans le chapitre 6.

### ASAR109 : Grotte de Lamparou

Cavité visitée le 15/04/2015. Topographie absente.

Description dans le chapitre 6.



Topographie de la grotte de Lamparou

### ASAR110 : Grotte de Lombrives (code LO)

Cavité visitée le 18/04/2015 – 19/04/2015.

La description de la cavité et du système Niaux-Sabart-Lombrives se trouvent au sein du chapitre 6.

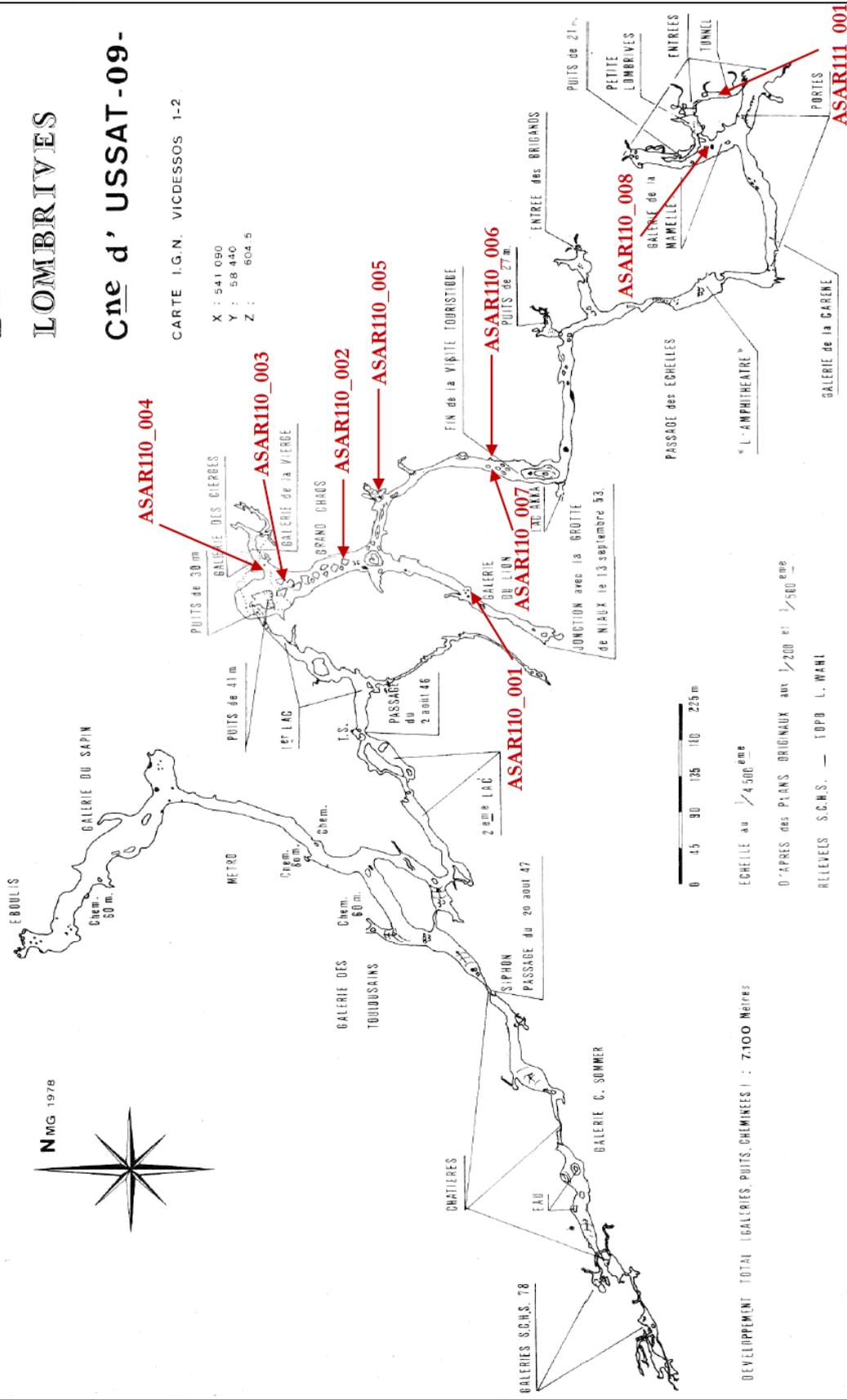
# GROTTE

## DE LOMBRIVES

### Cne d' USSAT-09-

CARTE I.G.N. VICDESSOS 1-2

X : 541 090  
Y : 58 440  
Z : 604.5



Topographie de la grotte de Lombrives et du Tunnel de Lombrives ; localisation des prélèvements en rouge (relevés SCHS – topographie L. Wahl)



Échantillon ASAR110\_002 (ou LO2) : salle du Grand Chaos. Galets granitiques très altérés pris dans une matrice de sables fins/moyens. Un plancher vient sceller cette formation dans lequel s'insèrent des blocs de granites sains. Photo P. Sorriaux.



Échantillon ASAR110\_003 (ou LO3) : entrée de la galerie de la Vierge, au nord des éboulis. Boules gréseuses à grains moyens/grossiers, très concrétionnées. À cet endroit, le soutirage par le puits est important. Photo P. Sorriaux.



Échantillon ASAR110\_004 (ou LO4) : galerie de la Vierge. Grès de même nature qu'ASAR110\_004, mais davantage consolidés. L'influence du soutirage laissait présager un âge différent pour ces deux échantillons. Photo P. Sorriaux.



Échantillon ASAR110\_005 : point dit des *Salines*. Formation alluviale F1 (Sorriaux, 1982). Photo P. Sorriaux.



Échantillon ASAR110\_006 : au niveau du lac Akka. Formation alluviale F1. Conglomérat bien consolidé composé de graviers et de galets cristallins pris dans une matrice sableuse. Photo P. Sorriaux.



Échantillon ASAR110\_007 : au niveau du lac Akka. Formation F3 scellant la formation rouge argileuse. Formation composée de conglomérats surmontés par des gris à grains grossiers à fins. Ce point de prélèvement illustre une belle morphologie chenalisée. Photo P. Sorriaux.



Échantillon ASAR110\_008 : galerie de la Mamelle, au niveau d'une petite niche à gauche de l'éboulis. Le matériel est très fin et induré. L'altération en boules est présente et un niveau plus grossier bien induré scelle ce dépôt. Photo P. Sorriaux.



Échantillon Lo12-02 prélevé en 2012. Photo P. Sorriaux.

## ASAR111 : Tunnel de Lombrives (code LS)

Cavité visitée le 18/04/2015 – 19/04/2015

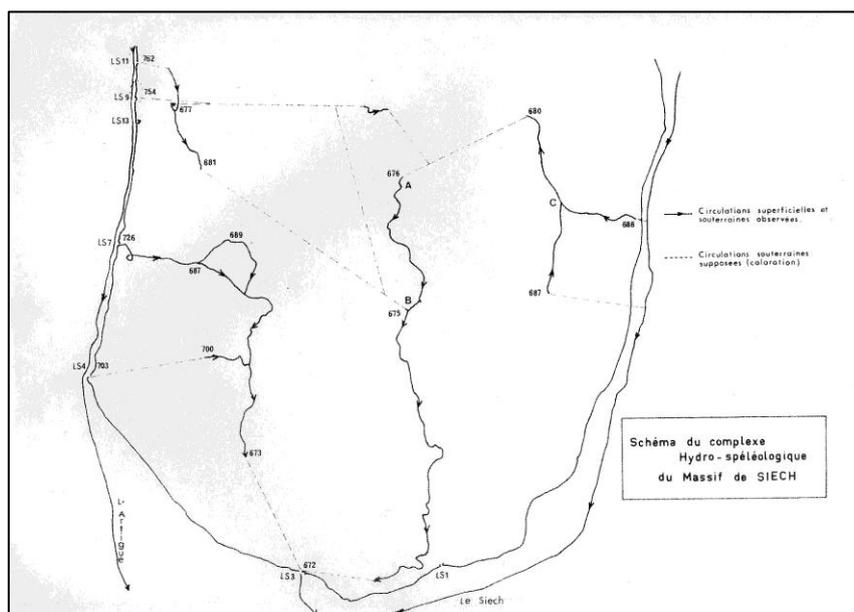
Les remplissages y sont nombreux, majoritairement d'origine glaciaire. L'affleurement ASAR111 se trouve au centre de la galerie. L'emplacement exact est livré sur la topographie d'ensemble de la grotte de Lombrives (voir site ASAR110 ci-dessus).



Échantillon ASAR111\_001 : galerie principale. Photo P. Sorriaux.

## ASAR112 : Grotte de Siech

Cavité visitée le 08/05/2015.



Complexe hydro-spéléologique de Siech (document SCHS)



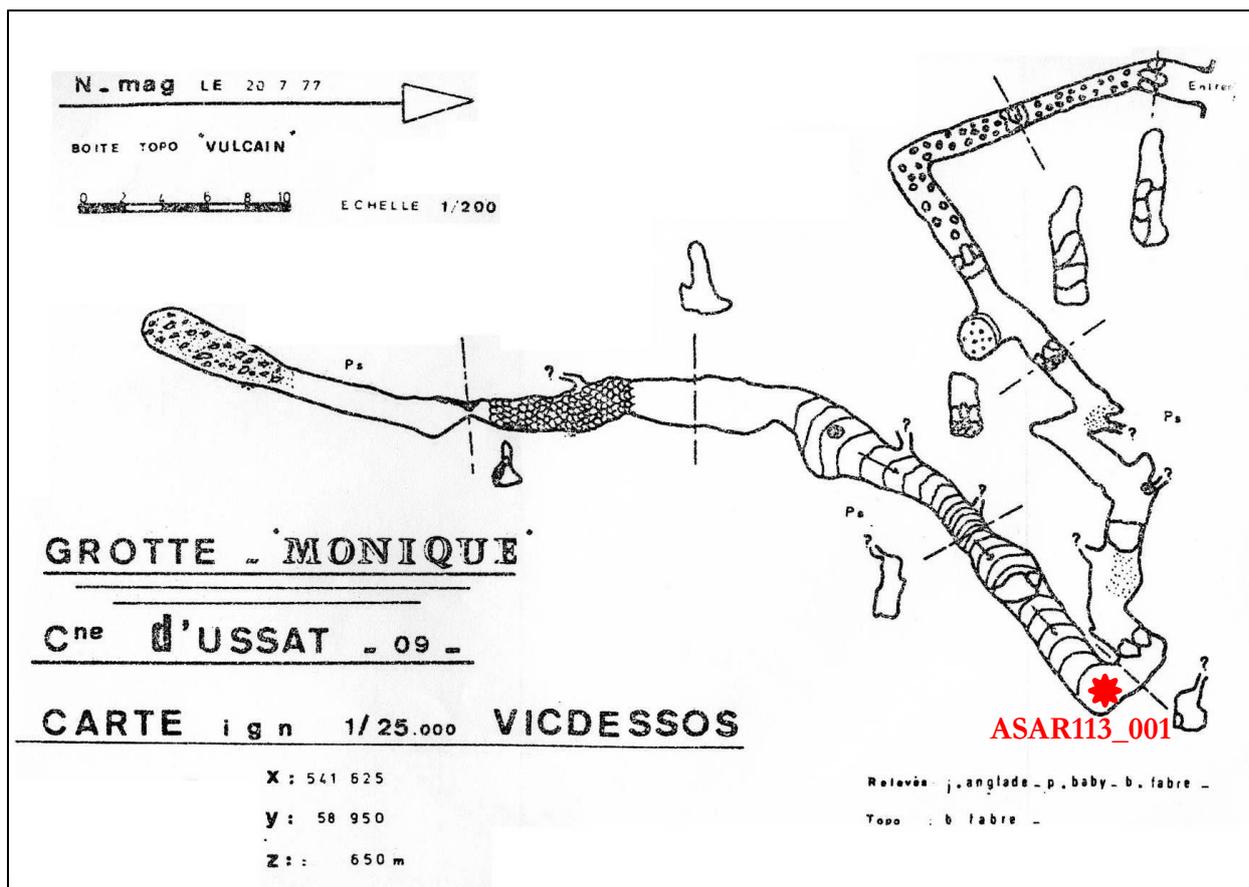


**A : Lapiaz de voûte et banquettes dans la galerie principale (photo Spéléo-club de l'Arize). B : Lapiaz de voûte et coups de gouge dans un diverticule. La petite galerie a été décolmatée, le plancher stalagmitique suspendu demeurant (photo Spéléo-club de l'Arize). C : Observation de dépôts de sables grossiers et de niveaux plus graveleux dans la zone des laminoirs (photo Spéléo-club de l'Arize).**

### **ASAR113 : Grotte Monique (code MO)**

Cavité visitée le 27/05/2015.

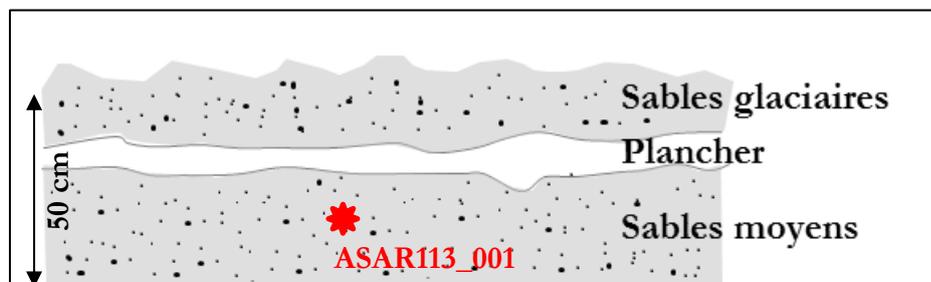
La montée se fait parmi les éboulis en direction d'une faille. Cette faille est notamment signalée par un éboulement. L'épaisseur de roche surjacente est supérieure à 30 mètres.



### Topographie de la grotte Monique (document SCHS).

Les traces d'écoulements sont rares en paroi, mais quelques coups de gouge subsistent et semblent indiquer un fonctionnement en résurgence. Des lapiaz de voûte sont également présents en milieu de galerie. Les remaniements internes sont abondants, probablement du fait de la gélifraction à cette altitude. Les plaquages argileux sont également bien présents et rendent délicate l'escalade du gros bloc obstruant en partie la galerie principale.

Des excavations (prospection archéologique ?) sont présentes au niveau de l'angle droit formé par la galerie. Elles permettent de visualiser des dépôts sableux sous un plancher stalagmitique, peut-être dus à un bourrage glaciaire.



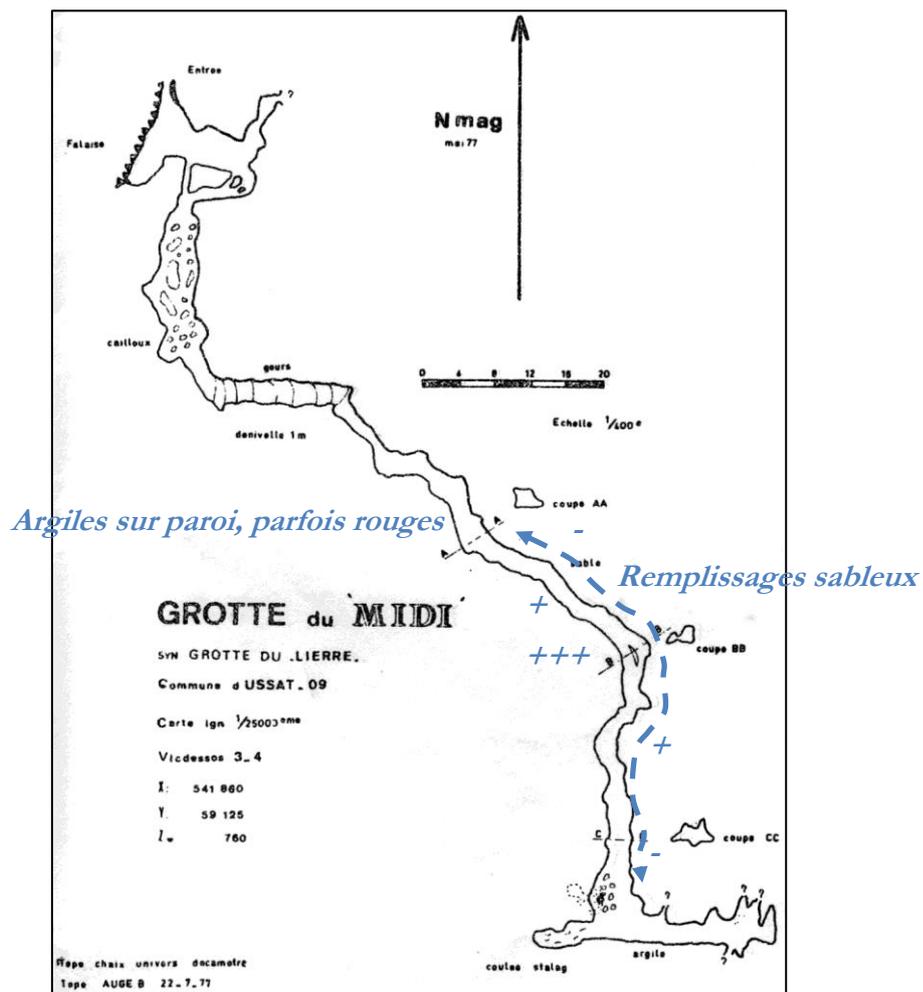
Configuration au point de prélèvement ASAR113. Des sables glaciaires fins surmontent un plancher stalagmitique d'une dizaine de centimètres d'épaisseur. Des sables fins à grossiers coincés sous le plancher, ont été prélevés (ASAR113\_001 ou MO1).

## ASAR114 : Grotte du Midi ou grotte du Lierre

Cavité visitée le 27/05/2015.

Cette grotte est accessible en longeant la paroi. Son porche est visible depuis le pied du massif. L'épaisseur de roche surjacente est supérieure à 30 mètres.

Cette grotte est connue pour avoir fait l'objet de prospections archéologiques, dont un carroyage demeure. Les remplissages sableux meubles au sol de la galerie, typiques de la période glaciaire, se rencontrent dès que le boyau se rétrécit. Les sables sont fins à moyens et semblables à ceux que l'on rencontre au sol des galeries à Niaux ou dans la galerie du Lion de Lombrives ou encore sur le plancher de la grotte Monique. Ils sont de plus en plus épais (signalement par « + » sur la topographie) à mesure de la progression dans la grotte et atteignent une épaisseur maximale (« +++ ») à l'aplomb d'un pendant de voûte. Leur épaisseur s'amenuise ensuite (« - ») jusqu'à la salle terminale. Quelques argiles de décantation y sont présentes, scellées par une coulée stalagmitique jaunâtre au niveau du diverticule partant sur la droite.



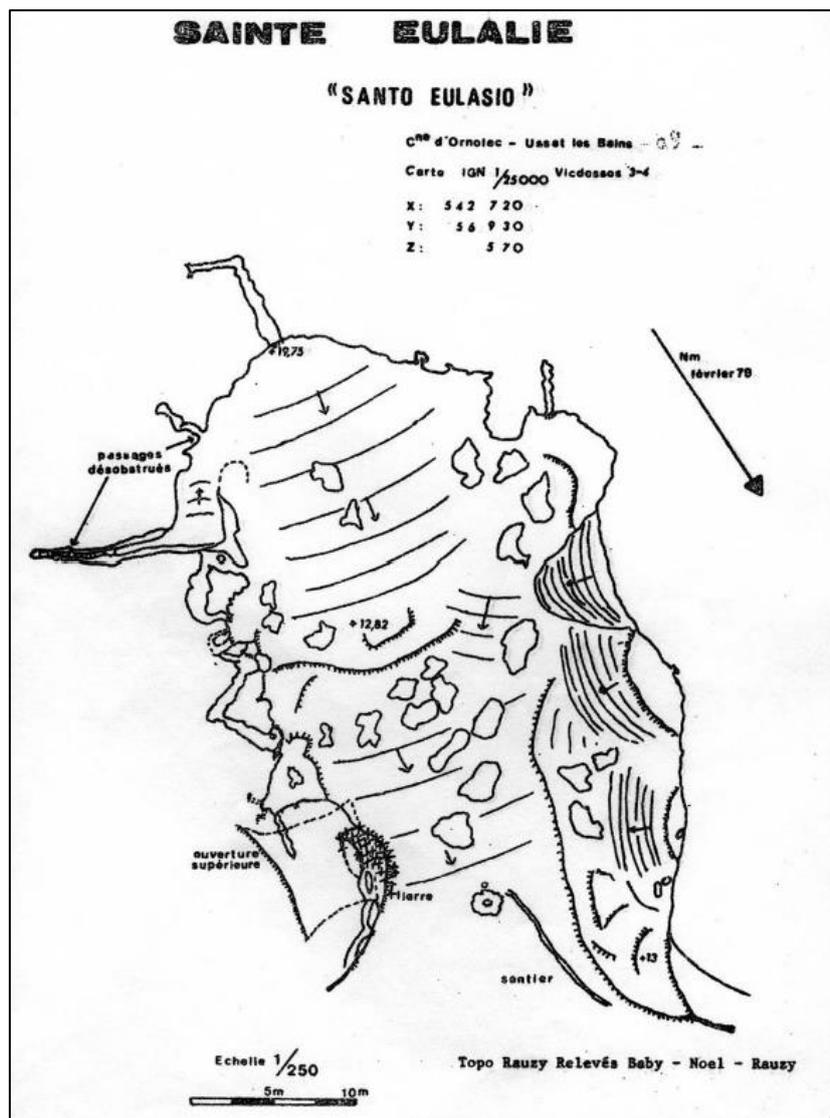
Topographie de la grotte Monique (document SCHS).

## ASAR115 : Sainte-Eulalie

Cavité visitée le 27/05/2015.

Son grand porche d'entrée en milieu de falaise se trouve au-dessus de la dernière terrasse würmienne et est visible depuis la route nationale. L'épaisseur de roche surjacente est supérieure à 30 mètres. .

Le porche débouche sur une vaste et unique salle longue d'une centaine de mètres marquée par de petites terrasses rocheuses modelées par des marmites glaciaires. En-deçà de la courbure du porche une grande marmite glacière d'environ 2,5 mètres subsiste en partie.



Topographie de la grotte de Sainte-Eulalie (document SCHS), à environ 2 km d'Ussat-les-Bains en direction de l'Andorre.

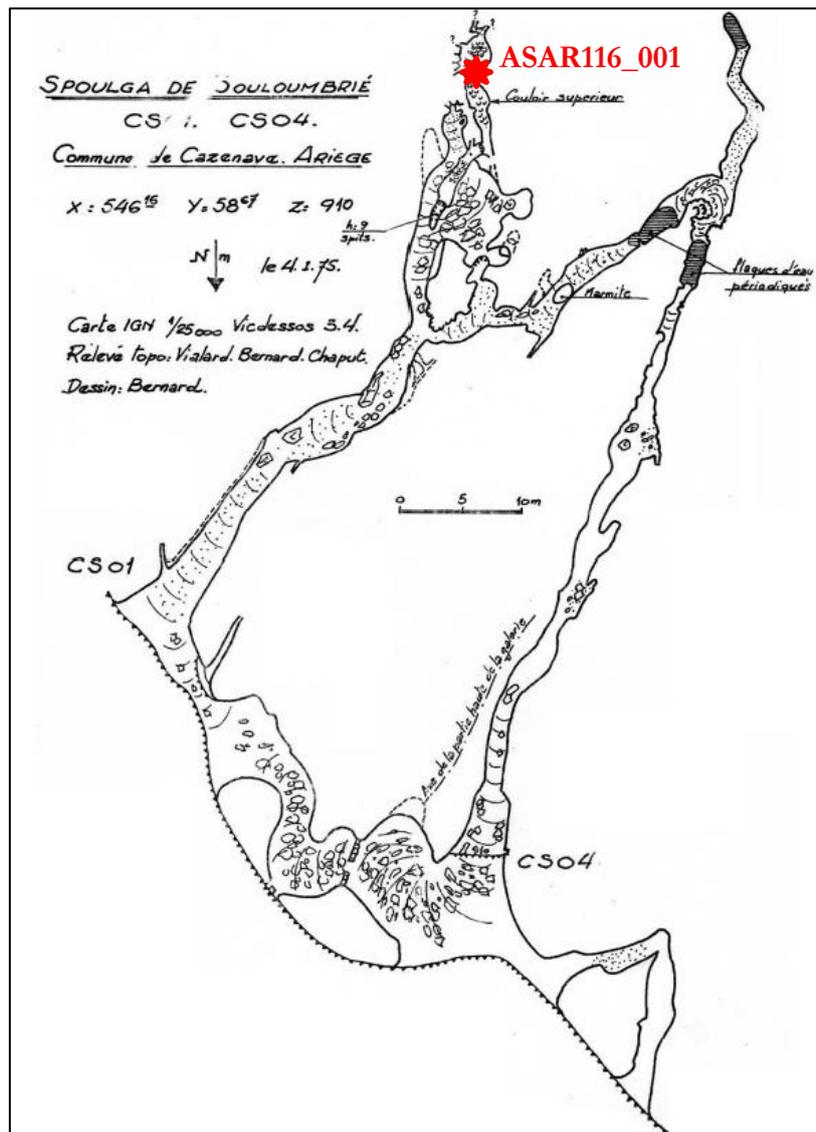
Les traces d'anthropisation sont abondantes et certaines marmites comportent d'ailleurs des gravures. La cavité est en revanche stérile de tout matériel alluvial.

## ASAR116 : Spoulga de Souloumbrié (code SO)

Cavité visitée le 27/05/2015.

L'accès se fait par le thalweg et suppose de longer la paroi par une sente utilisée par les bergers. Les premiers porches sont assez imposants.

Le premier débouche sur une belle galerie comportant des lapiaz et des marmites qui se réduit assez rapidement. Des sables y sont présents mais les clastes anguleux suggèrent plutôt une origine interne. Des plaquages argileux sont également visibles sur certaines parois.



Topographie du Spoulga de Souloumbrié (document SCHS), sur le territoire de la commune de Cazenave.

Le second porche est un tunnel remplis d'éboulis. Il permet d'accéder au spoulga (= grotte).

Le troisième porche permet d'accéder à la galerie la plus large du spoulga. Les traces de circulation en régime noyé (marmites, lapiaz, etc.) sont abondantes mais les dépôts sont absents des parois. La galerie est ensuite obstruée par des éboulis au niveau du couloir supérieur. C'est à cet endroit que subsistait l'unique plaquage présent dans la galerie, composé de graviers et de galets quartzeux, dont un de quartz fumés. Il est à noter que l'intégralité du matériel présent, peu abondant, a été prélevée pour constituer l'échantillon ASAR116\_001.

### **ASAR117 : Grotte de Bédeilhac (code BE)**

Cavité visitée le 03/06/2015.

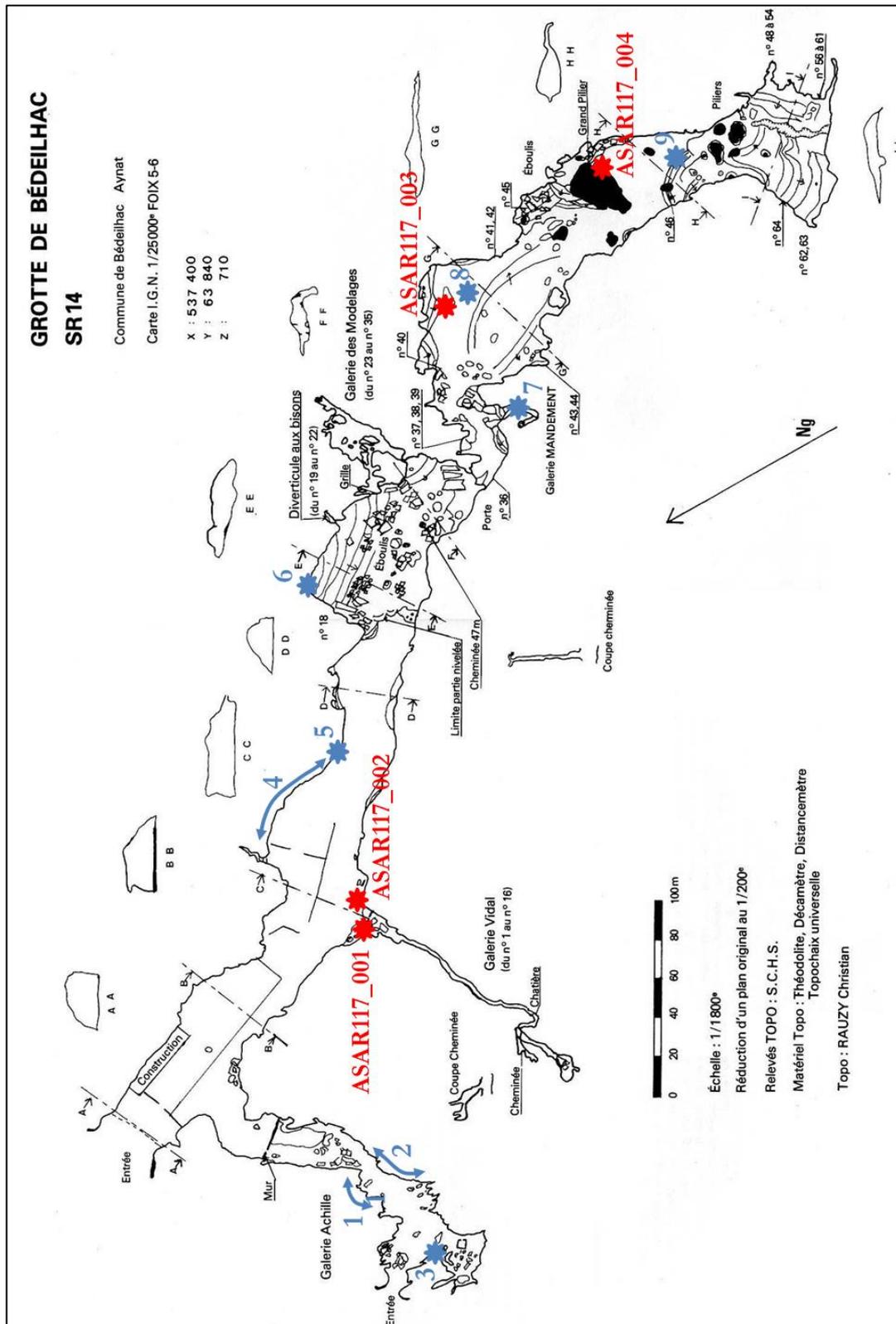
Cette cavité est amplement décrite au sein du chapitre 6. Les galeries sont très larges et ont été fréquentées par les magdaléniens.

La galerie Achille est quasiment stérile en remplissages plaqués, mais des galets libres cristallins ainsi que des blocs de même nature sont présents au sol.

La galerie Vidal, comportant des vestiges magdaléniens (examen archéologique en cours), recèle de nombreux remplissages plaqués sur les parois et les plans de failles. Il s'agit le plus souvent de sables graveleux tels que ceux prélevés au niveau de la porte d'entrée, constituant l'échantillon ASAR117\_001.



Photographie du point de prélèvement d'ASAR117\_001 (porte d'entrée de la galerie Vidal). Photo P. Sorriaux.



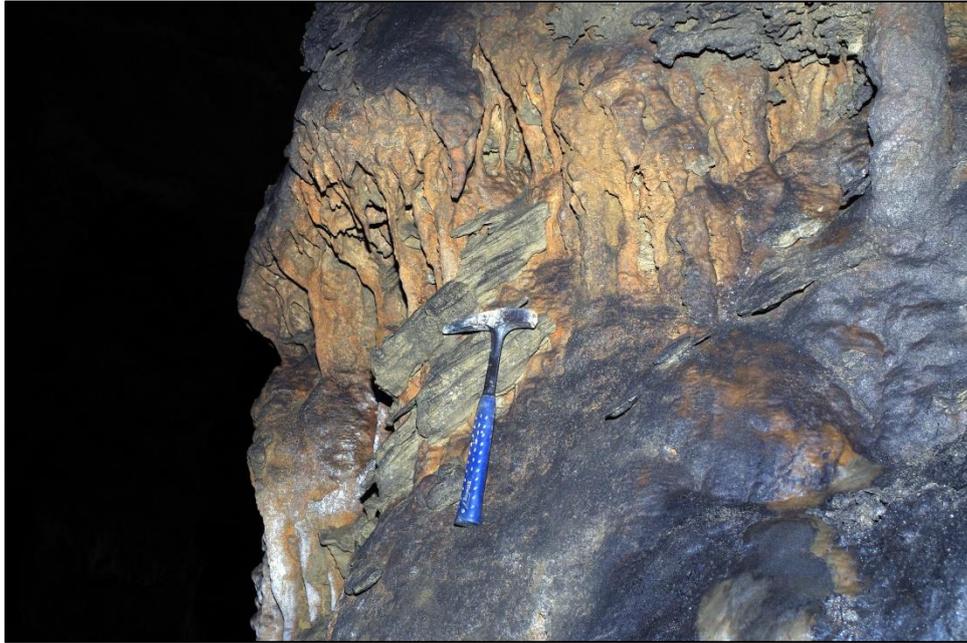
Topographie de la grotte de Bédeilhac (SCHS). Les échantillons prélevés sont désignés par des étoiles et des commentaires rouges. Les points bleus désignent divers endroits remarquables. 1 : vieux planchers. 2 : galerie très concrétionnée et gros galets libres (würmiens ?). 3 : alluvions résiduelles accrochées en paroi. 4 : remplissages alluviaux résiduels. 5 : planchers perchés. 6 : planchers biseautés. 7 : dépôts sableux plaqués. La galerie Mandement a été creusée à la main et est remplie d'argiles. 8 : sondage montrant les sables glaciaires. 9 : imposant dépôt de galets.



**Affleurement déblayé au milieu du XX<sup>ème</sup> siècle dans la galerie principale, pour pouvoir permettre l'atterrissage d'aéronefs. L'échantillon ASAR117\_002 a été prélevé sur cet affleurement, au niveau du marteau. Photographies P. Sorriaux**



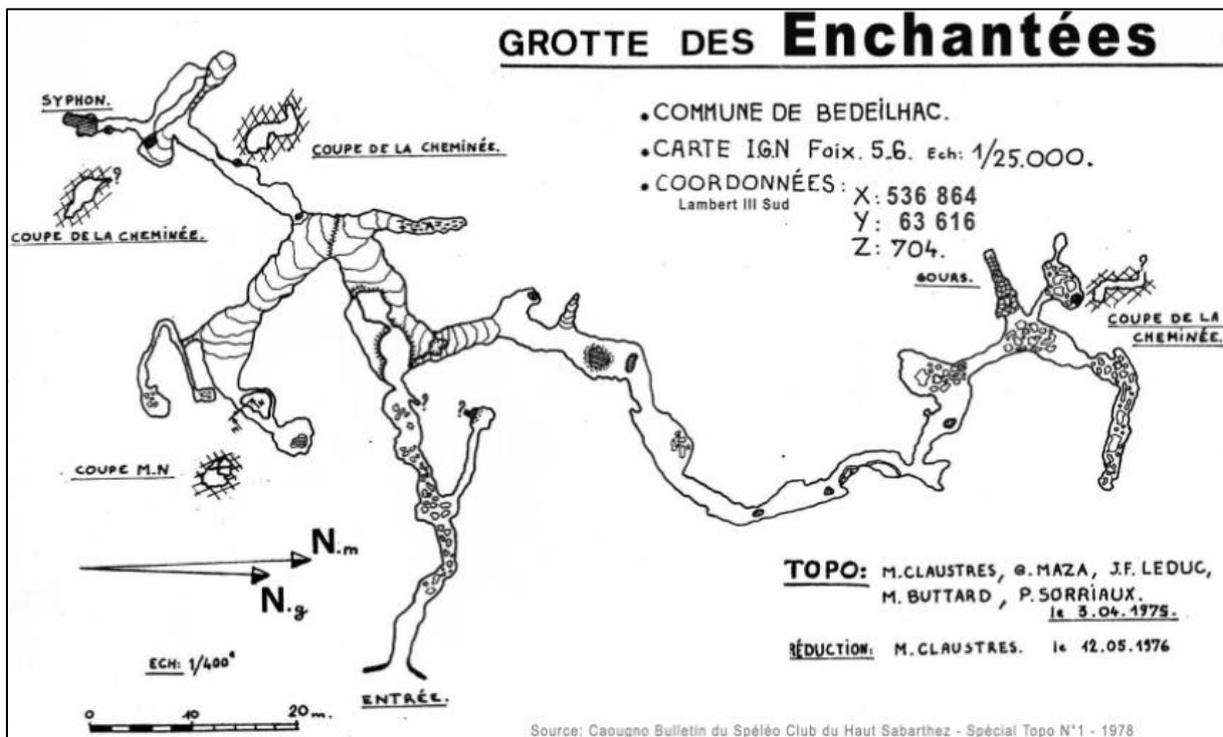
Point de prélèvement, à la base du *Tombeau de Roland*, d'ASAR117\_003. Il s'agit d'un grand pilier stalagmitique couché ayant probablement été déplacé. Des dépôts détritiques se trouvent à sa base (matrice sableuse fine, galets et fantômes de galets), ainsi que des fentes de dessiccation.  
Photographies P. Sorriaux



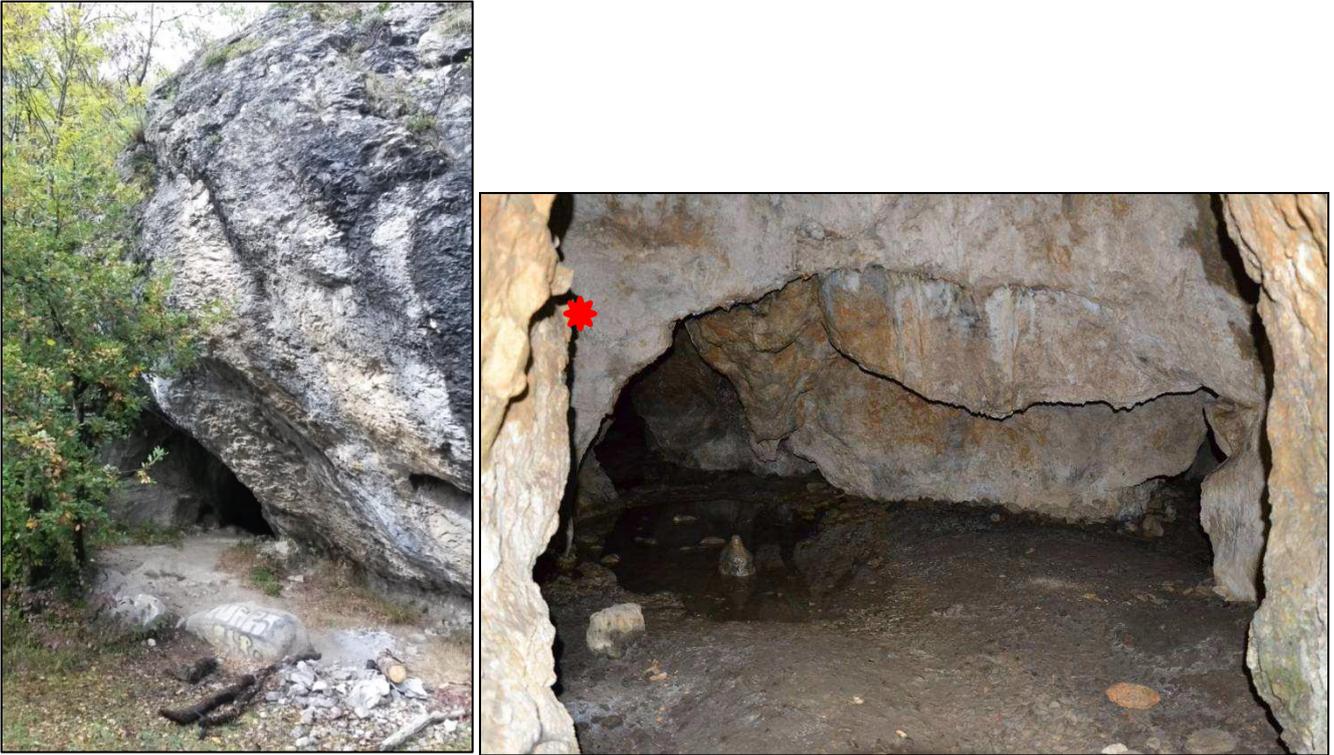
Photographie du point de prélèvement d'ASAR117\_004 au niveau du Grand Pilier. Des dépôts gréseux plus ou moins grossiers demeurent accrochés à des concrétions très massives. Photo P. Sorriaux.

### ASAR118 : Grotte des Enchantées

Cavité visitée le 08/10/2014 puis à de multiples reprises.



Topographie de la grotte des Enchantées (document SCHS). Le point d'échantillonnage d'A. Bourdet se trouve dans la première salle.



**À gauche : porche d'entrée et ses deux blocs erratiques granitiques. À droite : point d'échantillonnage matérialisé par l'étoile rouge (photo A. Bourdet).**

Cette cavité se trouve sur le versant sud du massif et a un développement d'environ 300 m. Les galeries sont horizontales et comportent des indices de corrosion aux voûtes, indiquant un fonctionnement épinoyé. Les remplissages y sont relativement abondants et se rencontrent sous forme de grès plaqués sur les parois et les voûtes.

Trois prélèvements avaient été effectués par Audry Bourdet durant son master, dont deux ont été analysés.

#### **ASAR119 : Grotte de la Carrière (code CB)**

Cavité visitée le 08/10/2014 puis à de multiples reprises.

Deux prélèvements avaient été effectués par Audry Bourdet durant son master, dont un a été analysé. La cavité a été de nouveau échantillonnée lors de ma thèse afin de procéder à des mesures de RPE et de la concentration en nucléides cosmogéniques.

Cette cavité est située en pied de falaise sur le versant nord du massif du Calamès. Il s'agit d'une cavité peu développée (recul de paroi d'~30 m du fait de l'activité anthropique) mais au porche assez large. Elle est comblée par des dépôts alluviaux (galets très altérés surmontés de niveaux sableux granoclassés) dans lesquels s'intercalent des reliques de planchers stalagmitiques. Face à la cavité se trouve le niveau lacustre et deltaïque de Saurat associé au paléo-lac de Bédeilhac. Cette coupe comporte des varves avec des passées limoneuses, des occurrences

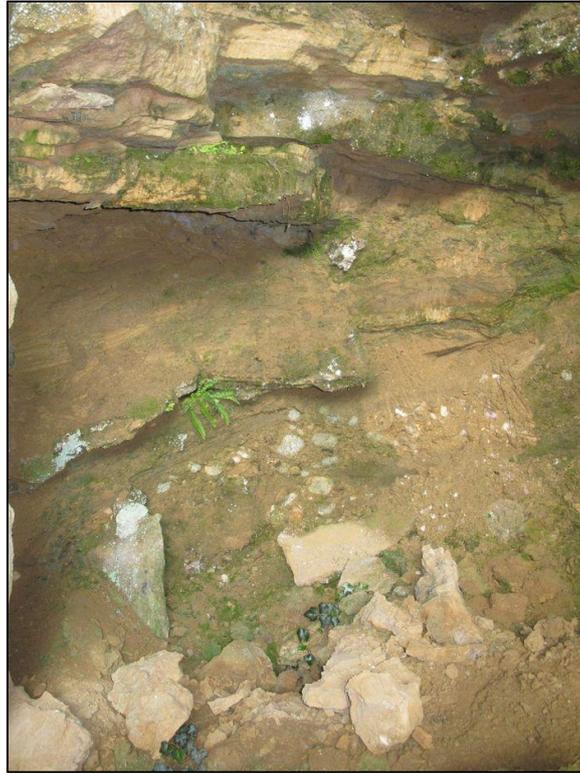
sableuses et graveleuses, ainsi que des niveaux à galets. Deux blocs morainiques se trouvent au sommet de la séquence.



Porche de la grotte de la Carrière (photo A. Bourdet)



Échantillonnage des remplissages sableux en vue d'une mesure ESR (ASAR119\_001)

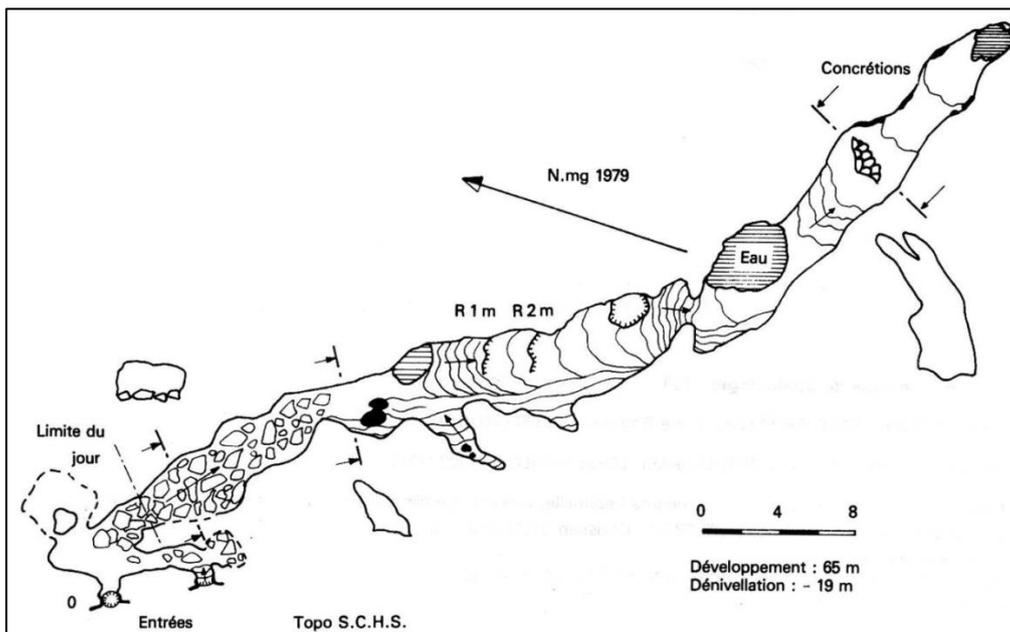


Détail des dépôts alluviaux prélevés (voir encadré sur photo précédente)

**ASAR120 : Grotte d'Herbo Blanco**

Cavité visitée le 10/06/2015.

Cette cavité se trouve quasiment sur la crête du massif, au lieu-dit des *rochers de Carlong*.



Topographie de la grotte d'Herbo Blanco (document SCHS)

La présence de morphologies caractéristiques d'écoulement en régime noyé (lapiaz, coups de gouge) semble indiquer un fonctionnement en perte. Les concrétions y sont également abondantes. Quelques argiles sont visibles dans les zones où se rencontrent quelques flaques d'eau provenant de l'infiltration.

### **ASAR121 : Cauhna de Montségur**

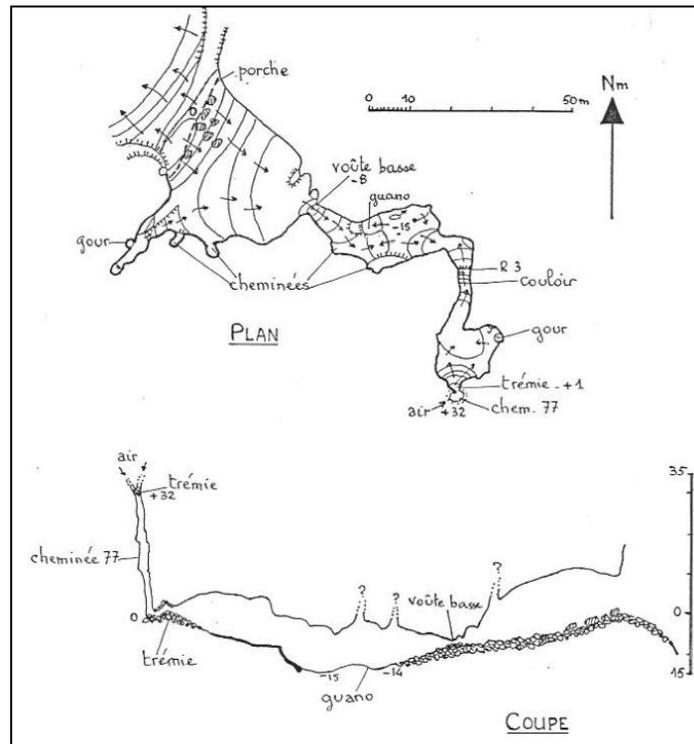
Cavité visitée le 14/11/2014.

Cette cavité s'ouvre sur un large (~20 m) porche particulièrement haut du fait des effondrements de la voûte (~15 m). Des morphologies typiques d'un fonctionnement en régime noyé y sont visibles (coups de gouge, marmites). Les spéléothèmes présents dans la cavité se délitent au toucher.

La cavité comprend quelques dépôts argileux entre des niveaux de planchers stalagmitiques. Les placages en paroi ne comportent pas de matériel utile à nos investigations.



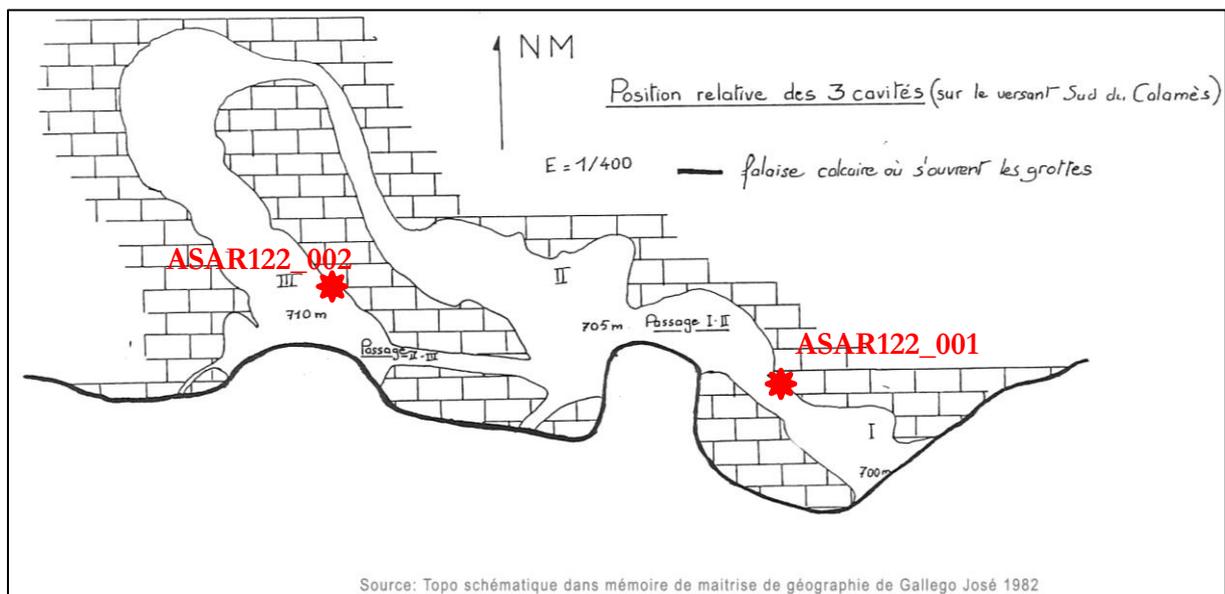
**A : Porche d'entrée de la grotte de Montségur. B : Vue d'ensemble de la salle principale d'un volume imposant. C : Concrétion se délitant au contact manuel. Photos M. Calvet.**



Topographie de la grotte de Montségur par le Comité spéléologique du Plantaurel

### ASAR122 : Grotte des Esplourgues de Calamès

Cavité visitée à de multiples reprises.



Source: Topo schématique dans mémoire de maîtrise de géographie de Gallego José 1982

Topographie de la grotte des Esplourgues de Calamès, d'après Gallego (1982). Les points de prélèvement des deux échantillons ESR sont figurés par l'étoile rouge. Les trous de mesures sont toujours en place.



**A : Porche des Esplougues de Calamès I à 700 m d'altitude. B : Jonction entre les Esplougues de Calamès I et II à 705 m. C : Porche des Esplougues de Calamès II à 705 m. D : Porche des Esplougues de Calamès III à 710 m (photo A. Bourdet).**

Cette cavité est composée de trois petites grottes de faible développement (~50 m). Même si les grottes sont bien individualisées de nos jours, il s'agit fort probablement de la même galerie recoupée par le recul de la paroi (même orientation NW/SE).

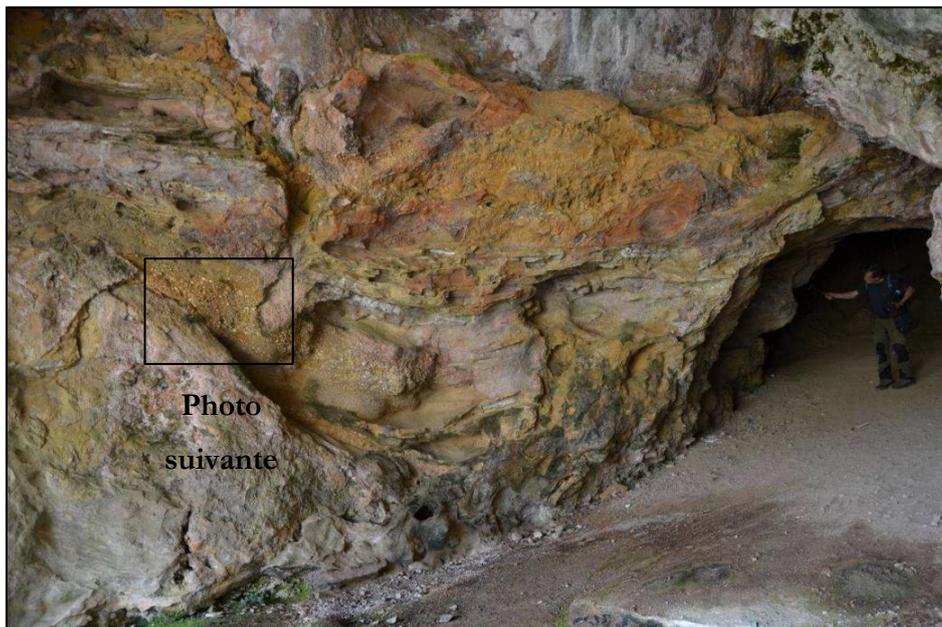
Les remplissages y sont variés, allant des limons feuilletés (en bas à gauche) jusqu'aux blocs décimétriques pulvérulents plaqués sur les parois (voir à gauche). Des planchers stalagmitiques sont intercalés entre ces dépôts. Un imposant épisode de concrétionnement est présent dans la galerie marquant la jonction entre les deux porches supérieurs (II et III).

Les échantillons CALA4 et CALA5 avaient été prélevés par Audry Bourdet dans ces cavités lors de son M2.

Deux échantillons ESR ont été prélevés dans le second conduit en paroi droite, et dans le troisième conduit, également en paroi droite. Les trous de mesures des doses externes sont toujours en place.



Remplissages grossiers dans le porche I des Esplourgues de Calamès



Remplissages plus ou moins grossiers au niveau de l'entrée III des Esplourgues de Calamès  
(photo A. Bourdet)



Remplissages graveleux au niveau de l'entrée III des Esplourgues de Calamès (encadré photo précédente)

### Références bibliographiques

Spéléo-club du Haut-Sabarthez. **1978**. Caougnou. Bulletin du Spéléo-club du Haut-Sabarthez, Spécial « Topo ». Tome 1. 54 pp.

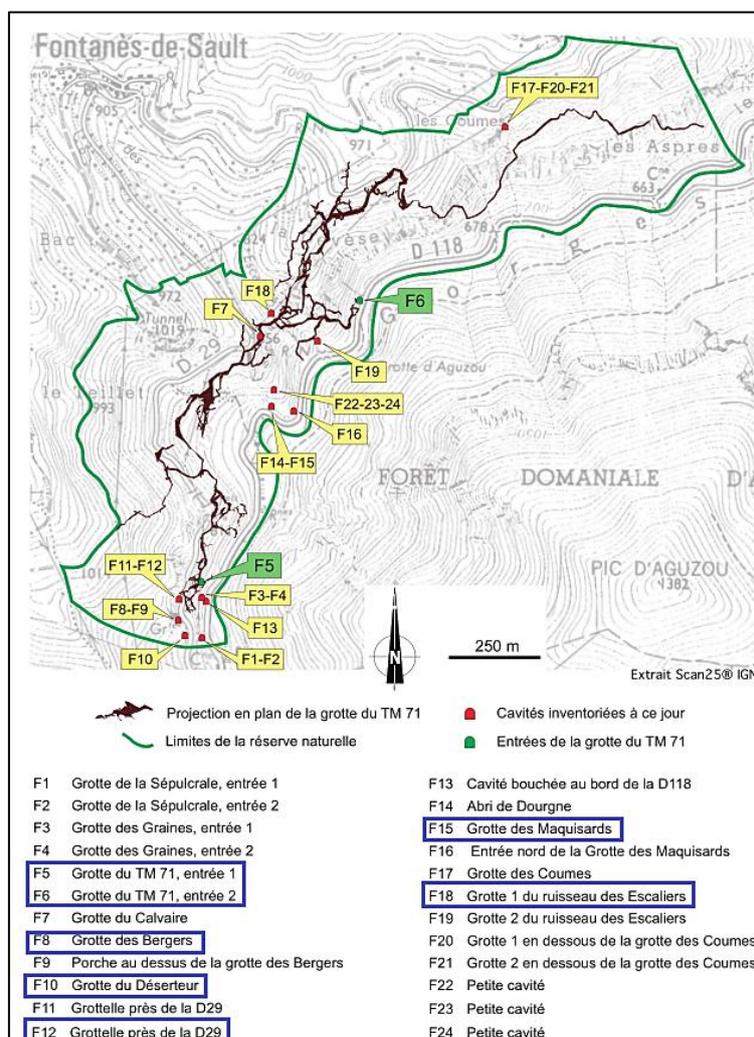
Spéléo-club du Haut-Sabarthez. **1979**. Caougnou. Bulletin du Spéléo-club du Haut-Sabarthez, Spécial « Topo ». Tome 2. 54 pp.

Société Spéléologique du Plantaurel. **1985**. L'écho des Ténèbres – Bulletin d'information et de liaison – N°16. 104 pp.

# Annexe du chapitre 7 : localisation des prélèvements pour la haute vallée de l'Aude et la haute vallée de l'Agly

Cette annexe vient compléter les informations relatives à la localisation des échantillons prélevés dans les cavités des hautes vallées de l'Aude et de l'Agly, à leur nature et aux données analytiques, présentées chapitre 7.

Les cavités étagées de la haute vallée de l'Aude, minutieusement topographiées et bien documentées, offrent des conditions particulièrement favorable à notre étude. La majorité des prélèvements concerne la Réserve naturelle du TM71 (RN TM71) pour laquelle un dossier de prélèvement auprès de la DREAL Occitanie – Pyrénées – Méditerranée a été déposé.



Localisation des entrées des cavités recensées sur la réserve naturelle. Les grottes encadrées en bleu sont celles recelant les sédiments d'intérêt (Ournié & Bès, 2007)

La zone couverte par la Réserve naturelle du TM71 comporte vingt-quatre cavités et cinq étages karstiques. Parmi ces cavités, sept entrées comportent des sédiments allogènes intrakarstiques d'intérêt permettant de couvrir entre trois et quatre étages (du plancher actuel à +110 m). Six sites se trouvant sur le territoire de la réserve ont été retenus, après visites, pour l'échantillonnage. Ces sites comportent tous des sables ou des grès, voire des galets pris dans une matrice sableuse.

### **ASAR201 : Planal de la Coste (code PC)**

Cavité visitée le 16/03/2015. Informations topographiques absentes.

Ce réseau de faible extension descend d'au moins 30 mètres depuis son porche d'entrée, ce qui en fait un site très bien écranté. Le fonctionnement de cette cavité se faisait probablement en résurgence du fait des chenaux de voûtes, des encoches caractéristiques ou encore des niches de corrosion visibles. Le point de prélèvement se trouve en fond de cavité au niveau d'une encoche partant sur la droite. Les dépôts de sables fins y sont abondants et scellés par un plancher stalagmitique d'une vingtaine de centimètres. Les structures sont absentes de ce dépôt, probablement du fait d'un mécanisme turbulent lors de la mise en place, confirmant le caractère siphonnant de cette cavité. Il est peu aisé de savoir si ces sables proviennent du Rébenty ou de l'Aude, et s'ils sont contemporains du plateau d'Espezel.

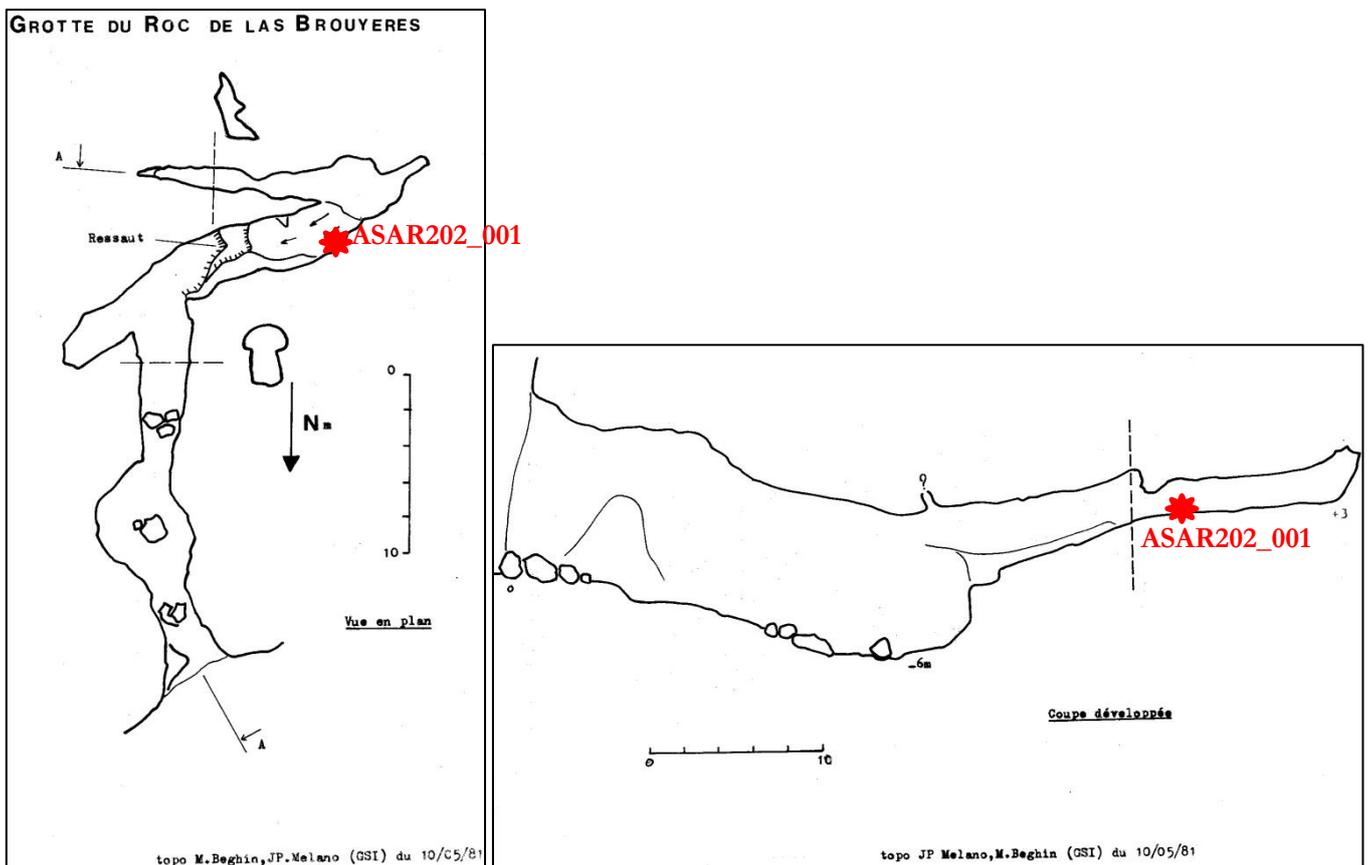


**À gauche : Galerie principale de la grotte du Planal de la Coste, montrant les importants volumes et les morphologies présentes dans la cavité (photo C. Bès). À droite : point de prélèvement d'ASAR201\_001 (PC1) parmi les sables fins à moyens de la coupe.**

### **ASAR202 : Roc des Bruyères (code RB)**

Cavité visitée le 16/03/2015

Cette cavité également de faible extension s'ouvre sur un porche assez spacieux (7 m de haut pour 4 m de large) marqué par des marmites. Les coups de gouge qui y sont relevés suggèrent un fonctionnement en perte. Deux épisodes de fonctionnement peuvent être supputés, le second correspondant probablement, d'après le surcreusement, à l'encaissement. La voûte et les coups de gouge indiquent une circulation d'eau rapide, peut-être liée à une topographie relativement plate.



**Topographies du Roc des Bruyères et localisation en coupe et en plan du point de prélèvement d'ASAR202\_001.**

### **ASAR203 : Tunnel de Quirbajou (code TQ)**

Cavité visitée le 16/03/2015

Ce site est aérien et n'a pas d'informations topographiques associées. L'affleurement ASAR203 est situé le long de la D81 reliant Pont d'Aliès/Saint-Martin-Lys (gorges de la Pierre-Lys) à Quirbajou. Il se trouve à gauche en allant vers les gorges de la Pierre-Lys, juste avant le passage d'un petit tunnel. Il s'agit de remplissages karstiques révélés par l'excavation du tunnel au début du XX<sup>ème</sup> siècle. Le site est mal écranté mais l'épaisseur de roche sus-jacente a pu être contrainte à 8 mètres.



Vue d'ensemble de l'affleurement ASAR203. La flèche rouge pointe le point de prélèvement d'ASAR203\_001 (photographie à droite).



Marmite située de l'autre côté du tunnel, sur le côté gauche de la D81 en direction des gorges de la Pierre-Lys. Des placages d'alluvions de même nature y sont également présents.

### **ASAR204 : Grotte du Clat (code CL)**

Cavité visitée le 16/03/2015. Informations topographiques absentes pour cette grotte.

Cette grotte, située à proximité du *Pas de l'Ours*, est bien connue de la population locale et a été utilisée comme bergerie. Un four à chaux est également présent au niveau du porche d'entrée. L'épaisseur de roche sus-jacente suffit à un écrantage efficace du rayonnement cosmique (> 30 m). La cavité semble avoir fonctionné en perte et comporte notamment des lapiaz de voûte. Il est difficile de savoir si le matériel provient du massif des Madres ou du Capcir, et/ou s'il a été charrié par l'Aude.

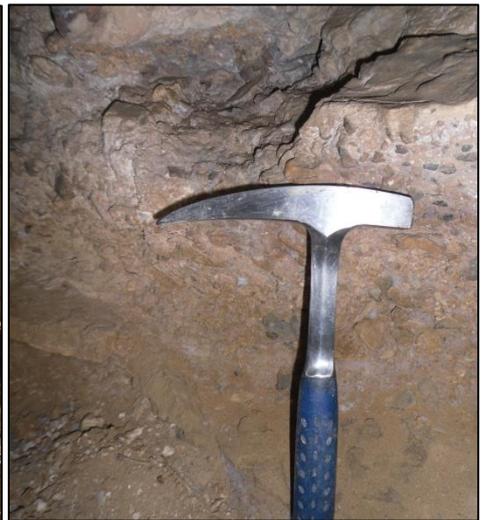
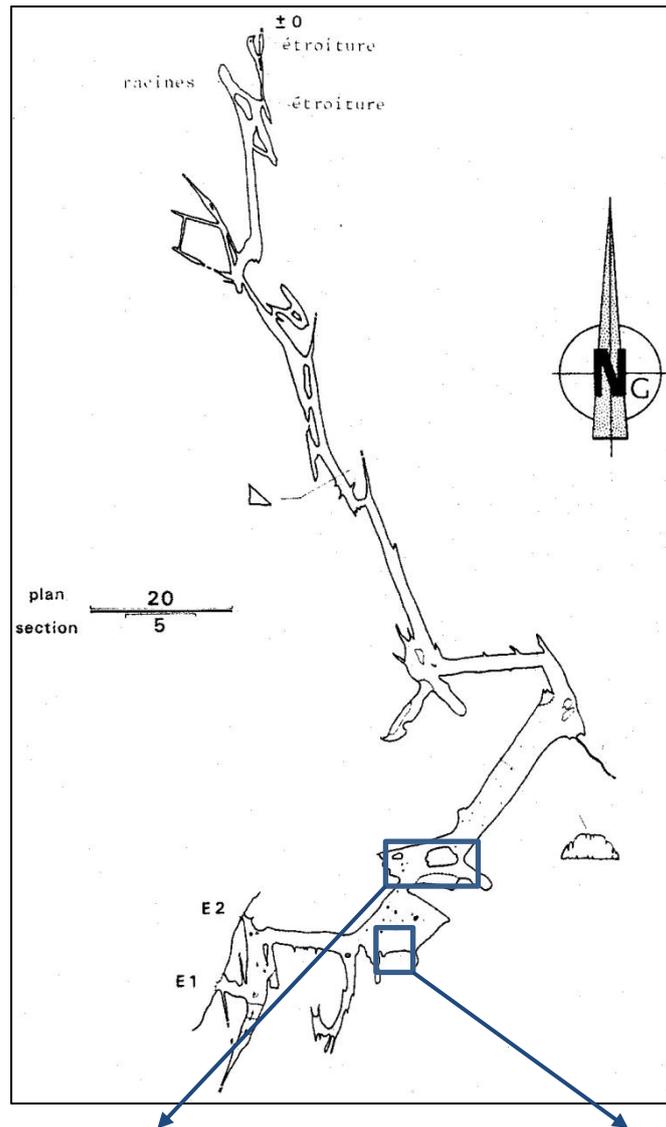


**À gauche : affleurement ASAR204, situé sur la paroi gauche de la salle principale de la cavité. À droite : détail du point de prélèvement ASAR204\_001, cette zone adjacente à la photographie précédente comportant des galets soulignant un litage (à l'instar d'altérations blanchâtres). Des lentilles sableuses sont visibles ainsi que quelques galets redressés.**

### **ASAR205 : grotte de Sabarac**

Cavité visitée le 19/03/2015.

Cette cavité comporte un conduit d'abord parallèle à la paroi, très concrétionné. Il s'agit fort probablement d'un ancien recoupement de méandre de l'Aude. Cinq mètres à peine après l'entrée, les remplissages clastiques y sont abondants. Les clastes ont des granulométries allant des graviers aux galets et sont cimentés. Il s'agit de dépôts consolidés coincés entre des planchers stalagmitiques. Les clastes sont émoussés mais le dépôt est principalement composé de brèches globalement calcaire. Le matériel détritique est trop peu abondant pour effectuer un prélèvement exploitable dans le cadre de ces travaux et il ne serait de plus que le reflet de mélanges entre des clastes provenant de l'Aude et d'autres plus locaux.



En haut : topographie de la grotte de Sabarac. La photographie de gauche illustre l'important concrétionnement dans la cavité et souligne les morphologies types lapiaz/chenaux de voûtes (photo C. Bès). La photographie de droite désigne le seul affleurement de la cavité présentant des remplissages clastiques, mais majoritairement remaniés.

### **ASAR206 : point EDF F17**

Cavité visitée le 19/03/2015.

Cette grotte a été aménagée par la firme EDF pour alimenter la centrale se trouvant à proximité. Elle comporte d'importants remplissages hétérométriques avec des granulométries allant des blocs aux sables. Les clastes sont aussi bien des calcaires que des roches du socle. Très anguleux, ils peuvent être d'origine cryoclastique.



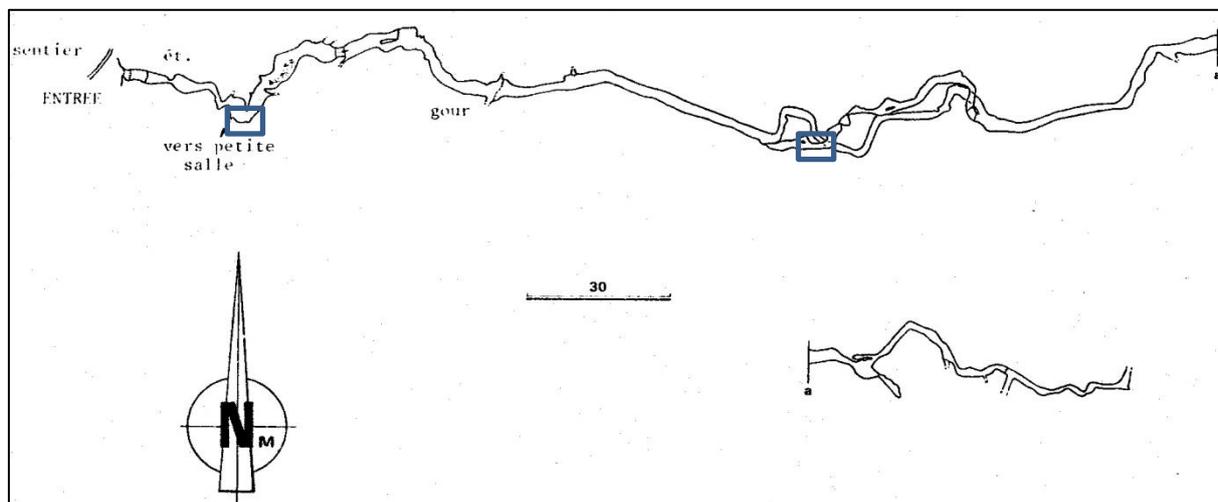
### **ASAR207 : grotte du sentier de Nentilla (échantillons NE)**

Cavité visitée le 19/03/2015.

Le site ASAR207 comporte deux petites entrées métriques au niveau du miroir de faille en paroi gauche. Il s'agit d'une conduite forcée ayant fonctionné en perte (indices : coups de gouge) d'environ 350 mètres située sur le flanc ouest du Roc Redon.

ASAR207\_001, ou NE1, correspond à des sables moyens collés sur la paroi de droite de la première petite salle. ASAR207\_002 ou NE2, éloigné d'environ 100 mètres, a été prélevé dans d'épais remplissages dont les granulométries vont des galets aux sables moyens localisés en-deçà d'un plancher stalagmitique.

Le fond de la cavité est obstrué par des concrétions et des argiles.

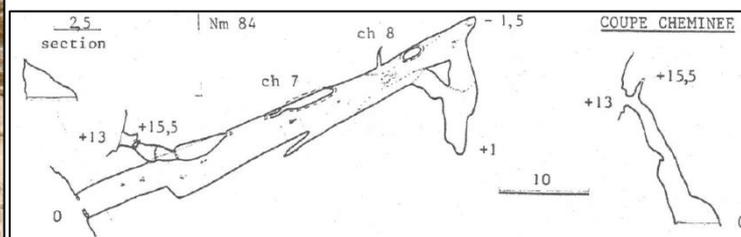


Topographie de la grotte de Nentilla (16/09/1979 par M. Font de l'ESR, club audois). Il est à noter de le plan de la cavité est partiellement à reprendre.

### ASAR208 : grotte de Bourbel

Cavité visitée le 19/03/2015.

Cette grotte ayant servi de bergerie est une belle conduite marquée par des formes d'érosion et des coups de gouge indiquant un fonctionnement en perte. Des marmites et des cheminées indiquent des remontées du niveau, probablement lors de l'aggradation de l'Aude. Les circulations semblent s'être faites majoritairement le long de fractures.



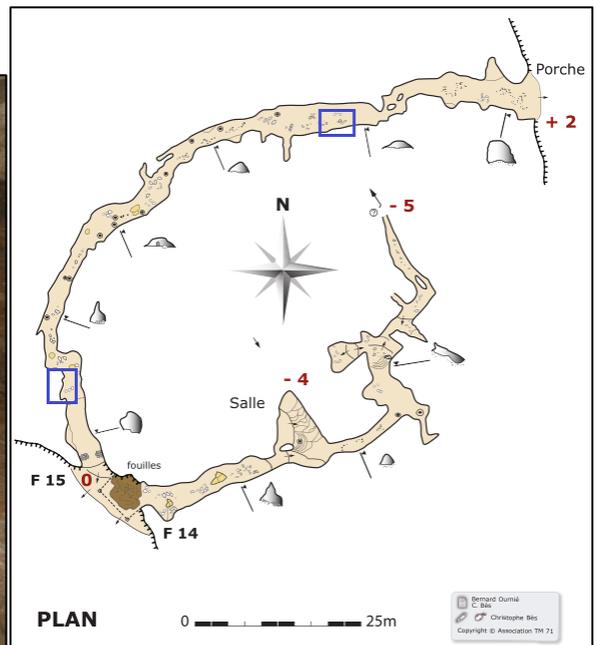
À gauche : Vue du porche d'entrée de la grotte de Bourbel, la mise en place de la conduite le long d'une importante fracture étant visible (photo C. Bès). À droite : topographie de la cavité

La cavité recèle d'importantes quantités d'argiles et de charbons remaniés, mais ne comporte pas de traces de dépôts alluviaux.

### ASAR209 : grotte des Maquisards (point F15 RN TM71, code MAQ)

Cavité visitée le 19/03/2015 et le 04/05/2015. **Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !**

Cette cavité, dans sa partie ne recelant pas d'artefacts archéologiques (contrairement à F14, abri du Roc de Dourgne), montre d'épaisses accumulations de galets/graviers quartzeux pris dans une matrice sableuse, l'ensemble étant bien consolidé (ASAR209\_002). Plus au nord, en avançant vers le second porche, des galets décimétriques et des graviers pluri-centimétriques ont été observés (ASAR209\_001).

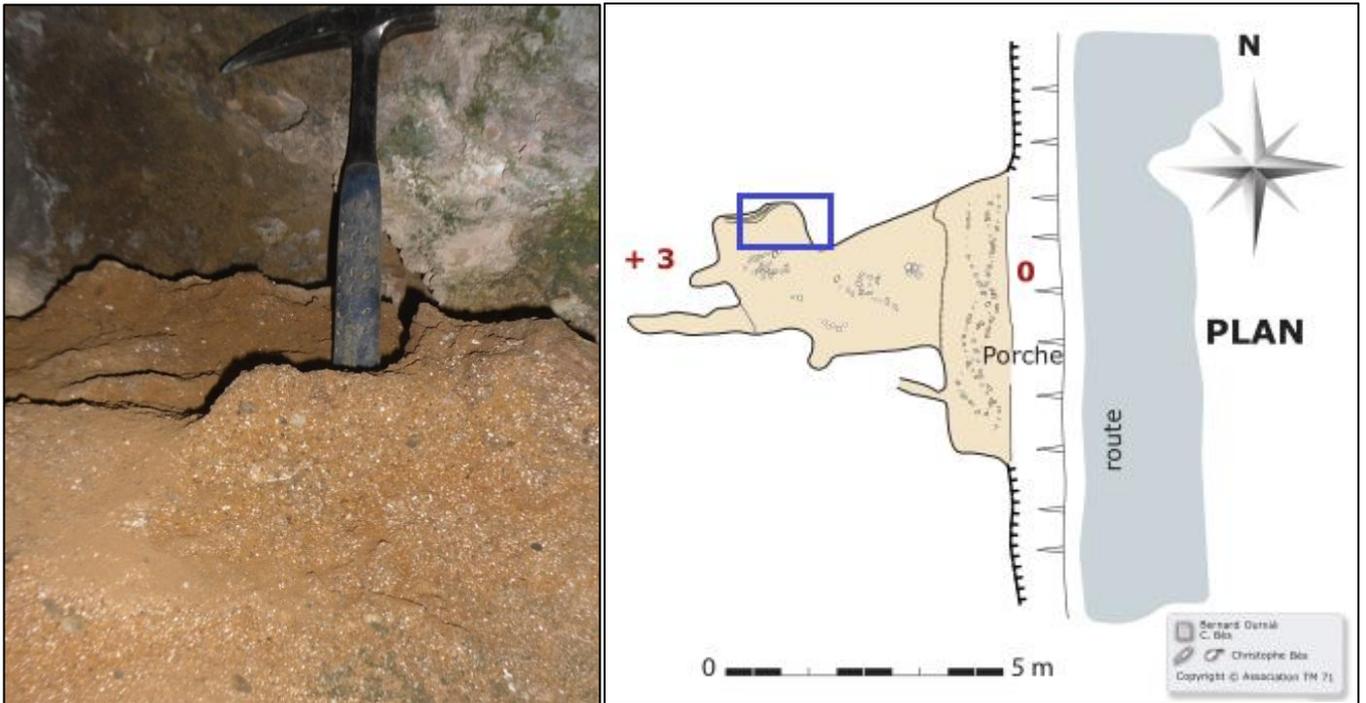


**Photographie montrant les dépôts à graviers indurés ASAR209\_002 (MAQ2), localisés par l'encadré bleu au sud du plan (Ournié & Bès, 2007). Les galets ASAR209\_001, libres dans la galerie, sont potentiellement des remaniements.**

### ASAR210 : grotte près de la D29 (point F12 RN TM71, code F12)

Cavité visitée le 19/03/2015 et le 04/05/2015. **Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !**

Cette cavité de faible extension comporte d'importantes quantités de remplissages fluviaux intrakarstiques dont les granulométries s'étendent depuis des sédiments sableux plus ou moins grossiers (avec litages au fond de la grotte) jusqu'à des blocs pluri-décimétriques. Les clastes y sont particulièrement bien roulés. Les sables ASAR2010\_001 (code F12) ont été prélevés pour les déterminations de durées d'enfouissement cosmogéniques.



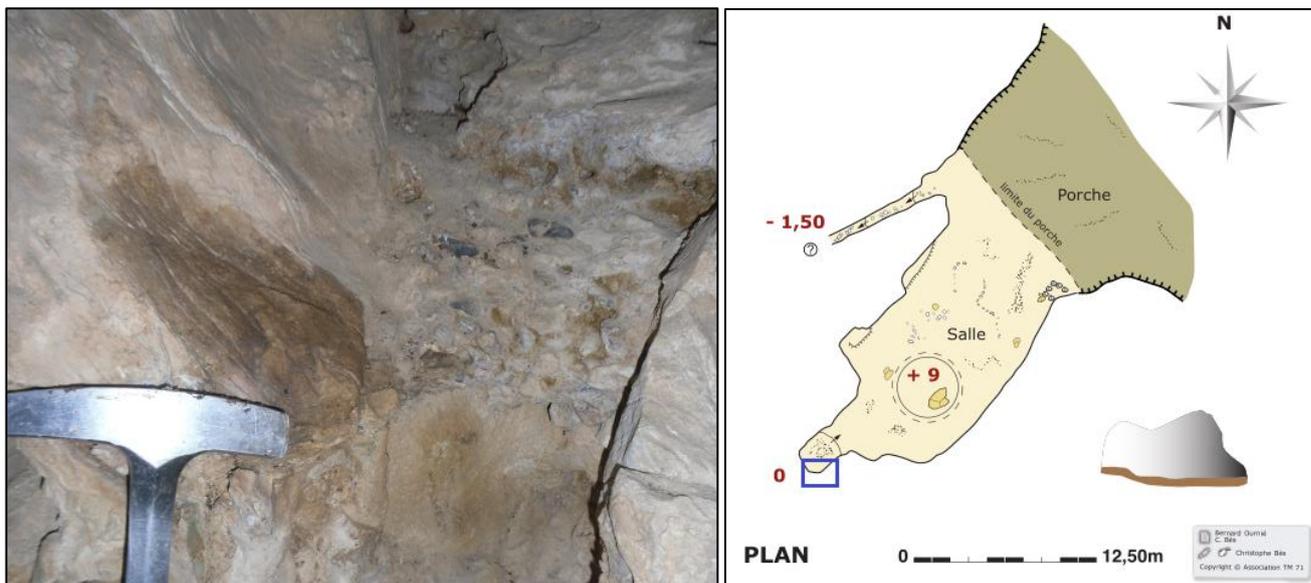
Photographie montrant les dépôts sableux grossiers non lités, et localisation du point de prélèvement sur le plan (Ournié & Bès, 2007)



Les dépôts sont également visibles à l'extérieur de la petite cavité, avec des blocs roulés décimétriques.

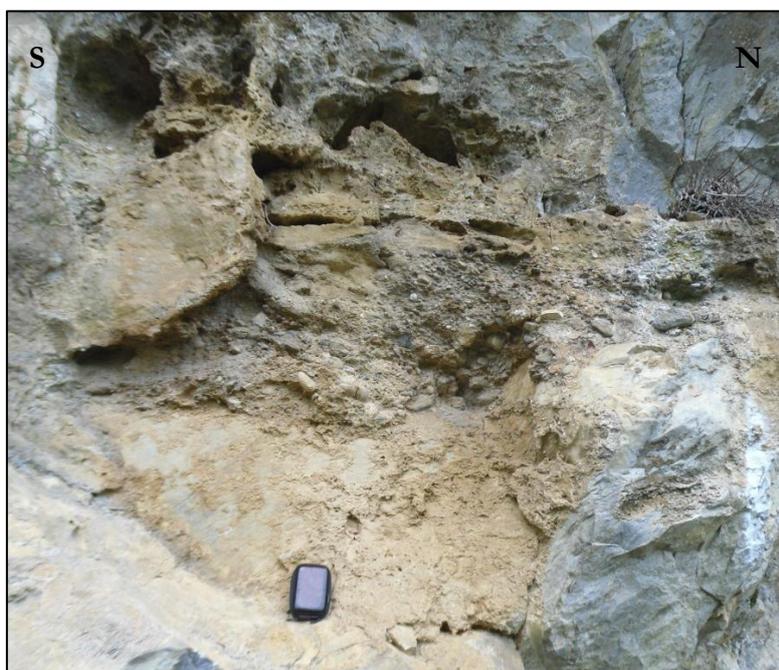
ASAR211 : grotte des Bergers (point F8 RN TM71, code BER)

Cavité visitée le 19/03/2015 et le 04/05/2015. Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !



**Photographie désignant les dépôts à graviers échantillonnés ASAR211\_001 (ou BER1) avec leur localisation sur le plan (Ournié & Bès, 2007)**

Cette grotte, peu profonde, comporte un grand porche et un puits au « centre » de la cavité, reliquat du fonctionnement épinoyé. Au fond de la salle se trouvent des graviers centimétriques quartzo-schisteux pris dans une gangue de sables fins.



**Alluvions visibles à l'extérieur de la grotte des Bergers, le long de la D29 montant à Fontanès-de-Sault (gauche de la route).**



**En longeant la route d'une quinzaine de mètres, un reliquat de terrasse alluviale perchée (encadré noir) est encore visible.**

#### **ASAR212 : grotte du Pla Cribaillet (code CRI)**

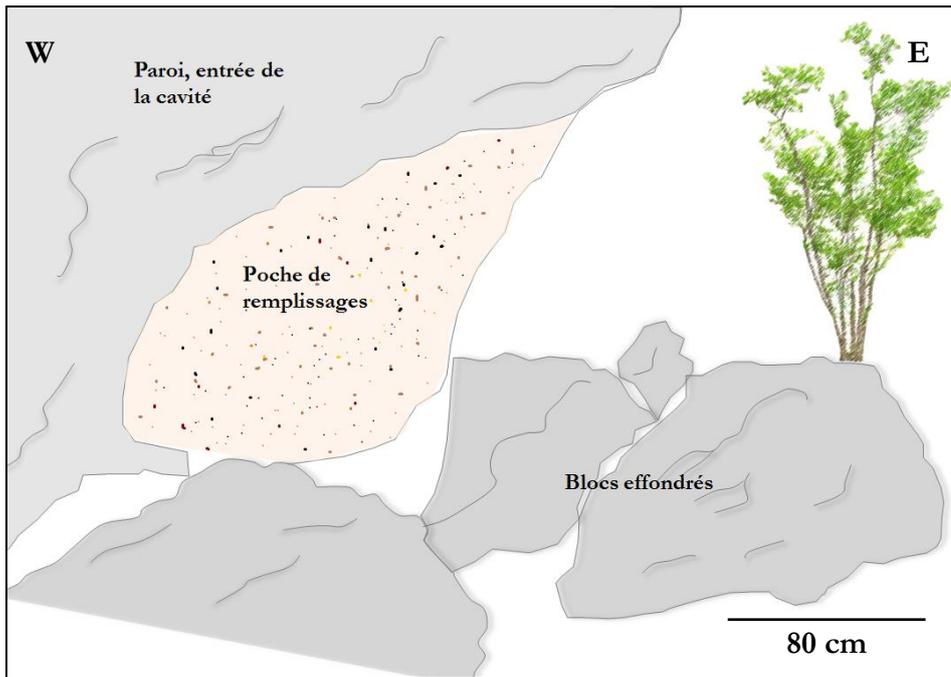
Cavité visitée le 29/03/2015.

Cette cavité comporte des indices de fonctionnement en régime épiphréatique, des cupules étant visibles vers l'entrée de la cavité. Le remplissage, en place à ce niveau et directement corrélable avec la phase épinoyée, a été prélevé (échantillon ASAR212\_001 ou CRI1). Au lieu de prélèvement, l'épaisseur de matériel surjacent est d'une dizaine de mètres. La cavité se trouve environ 20 mètres au-dessus de l'ancien lit et le niveau épiphréatique se trouve 5 mètres sous l'entrée.

#### **ASAR213 : grotte des Taichous (code TA)**

Cavité visitée le 29/03/2015.

Cette cavité bénéficiant d'une épaisseur de matériel surjacent assurant un écrantage très efficace surplombe le col de Saint-Louis. Les indices de fonctionnement en régime noyé ou épinoyé sont peu évidents. Toutefois, une poche de remplissages alluviaux se trouvant au niveau de l'entrée a été échantillonnée (ASAR213\_001 ou TA1).



Affleurement ASAR213, à gauche de la route en terre partant de la D109 pour rallier le *Col des Cerises*, et traversant la forêt domaniale des Fanges. Le site est bien écranté du rayonnement cosmique malgré sa proximité à la route.

#### ASAR214 : grotte du Déserteur (point F10 RN TM71, code DES)

Cavité visitée le 30/03/2015. Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !



Photographie montrant les dépôts à galets pluri-centimétriques à décimétriques d'intérêt (photo C. Bès), et localisation de la photographie sur le plan (Ournié & Bès, 2007)

La cavité recèle de nombreux indices du passage d'une paléo-Aude, notamment de nombreuses cupules en paroi. L'épaisseur de matériel surjacent d'environ 10 m au niveau du porche atteint environ 25 m au-dessus du point de prélèvement. Cette grotte comporte en

abondance des galets quartzeux centimétriques à décimétriques pris dans une matrice détritique sableuse micacée (ASAR214\_001 ou DES1), aussi bien en voûte que dans les deux diverticules de la cavité.

Il est à noter que le restant de terrasse accroché à flanc de paroi (voir site ASAR211) se trouve à la même altitude que le porche de la grotte du Déserteur.

### **ASAR215 : grotte du Calvaire (point F7 RN TM71)**

Cavité visitée le 30/03/2015. **Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !**



**Galerie principale de la grotte du Calvaire (photo C. Bès). Les remplissages au sol sont des remaniements.**

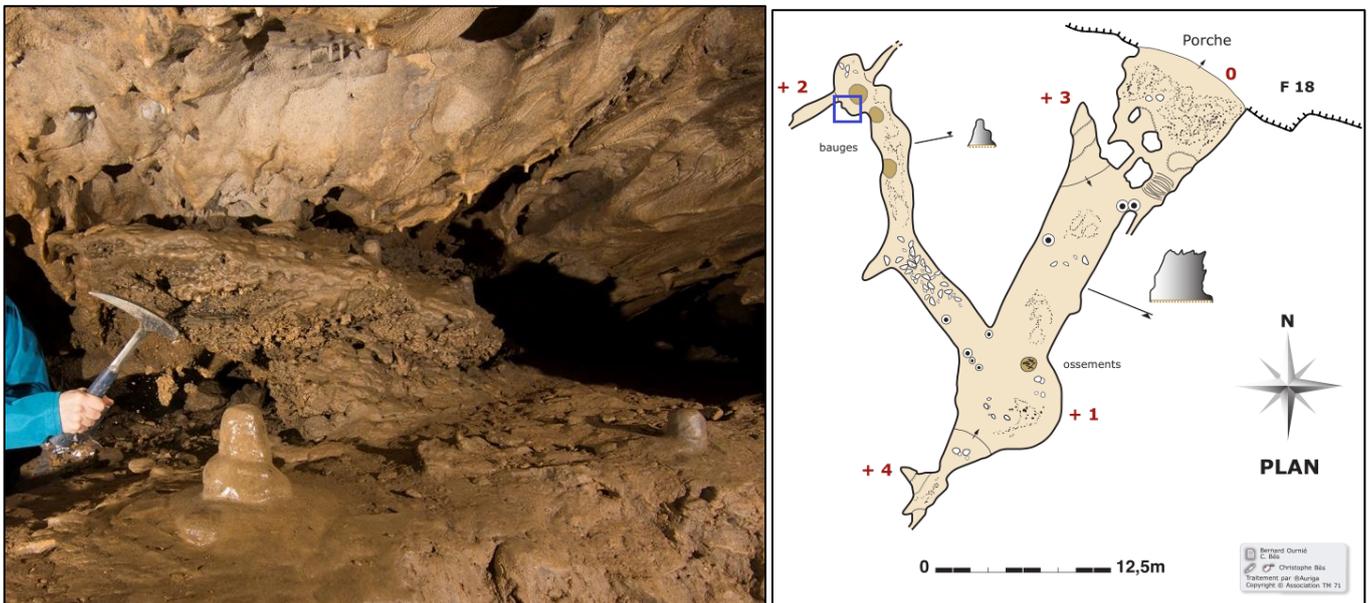
Cette cavité est une galerie remontante comportant de nombreux remplissages. Les coups de gouge indiquent un fonctionnement en résurgence, au contraire des autres cavités visitées. De petites marmites verticales sont visibles en paroi gauche.

Les remplissages comportent des clastes siliceux, mais ne sont pas caractéristiques de dépôts alluviaux.

### ASAR216 : Grotte 1 du ruisseau des Escaliers (point F18 RN TM71, code ESC)

Cavité visitée le 30/03/2015. Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !

La grotte comporte un porche triangulaire (creusement le long d'une diaclase) de 8 mètres de large pour 3 mètres de haut environ. Cette cavité située à proximité d'un petit drain au fonctionnement intermittent recèle des graviers roulés calcifiés centimétriques pris dans une gangue constituée de sables fins à moyens relativement meuble. Les remplissages y sont présents en quantité et ce dès l'entrée, où ils sont demeurés accrochés aux parois de l'imposant porche triangulaire. Le prélèvement de l'échantillon ASAR216\_001 (ou ESC1) a été effectué au fond d'une galerie adjacente, au-dessus d'une bauge d'ours.



Photographie montrant les sédiments sableux et graveleux ASAR216\_001 (photo C. Bès), et localisation de la photographie sur le plan (Ournié & Bès, 2007)

### ASAR217 : grotte des Coumes (point F17 RN TM71)

Cavité visitée le 30/03/2015. Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !

La grotte des Coumes est une belle galerie horizontale de 2-3 mètres de hauteur et de 7-8 mètres de largeur à l'entrée. Il s'agit probablement d'une ancienne conduite forcée dont les lapiaz de voûte et un niveau de banquettes inférieure demeurent. Des cupules sont également visibles en voûte. Les remplissages remaniés y sont nombreux, certains scellant des charbons très bien conservés. Certains des remplissages sont détritiques mais ne comportent pas de clastes roulés,

les faciès n'étant d'ailleurs pas caractéristiques de dépôts alluviaux. La salle du fond recèle des remplissages argileux rouges. Des laminations y sont visibles. Ces argiles de décantation se sont donc déposées en milieu calme, signifiant peut-être que cette salle était loin de la perte.



**Chenal principal de la grotte des Coumes. Des cupules sont visibles en voûte ainsi que des lapiaz à gauche du personnage (photo C. Bès). Les remplissages au sol sont des remaniements.**

#### **ASAR218 : grotte du Faiseur de Rêves**

Cavité visitée le 16/04/2015.

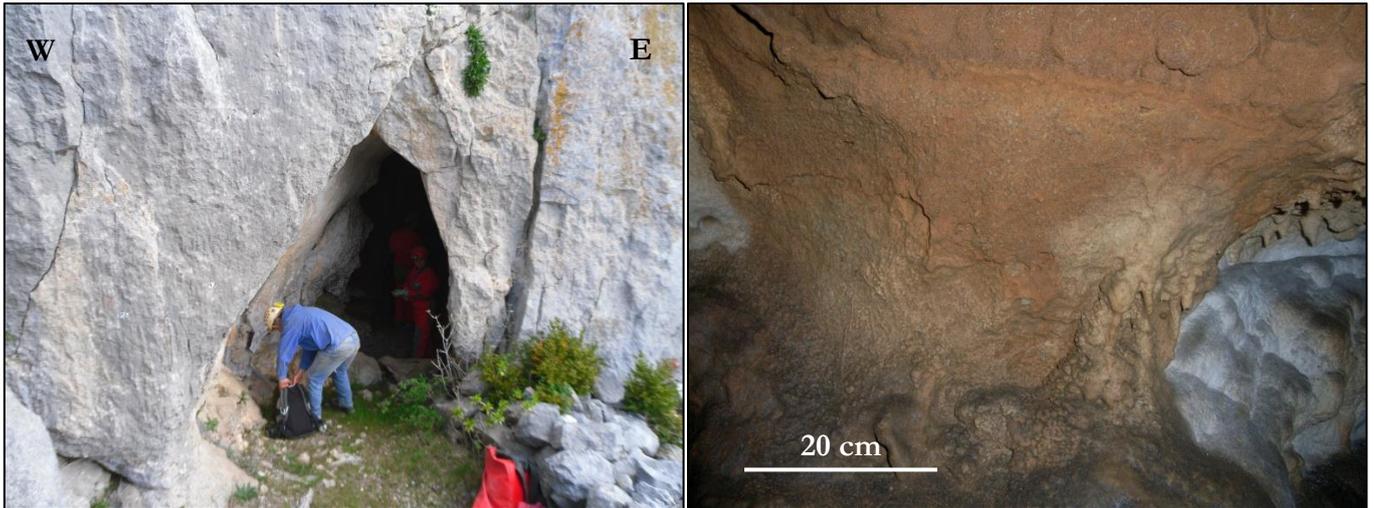
Cette cavité comporte de nombreux indices de fonctionnement en résurgence. Des marmites sont visibles dans la salle inférieure et la cavité est très concrétionnée. La salle inférieure ne recèle pas de remplissages alluviaux. Certains remplissages auraient été vus en contrebas, après le passage d'une succession de puits non équipés.

#### **ASAR219 : grotte de la Dalle**

Cavité visitée le 16/04/2015.

Cette grotte comportant un porche triangulaire est surmontée par d'environ 25 mètres de calcaires. La galerie principale remonte légèrement vers une salle, avec un puits à droite et une étroiture sur la gauche. Des figures caractéristiques d'un fonctionnement en conduite forcée (encoches et morphologies en voûte) sont visibles dans la galerie principale.

Au fond de l'étroiture se trouvent des dépôts sableux ayant donné lieu au prélèvement ASAR219\_001. Un galet de quartzite, ASAR219\_002, a également été récolté.



À gauche : porche d'entrée de la grotte de la Dalle, au flanc de *la Gorbelhe*. La cavité surplombe le *Château des Maures*. À droite : photographie des dépôts sableux plaqués en paroi (photo B. Ournié).

#### **ASAR220 : Souffleur du Dôme**

Cavité visitée le 16/04/2015

Cette cavité comporte de nombreuses étroitures à franchir avant d'accéder à une grande salle. Les flux d'air sont abondants, la cavité étant peut-être connectée au Cthulhu Démoniaque.

La salle principale recèle de nombreuses argiles litées, indiquant un milieu de dépôt plutôt calme. Il s'agissait probablement d'un ancien lac dont les paléo-niveaux sont encore visibles en paroi. Les argiles proviendraient alors de la décantation dans ce milieu lacustre.

#### **ASAR221 : Grotte de l'Aguzou**

Cavité visitée le 22/04/2015.

Cette grotte s'est creusée le long d'une grande faille de direction NW-SE, suivie par les principaux boyaux. La visite s'effectue sous la houlette de Monsieur Philippe Moreno, conservateur de la Réserve naturelle du TM71, la cavité étant privée.

Cette cavité de fort développement recèle de nombreux indices de circulations en régime noyé et ou épinoyé, et le cheminement des boyaux parallèlement à l'Aude laisse présager qu'il s'agissait d'un de ses cheminements souterrains.

Les prélèvements ont été effectués :

- dans la galerie des Fleurs, à l'altitude du porche d'entrée. Il s'agit d'une belle conduite forcée très concrétionnée. Les coups de gouge centimétriques indiquent des courants rapides. Des lapiaz de voûte sont visibles au fond de cette galerie.

Les remplissages devaient être relativement épais, les grands blocs qui y sont tombés (soutirage ?) étant surmontés de sables et des graviers. Afin de procéder à des tests méthodologiques, les prélèvements sont effectués à la fois pour la détermination des concentrations en nucléides cosmogéniques et pour des analyses RPE ;

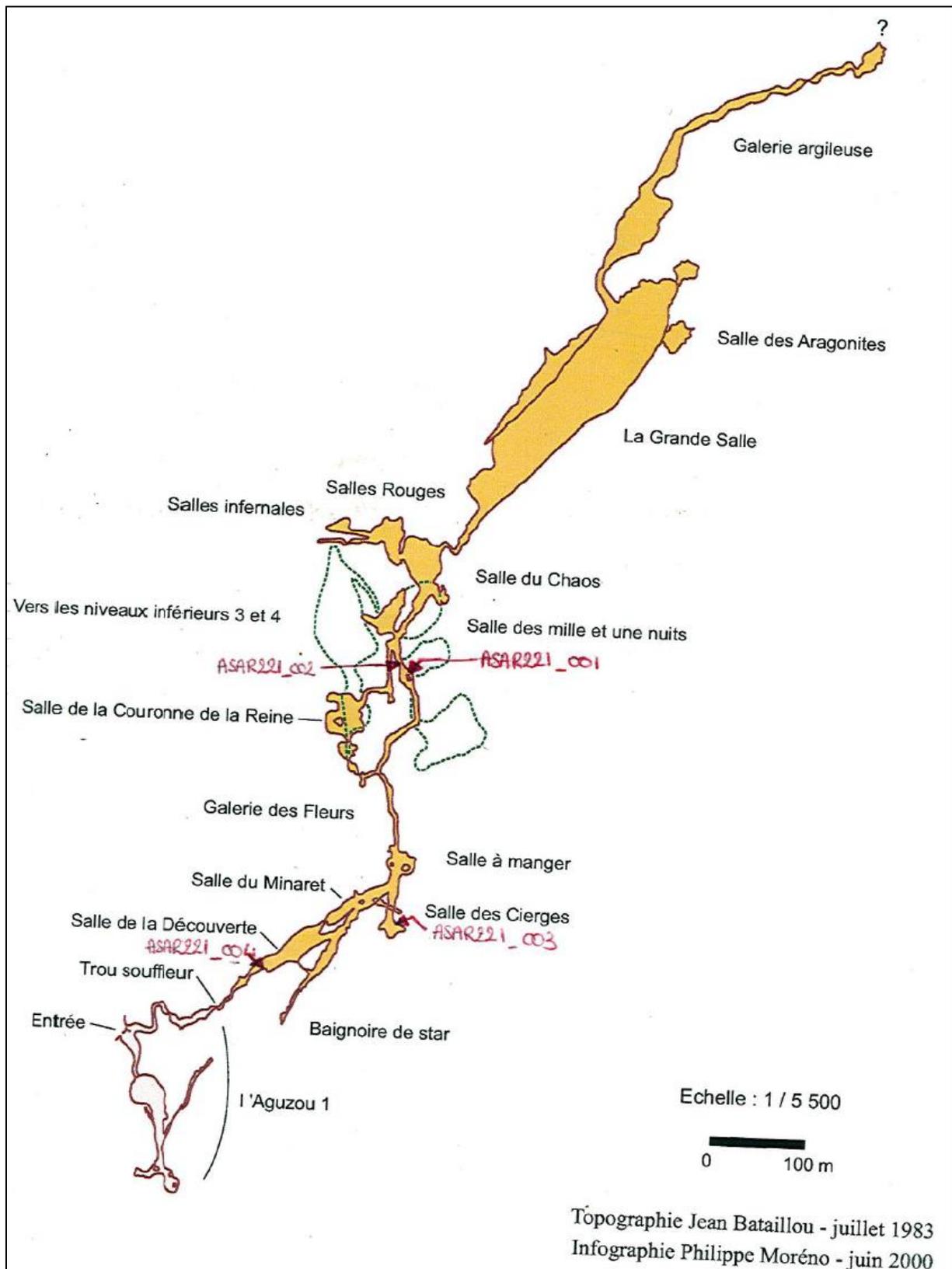


**Prélèvement « mixte » RPE – cosmogéniques d'ASAR221\_001 (AG1), sables alluviaux piégés sous un plancher stalagmitique, dans la galerie des Fleurs de la grotte de l'Aguzou (le 22/04/2015, photo P. Moreno).**

- dans la Salle à Manger. Les graviers très abondants sont bien roulés et correspondent à un niveau de banquette. Il s'agit du prélèvement ASAR221\_002 (AG2) ;
- dans la galerie des Cierges qui constituait probablement un diverticule au regard du courant principal. En termes d'altitude, ce diverticule se situe au même niveau que les prélèvements précédents. La granulométrie globale y est plus fine que dans la galerie des Fleurs et des alternances entre sables et argiles sont notables entre les différentes générations de plancher stalagmitique. L'épaisseur de dépôts est pluri-métrique. Afin de procéder à des tests méthodologiques, le prélèvement ASAR221\_003 (AG3) a été effectué à la fois pour la détermination des concentrations en nucléides cosmogéniques et pour des analyses RPE ;
- dans la salle de la Découverte, là encore au même niveau en termes d'altitude. Des sables grossiers et des graviers centimétriques y ont été prélevés (ASAR221\_004 ou AG4) sous un plancher très concrétionné.



**Prélèvement « mixte » RPE – nucléides cosmogéniques d'ASAR221\_003 (AG3), sables alluviaux piégés sous un plancher stalagmitique, dans la galerie des Cierges de la grotte de l'Aguzou (le 22/04/2015, photo P. Moreno).**



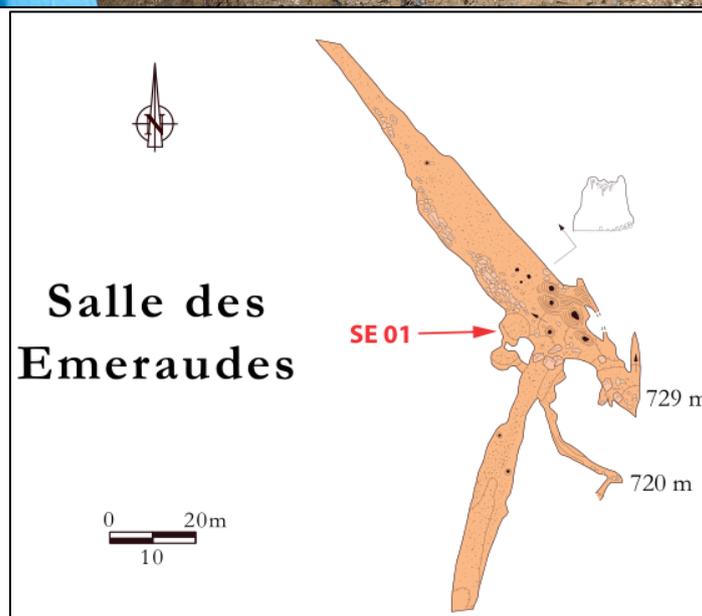
Topographie de la grotte de l'Aguzou, ASAR221. L'emplacement des sites de prélèvement est notifié en rouge. La cavité a été visitée jusqu'à la Grande Salle.

## ASAR222 : Grotte du TM71 (F5-F6)

Cavité soumise au régime de la RN TM71, visites et prélèvements réglementés !

La visite réalisée le 4 mai 2015 en présence de Mme Christine Rochat (DREAL Montpellier), nous a permis de repérer trois points potentiels d'échantillonnage. L'échantillonnage a été réalisé le 31/05/2016. La cavité, de grande importance méthodologique, est décrite en détail au sein du chapitre 7.

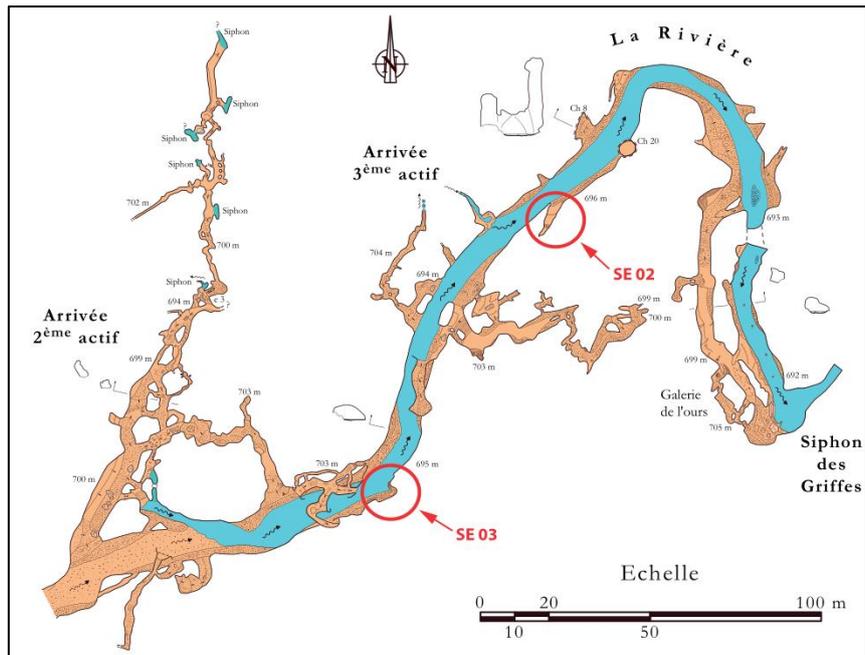
Le premier point de prélèvement, nommé SE01, se trouve au niveau de la salle des Emeraudes. La salle comporte d'épais remplissages détritiques dont les granulométries vont des sables aux galets. De nombreux ossements ont été découverts sur ces dépôts (ours des cavernes, bouquetin), et des datations par racémisation des acides aminés ont été effectuées (Rivals, 2009), révélant des âges d'environ 44000 ans.



En haut : sédiments détritiques ASAR222\_001 au point SE01 (ph. P. Moreno). Le prélèvement effectué dans une lentille sableuse concerne aussi bien les nucléides cosmogéniques, que les méthodes dosimétriques (OSL + RPE). En bas : localisation de la photographie sur le plan (Ournié & Bès, 2007)

Les points SE02 et SE03 concernent des sables en cours de dépôt ou récemment déposés. Ces sables détritiques meubles sont particulièrement bien adaptés aussi bien à la vérification du postulat de base de la méthode RPE qu'à des tests relatifs à la méthode OSL.



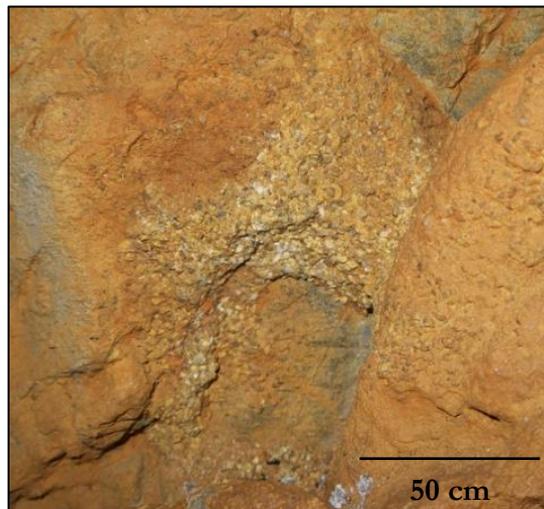


En haut : sédiments détritiques ASAR222\_002 au point SE02 (ph. P. Moreno). Au milieu : sédiments détritiques ASAR222\_003 et ASAR222\_003b au point SE03 (ph. P. Moreno). En bas : localisation de la photographie sur le plan (Ournié & Bès, 2007).

### ASAR223 : grotte du Grelot (code GR)

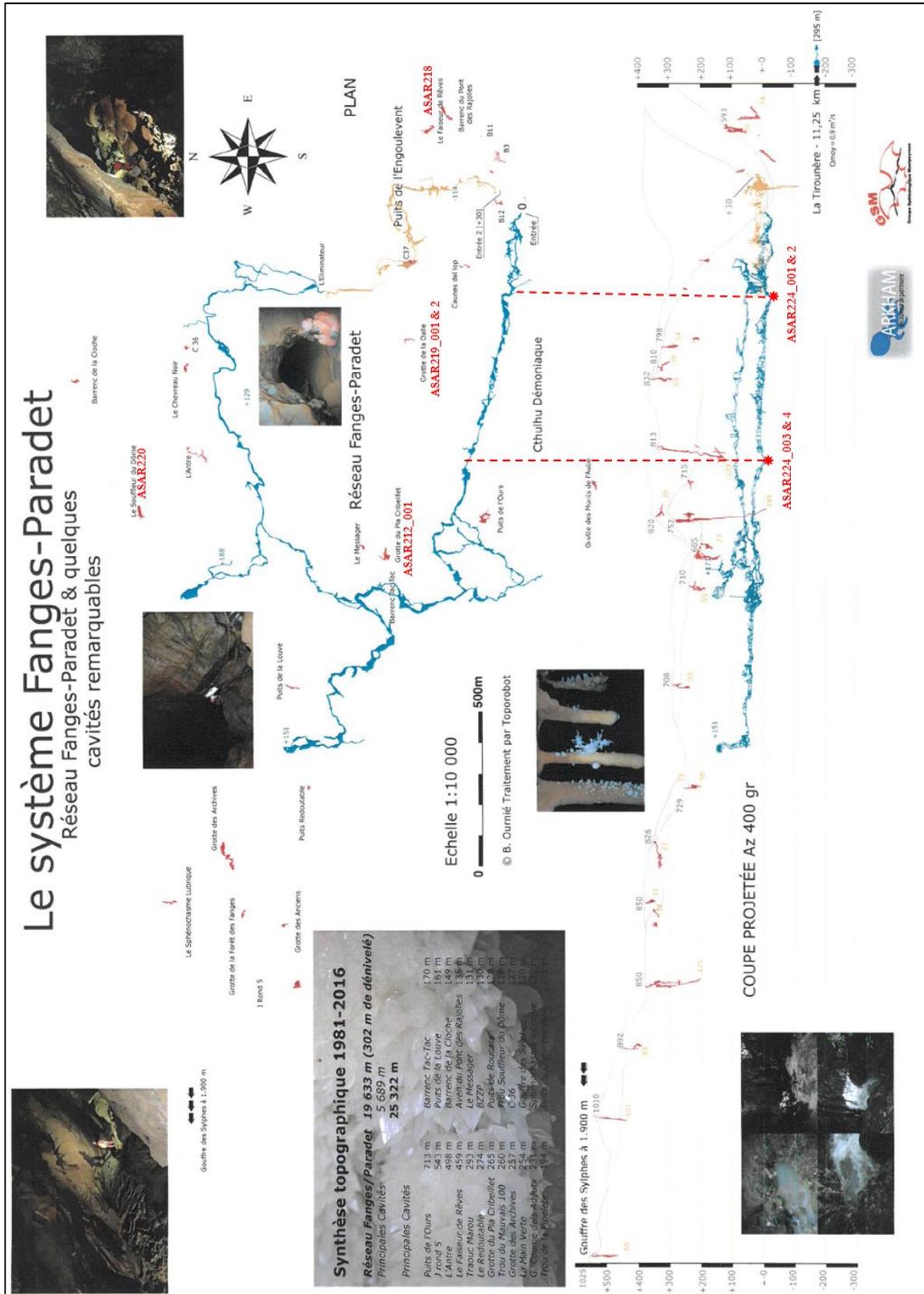
Cavité visitée le 31/05/2015.

Cette cavité de faible développement au-dessus de laquelle l'épaisseur de matériel surjacent est d'environ 12 m, comporte des formes de dissolution de type cannelures dès l'entrée. Un méandre se trouve également à proximité de l'entrée. Malgré l'absence d'autres morphologies marquantes, il est possible de supputer un fonctionnement en perte.



Remplissages gréseux plaqués en paroi : ASAR223\_001 (GR1).

La cavité comporte des remplissages gréseux abondants s'étant probablement mis en place lors de plusieurs phases successives.



Topographies des cavités du réseau Fanges-Paradet par l'association Arkham

### **ASAR224 : Cthulhu Démoniaque (code CD)**

Cavité visitée le 31/05/2015.

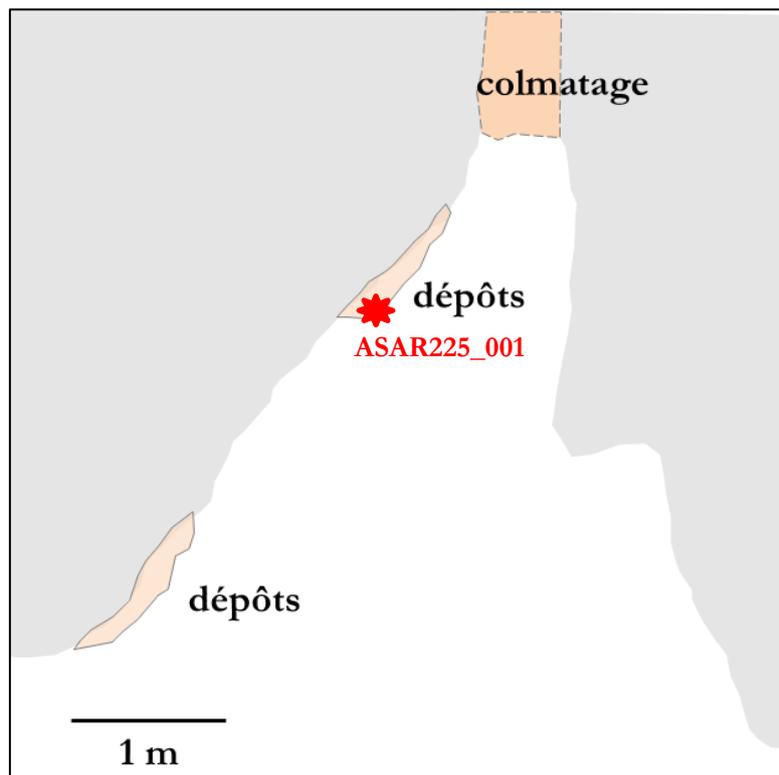
Du fait de son importance méthodologique, cette cavité et les prélèvements qui y ont été effectués sont extensivement décrits dans le chapitre de synthèse.

### **ASAR225 : MD1 (code MD1)**

Cavité visitée le 09/06/2015

Cette cavité de faible extension comporte des lambeaux de remplissages alluviaux sableux avec des passées graveleuses locales. L'ouverture du porche est inclinée d'environ 15° et l'épaisseur de matériel surjacent est d'une vingtaine de mètres. Des coups de gouge indiquent un fonctionnement en perte. Des formes de dissolution sont présentes.

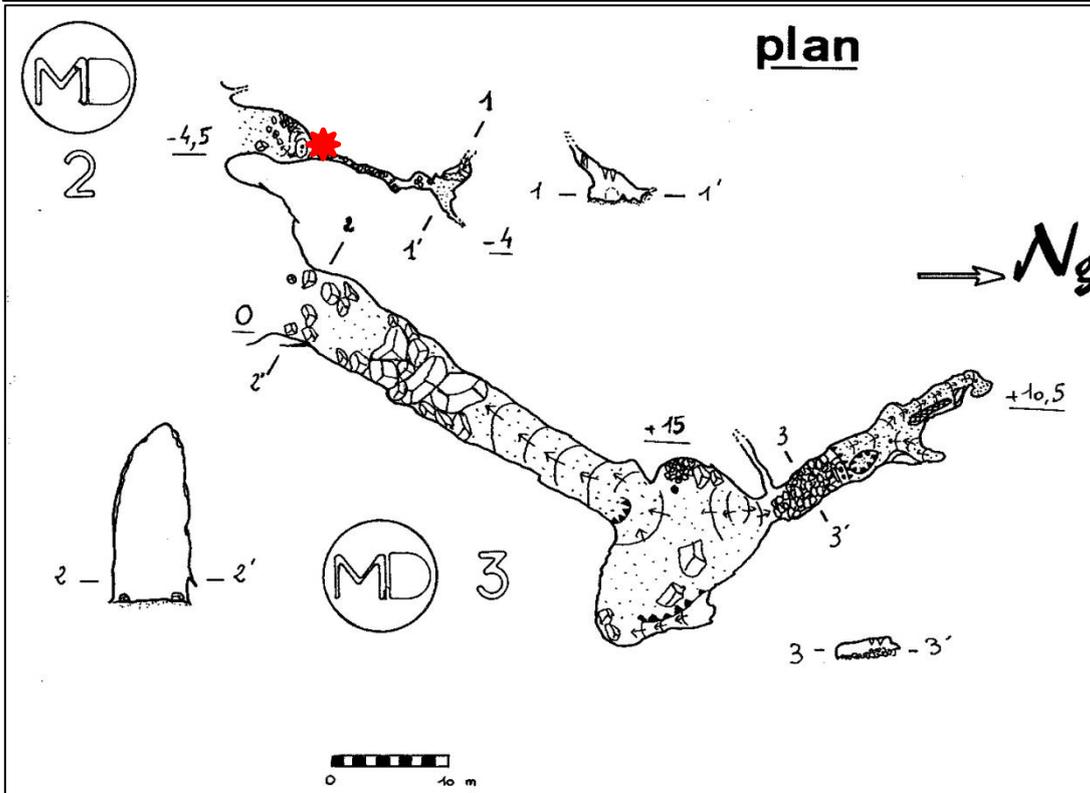
Les plaquages d'alluvions semblaient combler la cavité. Les granulométries grossières sont absentes malgré la relative proximité à l'Aude, indiquant potentiellement un débouillage ou bien un fort recul de paroi. Les sables ASAR225\_001 prélevés proviennent potentiellement d'anciens remous.



Dessin schématique vue de dessus de la cavité ASAR225 et point de prélèvement d'ASAR225\_001 (en rouge)

ASAR226 : MD2 (code MD2)

Cavité visitée le 09/06/2015.



En haut : vue de la conduite principale de la cavité MD2 (photo C. Bès). L'affleurement ASAR226 est désigné par la flèche rouge. En bas : plan de la cavité MD2, au développement parallèle à la

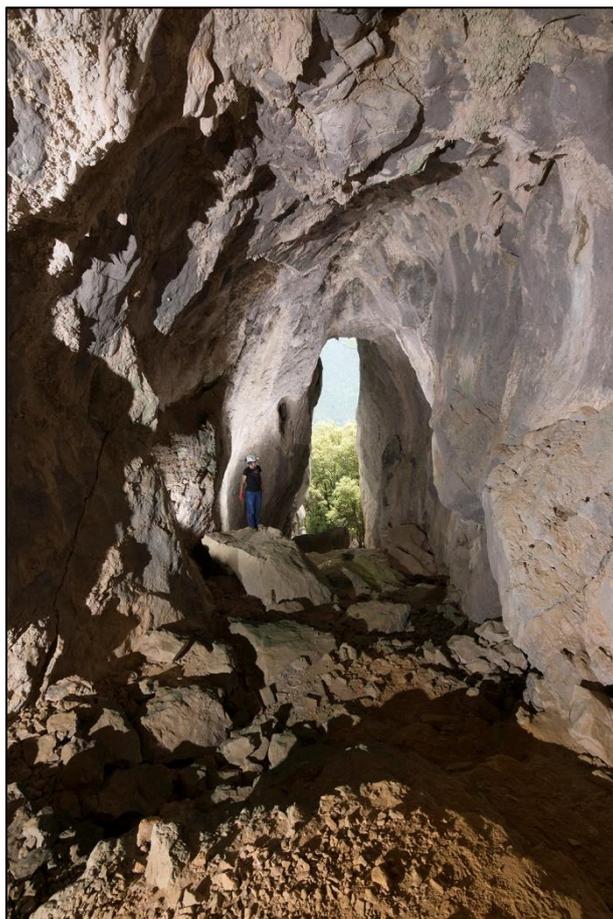
**grotte des Trois Simples MD3. Le point de prélèvement d'ASAR226\_001 est désigné par l'étoile rouge.**

La cavité MD2 est une belle conduite forcée avec des formes de corrosion et des lapiaz de voûte. L'épaisseur de matériel surjacent est supérieure à 30 m. Des reliquats de remplissages sont plaqués sur la paroi gauche et sur le pendant de voûte central. Ces plaquages sont bien consolidés et rubéfiés. La granulométrie est grossière et les alluvions prélevées au site ASAR226\_001 (nommé MD2) sont semblables à ceux prélevés au Tunnel de Quirbajou.

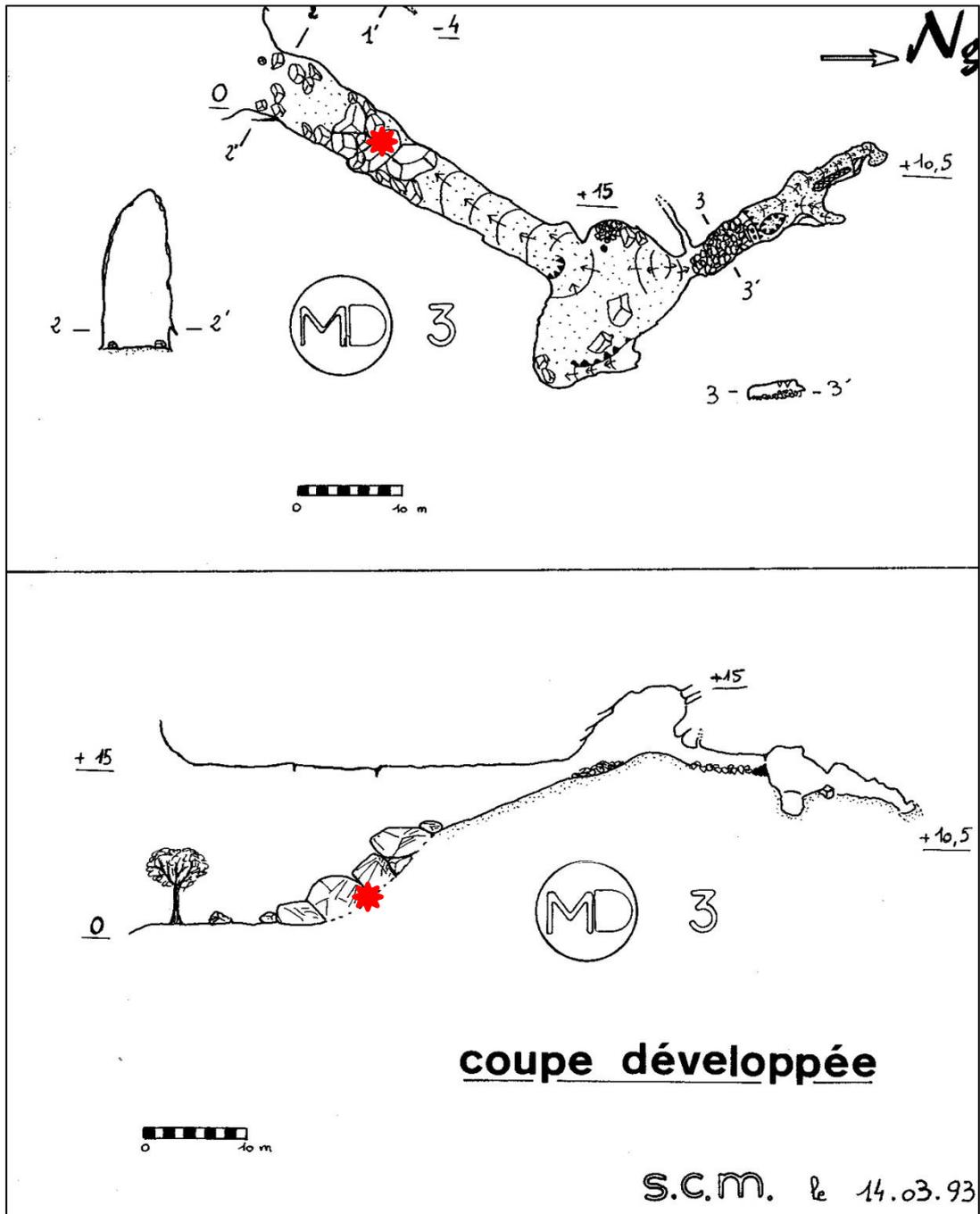
### **ASAR227 : grotte des Trois Simples (code MD3)**

Cavité visitée le 09/06/2015.

La grotte des Trois Simples se trouve ~15 m au-dessus de la cavité MD2. Similairement, l'épaisseur de matériel surjacent est supérieure à 30 m. Toutefois, l'ouverture du porche haute d'une vingtaine de mètres impose de quantifier sur la zone impactée la production de nucléides cosmogéniques induite par le rayonnement cosmique pénétrant à travers un angle d'ouverture horizontal de 20° et un angle d'ouverture vertical de 45°.



**Vue du porche d'entrée depuis la salle principale. L'échantillon prélevé, ASAR227\_001, se trouve en contrebas de ce ressaut topographique. Les formes de corrosion sont présentes en paroi gauche (à droite sur la photo.) Photo C. Bès.**



Topographie effectuée par le Spéléo-Club Minervois en 1993 désignant le point de prélèvement d'ASAR227\_001 (étoiles rouges).

Les coups de gouge tout comme des formes de corrosion et des traces de marmites omniprésents en paroi indiquent un fonctionnement en régime noyé. Les éboulis présents à l'entrée sont également marqués par ces formes et sont pris dans des sédiments sablo-limoneux. Des sables moyens en partie protégés du rayonnement cosmique par les blocs effondrés ont été prélevés entre ces blocs d'entrée (ASAR227\_001 ou MD3).

Au-delà de la zone d'éboulis, seules des argiles de décantation sont abondamment présentes. L'extrémité de la galerie est semblable à la voûte d'un siphon.

### **ASAR228 : grotte des Fées (code FEES)**

Cet échantillon de cette cavité se trouvant sous le plateau d'Espezel nous a été fourni par Bernard Monod. .



### **Références bibliographiques**

Ournié, B., Bès, C. & Association ARKHAM. **2007**. Inventaire autres cavités Réserve Naturelle grotte du TM71. Compte-rendu des travaux. 18 pp.

Rivals, F. **2009**. Rapport sur l'expertise paléontologique de la grotte du TM 71. 25 pp.