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

Soutenue le 8 décembre 2017 devant le jury composé de :

M. Marc CALVET, Professeur, Université de Perpignan Via Domitia	Co-directeur de thèse
M. Didier L. BOURLÈS, Professeur, Université d'Aix-Marseille	Co-directeur de thèse
M. Philippe AUDRA, MCF HDR, Université de Nice Sophia Antipolis	Rapporteur
M. François GUILLOCHEAU, Professeur, Géosciences Rennes	Rapporteur
M. Vincent REGARD, MCF HDR, Géosciences Environnement Toulouse	Examinateur
M. Jean-Jacques BAHAIN, Professeur, Histoire Naturelle de l'Homme Préhistorique	Examinateur
M. Philippe VERNANT, Chargé de recherches, Géosciences Montpellier	Examinateur
Mme Hélène TISSOUX, Ingénieur-chercheur, BRGM Orléans	Examinatrice
M. Régis BRAUCHER, Chargé de recherches, CEREGE Aix-en-Provence	Examinateur
M. Stéphane JAILLET, Ingénieur de recherches, EDYTEM	Invité
M. Pierre-Henri BLARD, Chargé de recherches, CRPG Nancy	Invité

Résumé

Les Pyrénées ne sont pas considérées comme une chaîne active malgré certaines évidences néotectoniques et la microsismicité. Toutefois, des travaux récents ont montré que la chaine n'avait probablement jamais atteint un état stationnaire. Or, le soulèvement tectonique des chaînes de montagnes actives contrôle a priori les rythmes et les taux d'incision des vallées fluviales, lesquels sont à leur tour modulés par les changements climatiques répétés du Quaternaire. Une option pour contraindre les mouvements verticaux à long terme est de quantifier les taux d'incision par le biais de marqueurs géométriques passifs du soulèvement tels que les terrasses alluviales. Mais, selon les contextes, il n'est pas toujours possible de contraindre le soulèvement à partir de tels marqueurs. Les réseaux karstiques constituent une alternative du fait de la possibilité de déterminer la durée d'enfouissement d'alluvions fluviatiles produits dans la partie amont des bassins versants et piégés lors de leur traversée des chaînons calcaires périphériques à partir de la concentration en nucléides cosmogéniques produits *in situ* dans leur fraction quartzeuse. En effet, au fur et à mesure de l'encaissement de la vallée, différentes générations de conduits épinoyés horizontaux se mettent en place, les réseaux plus récents se formant en-dessous des générations précédentes. Ces galeries étagées enregistrent les paléo-altitudes des paléo-niveaux de base locaux. Ainsi, dès lors qu'elles piègent des alluvions fluviatiles, les galeries épinoyées sont assimilables à des niveaux de terrasses alluviales.

Nous avons déterminé les durées d'enfouissement de sédiments détritiques dans 61 cavités des vallées de la Têt, de l'Ariège, de l'Aude et de l'Agly, *via* les méthodes ^{26}Al /^{10}Be et ^{10}Be/^{21}Ne, en sus d'observations morphologiques (développement des réseaux, analyse des étagements). Ces vallées offrent des étagements conséquents et les fleuves qui les parcourent sont connectés à des niveaux de base distincts (façades Atlantique et Méditerranéenne). Les résultats préliminaires sur ces vallées nous permettent de documenter des incisions du Miocène ancien (~16-13 Ma) jusqu'à l'actuel avec des influences de forçages externes et de l'eustatisme que nous analyserons. L'extrapolation des taux d'incision permet également d'estimer des âges Oligo-Miocène pour les surfaces perchées incisées par ces systèmes fluviatiles.

Cependant, la densité de paléo-drains sub-horizontaux sur une tranche altimétrique (relativement à la précision des techniques de datations), le contexte géodynamique, voire paléo-climatique, les réorganisations des réseaux de drainage, peuvent engendrer des histoires de remplissages des réseaux plus complexes qu'escomptées. De ce fait, contraindre justement et précisément l'âge d'un dépôt, même via des croisements inter-méthodes (^{26}Al/^{10}Be, ^{10}Be/^{21}Ne, RPE, OSL) peut s'avérer infructueux.

Abstract

The rates and chronologies of valley incision are closely modulated by the tectonic uplift of active mountain ranges and were controlled by repeated climate changes during the Quaternary. The continental collision between the Iberian and Eurasian plates induced a double vergence orogen, the Pyrenees, which has been considered as a mature mountain range in spite of significant seismicity and evidence of neotectonics. Nevertheless, recent studies indicate that the range may have never reached a steady state. One option for resolving this controversy is to quantify the incision rates since the Miocene by reconstructing the vertical movement of geometric markers such as fluvial terraces. However, the few available ages from the Pyrenean terrace systems do not exceed the middle Pleistocene. Thus, to enlarge the time span of this dataset, we studied alluvium-filled horizontal epiphreatic passages in limestone karstic networks. Such landforms are used as substitutes of fluvial terraces because they represent former valley floors. They record the transient position of former local base levels during the process of valley deepening.

In addition to morphological observations, the burial durations of detrital sediments in 61 cavities of the Têt, Ariège, Aude and Agly valleys were determined using cosmogenic $^{26}Al/^{10}Be$ and $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios. The results obtained allow us to document incision processes since the early Miocene (~ 16-13 Ma) and to study influences of external forcing and eustatism. In comparison with other studies, it appears that incision rates are probably higher in the central Pyrenees, suggesting an increased role for glaciers in the incision process. Moreover, a gradient would also be observable from north to south, the Spanish slope probably having been incised faster.

However, the density of sub-horizontal levels on an elevation range, the geodynamical and paleo-climatic contexts, the reorganization of the drainage networks may lead to networks filling stories more complex than expected. The obtained results applying various suitable geochronological methods ($^{26}Al/^{10}Be$, $^{10}Be/^{21}Ne$, ESR and OSL on quartz) sometimes evidence that these radiometric approaches may be limited when source and/or emplaced deposits are reworked. The validity of dosimetric methods in a mountainous context, and the possibility that not all of the quartz grains are bleached at the time of deposition will also be discussed.

Remerciements

Avant tout, il me semble indispensable de présenter mes plus plates excuses au nombre incroyable de chauves-souris que j'ai pu déranger au cours de ce travail. 22000 km en train (source SNCF), près de 40000 en voiture (source Peugeot, merci Titine) et je-ne-sais-combien en avion…forcément on rencontre du monde et on squatte un nombre incroyable de canapés et de coins de matelas. Nul besoin de préciser que cette thèse aurait été compliquée sans l'incroyable soutien logistique d'un certain nombre de personnes.

Je vais essayer de n'oublier personne, mais par avance désolée si certaines personnes s'estiment lésées.

Tout d'abord, merci aux membres du jury qui ont accepté la laborieuse tâche de juger ces travaux.

À Perpignan

Impossible de ne pas penser à mon modèle d'abnégation, à l'homme qui a tenu quatre ans, et qui m'a supporté dans son bureau-palace durant un an et des brouettes en cumulé : Yannick Crest, docteur ès contrepèteries. Merci à Céline et toi de m'avoir hébergé quelques fois et n'oublie pas une phrase philosophique d'envergure « *j'aimerais lécher vos restes !* ». Au plaisir de refaire équipe au Paintball et promis, je vais faire un effort pour m'améliorer en beach-volley ! Impossible de passer outre notre co-bureau durant six mois et notre stagiaire (même si nous n'étions pas censés être tes encadrants) : Cécile Mahé (pour toi aussi «*Toc toc tooooc ! C'est tellement rare les jeunes qui mangent bio !* »). Merci d'avoir dynamité notre bureau et nos excursions. J'ai également une pensée toute particulière pour Cédric Tallobre, avec qui j'ai vécu de très bons moments à Canet. Un gros merci également à Félix Authier, Nora Nafaa, Issam, Paul Jutteau, Romain et Fanny. Bon courage à vous !

Merci aux secrétaires des divers services de l'UPVD qui m'ont souvent ôté une épine du pied : Marie-Noëlle Cantier, Françoise Pomarède, Stéphanie Morillas, Fabienne Pontramont, Suzanne Gilardot et Jacqueline Roure-Perrot. Sans vous rien ne serait possible !

Merci à Valérie Hinoux et Magali Delmas qui m'ont permis de bénéficier d'heures de cours magistraux, de travaux dirigés et de la possibilité d'encadrer des étudiants sur le terrain.

À Nancy

Au CRPG, je tiens à avoir une pensée amicale pour tous les thésards que j'y ai côtoyés, et en particulier Léo, Romain, Sébastien L., Apolline, Léa, Précie, David et Paul. Un grand merci également à Mary Ford, Julien Charreau, Jérôme Lavé, Albert Galy et Raph Pik pour les discussions très enrichissantes sur ma thèse et m'avoir invitée à présenter mes travaux lors des réunions thématiques. Et puis bien sûr, ce tour d'horizon ne saurait être complet sans remercier chaleureusement la Team

Gaz Rares sans qui cette thèse n'aurait pas eu cette dimension : PH Blard, Bouchaib Tibari et Laurent Zimmermann. Merci à vous trois pour votre infinie patience, vos conseils avisés et à Bouch et Zim pour avoir pris le relais pour passer mes échantillons lorsque cela a été nécessaire. PH, un énorme merci pour ton soutien inconditionnel tout au long de MA thèse…sans toi, c'était bien mal embarqué en ce mois de janvier 2015…

Je me dois de remercier de manière exhaustive tous les gens m'ayant logée. Merci donc à Camille « Graou » Thiollier à Pont-à-Mousson, Julien Perret avec qui j'ai énormément apprécié nos échanges rugbystiques et sportifs en général (bien vu pour l'Écosse !), Yann « Popoche » Foucaud, Camille Mulle, Élisabeth Viry, Sibille ainsi que Thomas Déhais & Guillaume pour leur hébergement durant DINGUE #4 (ainsi que Patapouf, le lapin hyperactif de Thomas).

À Paris

Merci à Pierre Voinchet & J.-J. Bahain de l'IPH qui m'ont toujours reçus chaleureusement et m'ont initiée à la RPE. Merci à Christophe Falguères pour l'accueil dans son labo et à Virginie Boutin pour les démarches administratives inhérentes aux agents de l'autre bout de la France.

Durant mes séjours à Paris j'ai pu bénéficier de l'assistance logistique toujours au top d'Apolline ~~Aymard~~ Josien et Marc Josien dans leur appartement de Clichy (Moscaw Moscaw !), ainsi que de celle de Vincent Guiraud à Cachan qui a dû me supporter trois semaines en cumulé dans son 12 m² ! Merci pour les visites (et la virée au Parc de Sceaux Vincent !), les découvertes de bars, de restaurants, les soirées jeux et j'en passe ! C'est toujours un plaisir de vous revoir.

À Orléans

Merci au BRGM pour l'accueil dans ses locaux et ce généreux financement de thèse. Merci à Hélène Tissoux, ma référente de thèse au sein de cet organisme.

Une pensée pour Jéromine Duron et Julien Baptiste, qui m'ont accueilli chez eux et avec qui j'ai toujours eu beaucoup de plaisir à papoter et à prendre des nouvelles des gens que je voyais moins, et qui sont accessoirement de super taxis et guides.

À Aix-en-Provence

Merci à ma première coloc durant quasiment deux années, Marie Protin, violoncelliste de talent quoiqu'elle en dise. Et merci à mon coloc' Gaël Bonnet, illustre boxeur et mécano.

J'ai une immense pensée pour mes compagnons thésards avec qui j'ai partagé une ou deux années absolument inoubliables : Camille L. (on va à Barcelo ?), Ben(édicte), Nico (croque-nanars ?), Amandine dite Jean-Jacques pour éviter les confusions (& Vincent !), Céline (ciné ce soir ?), John, Franck (GoT !), Chloé, Wuhib, Manon…

Ils méritent une super dédicace car ce sont les plus beaux et les plus forts : ceux qui m'ont supporté au quotidien, soutenu, (re)motivée, ... Et là une médaille d'or du mérite devrait être décernée à chacun d'entre vous. Je parle bien sûr de mes co-bureaux du 409. Merci tout d'abord à Camille Delvigne, mention toujours là & partenaire émérite de body combat et de RPM ! Merci à Claire Ansberque (we waaaant…a shrubbery), à Valerio Olivetti (Ma qué !) et à Eugénie Pérouse (whaaaaaaaaaaaaou !).

Merci à la Team GMT pour vos conseils toujours avisés sur mes travaux. J'ai une pensée bien particulière pour Olivier et Vincent qui ont toujours eu des points de vue très constructifs.

Un immense merci à ceux qui auraient dû arriver en tête de liste car ils ont été omniprésents pour moi et m'ont été d'un incroyables soutien : la Dream Team Nucléides Cosmogéniques du CEREGE. Un merci tout particulier à ceux qui font l'ambiance terrible de l'entre midi et deux : Georges *Looping*, Karim *Barracuda*, Laëtitia *La Terrible*, Laëtitia *Panda* (et oui j'ai osé), Sandrine *quand est-ce qu'on mange ? Dépêche-toi !* (& Pakita), Val' *Le Magnifique*, Quentin, Magali (on va planter des cerisiers partout !), Lionel et Fred'. Il ne faut pas croire que j'ai oublié Régis…c'est juste qu'il mérite une petite place à part : il y a peu de gens qui m'ont offert un soutien inconditionnel sur les trois années qu'ont duré ma thèse et qui m'ont fait confiance, et tu fais partie de ces rares personnes. Merci d'avoir toujours été à l'écoute, d'avoir partagé tes réflexions avec moi…et ma passion pour le rugby ! Bon, même si tu es supporter du RCT, ces échanges ont toujours été un plaisir, et ce Toulouse-Toulon du 9 avril au Vélodrome un super moment (*mais y'a pas carton rouge put*** ! Vendu d'arbitre !*).

Merci également aux services administratifs du Cerege, Hajer, Patricia, Sandrine, Noémie pour leur très grande réactivité, leur compétence et leur professionnalisme.

Et ailleurs…

Nonos Perrier, Alex Teyssier, Vince Bernard (on retourne se faire des tapas à Caen ?), Guigui Fraisse (c'est beau la Norvège et encore mieux avec tes photos d'aurores boréales pour illustrer mes cours !), Camille Renat, M-A Ancellin, Rémy Marchal (dixit Lindøy brother), …

J'ai également une pensée très amicale envers tous mes collègues secouristes des Protections Civiles de la Meurthe-et-Moselle, des Pyrénées-Orientales et du Var avec qui j'ai passé d'excellents moments. Au plaisir de se recroiser.

Ce tour d'horizon ne saurait être complet sans remercier dûment les gens sans qui ces travaux n'auraient tout simplement pas été possibles et qui permettent d'indéniablement de relever le piètre niveau de ce pavé : les spéléos-scientifiques. Une pensée chaleureuse donc pour Gabriel Hez, Christophe Bès, Jean-Claude Gayet, Philippe Moreno, Nicole Ravaiau et son équipe du SC Arize, Luc Wahl et tout le SC Haut-Sabarthez, et Sylvette & Bernard Ournié. Et bien sûr des remerciements bien particuliers pour Patrick Sorriaux sans qui ce sujet n'aurait pas pris autant d'essor. Merci à tous pour

votre générosité, votre gentillesse et vos conseils très avisés. Un immense merci également pour vos photographies, qui embellissent considérablement cet amas de pages.

Un grand merci également à l'équipe de *Live on the Karst* et notamment à Alain Jacquet et Daniel André. Bon courage également à Sébastien et Adrien, j'espère que cette expérience de TPE vous aura beaucoup apporté. Ce fut le cas me concernant.

Enfin, merci à Alexis Laffite, Vincent Regard et Bernard Monod pour le partage des données et des informations autour du M2 d'Alexis. Je te souhaite plein de bonnes choses Alexis et j'espère que cette collaboration te servira. Merci également à Vincent de m'avoir invité à faire un séminaire au GET devant l'un des principaux groupes de géomorphologie sur les Pyrénées. Merci à Mélo Prémaillon (et à Jojo) pour l'hébergement et de m'avoir rappelé à quel point j'adorais le vélo sur les berges du Canal du Midi et entendre les gens parler de chocolatines. La bise à son inestimable co-bureau Piddeur Maffeur.

Tu as dû te demander si c'était une blague et comment j'ai pu avoir le culot de t'oublier… Mouahaha j't'ai bien eu. J'eusse alors été la personne la plus ingrate du monde et probablement de tous les temps géologiques. Je n'ai pas de mots pour caractériser ma reconnaissance vis-à-vis de mon directeur de thèse (je pense qu'on peut en effet oublier le co-). On dit souvent que la première impression est la bonne et mon instinct m'a guidé le 7/04/2014 vers ce grand ponte au look et à l'humanité…remarquables. Merci pour tout Didier. Les mots me manquent pour exprimer l'étendue de ma gratitude. Tu auras bien essayé de me faire donner le maximum mais malgré tout je conserve l'impression d'avoir les résultats d'un âne malgré des prétentions de pensionnaires d'hippodromes. Désolée pour toute l'énergie consumée en vain, tout le monde n'est pas fait pour la recherche… Même si cette « expérience » n'a pas dû t'apporter beaucoup de choses positives, j'espère que tu te seras un peu retrouvé en ~~te promenant~~ galérant dans le TM71.

Ils sont incontournables : je parle bien sûr de ma famille à Bagnères-de-Bigorre, Gerde et Montgaillard que je remercie pour son soutien inconditionnel. Je ne remercierai jamais assez mes parents pour m'avoir toujours soutenue et conseillée au cours de mes 26 années d'existence. Je ne serai pas allée loin sans vous… Si seulement je t'avais écoutée papa…

Et enfin, je ne saurais que trop conseiller à certains esprits arrogants quelque peu d'introspection, et une révision des définitions des sciences, du progrès, et…de l'éthique… À bon entendeur…

À Mémé,

À Dolly,

Sommaire

Introduction 1

1 – Cadre général de la thèse 3

1.1. Le Projet RGF du BRGM et la place de mes travaux dans celui-ci 3

1.2. Interactions tectonique – dénudation – climat et enjeux relativement au contexte géomorphologique de la moitié orientale des Pyrénées 5

1.3. Quantification de l'incision des vallées et du soulèvement 7

1.4. Utilisation de l'endokarst comme indicateur de l'incision des vallées 10

2. Problématiques de travail, méthodologie et développements de l'étude 12

2.1. Travail de terrain et stratégie d'échantillonnage 12

2.2. Techniques utilisées et développements 13

2.3. Organisation du manuscrit 14

Références bibliographiques de l'introduction…….. …..16

Première partie : État de l'art

Chapitre Premier : Les Pyrénées et leur énigmatique évolution post-orogénique…….……21

1- Présentation du contexte géographique 27

2- Les grandes structures et zones des Pyrénées 28

2.1- Le bassin Aquitain : le rétro bassin d'avant pays Nord 28

2.2- La Zone nord pyrénéenne (ZNP) : le rétro prisme orogénique 29

2.3- La zone axiale (ZA) 30

2.4- La Zone sud pyrénéenne (ZSP) : le pro prisme orogénique 32

2.5- Le bassin de l'Èbre : le pro-bassin d'avant-pays 33

3- Grands événements de l'histoire des Pyrénées 33

3.1- Orogenèse hercynienne 34

3.2- Évolution méso-cénozoïque de la chaîne 35

3.3- L'ouverture du Golfe du Lion et la Crise de salinité messinienne : une influence non négligeable sur la partie orientale des Pyrénées 39

3.3.1- L'ouverture du Golfe du Lion 39

3.3.2- Les fossés d'effondrement de Cerdagne et du Conflent 40

3.3.3- La Crise de salinité messinienne (MSC) 42

4- L'énigmatique évolution post-orogénique des Pyrénées 44

4.1- Sismicité et microsismicité récentes 45

4.1.1- Répartition et origine de l'activité sismique de la chaîne 45

4.1.2- Sismicité dans la partie orientale des Pyrénées 48
4.2- Évolution néogène de l'orogène et débat suscité par les surfaces d'aplanissement culminantes 49
4.2.1- Surfaces d'érosion de haute altitude à faible relief 49
4.2.2- Systèmes karstiques étagés 52
4.3- Évolution des piedmonts et glaciations quaternaires 53
4.3.1- Terrasses alluviales et cône de Lannemezan 53
4.3.2- Glaciations au Quaternaire 56
4.3.3- Dénudation des bassins versants et relation avec l'activité de l'orogène 57
Bibliographie 59

Chapitre 2 : D'un point du bassin versant au dépôt dans le karst : trajet d'un grain au fil de l'eau…..……74

1- Dénudation des reliefs et processus de sédimentation dans un bassin versant 80
1.1- Mécanismes de production des sédiments 80
1.1.1- Notions de dénudation, d'érosion et d'altération 80
1.1.2- Notion de bassin versant 81
1.2- Évacuation et transport des sédiments vers les chaînons périphériques et les piedmonts ……82
1.3- Rivières et accommodation du niveau de base 83
1.3.1- Notion de niveaux de base, contrôles et morphologies caractéristiques 83
1.3.2- Profil d'équilibre des rivières et réponse des cours d'eau aux contraintes locales 85
2- Le karst, enregistreur de l'évolution des vallées 89
2.1- Généralités sur les systèmes karstiques et la formation des galeries horizontales 89
2.1.1- Dissolution des carbonates et fonctionnement hydrologique 89
2.1.2- Morphologies exokarstiques 93
2.1.3- Vallées karstiques 94
2.1.4- Niveaux piézométrique et potentiométrique 96
2.1.5- Rôle de la structure et de la tectonique dans la formation du karst 97
2.1.6- Le karst en France et dans les Pyrénées 98
2.2- Les systèmes horizontaux : pièges efficaces et témoins de l'évolution au cours du temps 100
2.2.1- Controverse autour du niveau piézométrique 100
2.2.2- Le Four State Model 101
2.2.3- Le modèle épiphréatique 103
2.2.4- Fluctuations du niveau de base et étagement des galeries 106

2.2.5- Cas particulier des paléokarsts méditerranéens et lien avec la crise de salinité messinienne 108
2.3- Morphologies associées aux écoulements 111
2.3.1 – Systèmes verticaux 111
2.3.2- Systèmes horizontaux 112
2.4- Archives sédimentaires et processus de sédimentation 117
2.4.1- Types de dépôts 119
2.4.2- Caractéristiques des particules, études des provenances et diagenèse 121
2.5- Position du karst relativement au piedmont et signification 122
3- Synthèse : le candidat idéal 124
Bibliographie 125

Deuxième partie : Méthodologie de quantification de l'évolution des reliefs

Chapitre 3 : Quantification de l'évolution des paysages par les nucléides cosmogéniques ^{10}Be, ^{26}Al et ^{21}Ne 131
1- Origine et formation des nucléides cosmogéniques 136
2- Taux de production et facteurs d'influence 140
2.1- Influence de la profondeur de l'échantillon et de la densité des roches traversées 141
2.2- Influence en fonction du lieu étudié : effets de la latitude, de l'altitude et de l'écrantage topographique 143
3- Âges d'enfouissement cosmogéniques 146
3.1- Principe 146
3.2- Mise en évidence d'histoires complexes 149
3.3- Méthode isochrone 150
3.4- Gammes temporelles 152
4- Paléotaux de dénudation 153
4.1- Principe théorique 153
4.2- Quelle granulométrie adopter et quelle influence sur les concentrations déterminées ? 154
5- Choix et traitement des échantillons 156
5.1- Stratégie d'échantillonnage 156
5.2- Séparation des minéraux et purification du quartz 159
5.2.1- Séparations physiques 159
5.2.2- Séparations chimiques 161
5.2.3- Adaptations du protocole suite aux difficultés rencontrées sur les échantillons de grottes pyrénéennes 162

5.2.4- Cas du néon cosmogénique 165
5.2.5- Cas du béryllium (^{10}Be) et de l'aluminium (^{26}Al) cosmogéniques 171
Références bibliographiques associées à la partie 183

Chapitre 4 : Quantification de l'évolution des paysages par les techniques de dosimétrie RPE et OSL 191

1- Notions de base 195
1.1- Principe général 195
1.2- Atomistique, notion de spin et délocalisation des électrons 195
2.- Principe de la datation par résonance paramagnétique électronique 198
2.1- Résonance paramagnétique électronique 198
2.2- Application de la datation par RPE aux quartz 200
2.2.1 – Centres paramagnétiques du quartz et application à la géochronologie 200
2.2.2- Blanchiment du quartz et applications géochronologiques 201
2.3- Stratégie d'échantillonnage 204
2.4- Traitement des échantillons et détermination de l'âge des échantillons 206
2.4.1- Équation générale 206
2.4.2- Obtention de quartz pur en vue des mesures RPE 207
2.4.3- Irradiation et blanchiment des quartz 208
2.4.4- Mesures sur spectromètre RPE et détermination de la paléodose 208
2.4.5- Détermination de la dose annuelle 215
3- Principe de la datation par luminescence stimulée optiquement 218
3.1- Luminescence stimulée optiquement 218
3.2- Stratégie d'échantillonnage 220
3.3- Traitement des échantillons et détermination de l'âge des échantillons 221
Références 224

Troisième partie : Exposé des résultats

Chapitre 5 : évolution présumée du processus d'incision concernant la vallée de la Têt, du Miocène ancien à l'actuel 229

1- Le fleuve Têt 233
2- Article soumis à Quaternary Geochronology 235
3- Discussions autour de données absentes de l'article 286
3.1- Datations ESR au regard des travaux de Camille Manel (M2 BRGM 2015-2016) 286
3.2- Essais de datations ESR sur les alluvions meubles des cavités du Conflent 288

3.3- Essais de datations sur la grotte de Roquefumade 299
3.4- Une influence de néon hérité ? Le tunnel de Nyer 300
Références (hors partie 2) 304

Chapitre 6 : évolution présumée du processus d'incision concernant les vallées de l'Ariège et de l'Hers, du Miocène ancien à l'actuel 305

1 – L'Ariège 309
2 – Influence of glaciations cycles on the study of the evolution of the Ariège valley using cosmogenic burial dating on cave sediments 310
2.1- Abstract 310
2.2- Introduction 311
2.3- Geological and geodynamical contexts 312
2.4- Karst features and cave systems 312
2.5- Methods 321
2.6- Results 330
2.7- Discussion 334
2.8- Conclusion 342
3 – Discussions autour de données absentes de l'article 342
3.1 – Données acquises dans le cadre du M2 d'Audry Bourdet (2013-2014) 342
3.2 – La vallée de l'Hers et la montagne de la Frau 346
3.3 – Essais de datations ESR sur les alluvions du massif de Calamès 353
Références (hors partie 2) 360

Chapitre 7 : évolution présumée du processus d'incision concernant les hautes vallées de l'Aude et de l'Agly, du Miocène ancien à l'actuel 367

1- Introduction 371
2- The Aude River catchment 371
3- Karst features and cave systems 375
3.1- The Aude River gorges sector 375
3.2- The Saint-Louis pass sector 377
4- Methods and sampling strategy 379
4.1- TCN burial dating 380
4.2- ESR burial dating 380
4.3- OSL burial dating 381
5- Results 382
5.1- ^{26}Al and ^{10}Be based burial dating and paleo-denudation rate estimates 382

5.2- ^{10}Be and ^{21}Ne based burial dating and paleo-denudation rate estimates 384
5.3- ESR burial dating 385
6- Discussion 391
6.1- Reliability of the dating methods used to determine burial durations into caves 391
6.2- Presumed evolution of the Aude valley deduced from cosmogenic nuclides 391
6.3- Base level stagnation? The TM71 case 394
6.4- The particular case of the Col de Saint-Louis zone 396
7- Conclusions 395
References 397

Synthèse 399

1- Reminder of the objectives 403
2- What are the difficulties associated with the use of the TCN and ESR dating methods?? 403
2.1- How to ensure that the sampled intra-karstic deposits are pertinent to answer the scientific question: when have they been deposited? ? 403
2.2- Are ESR dating reliable in mountainous environments? A Pyrenean case study 407
3- The karst, a powerful tool? 408
3.1- Relations between horizontal drains and base level: the role of the karst configuration 408
3.2- Is the relationship between the age of the sampled sediment and the age of the karst straightforward? 409
4- Synthesis of the results: do the Pyrenees continue to rise? 411
4.1- Evolution of the incision process of the French eastern Pyrenees since early Miocene 412
4.2- Comparison with the central and western Pyrenees 413
4.3- Derived paleodenudation rates and their reliability 414
4.4- Tentative conclusion regarding uplift 414
4.5- Prospects 415
Références bibliographiques de la conclusion 418

Introduction

Aperçu des connaissances, ancrage du projet et problématiques de recherche



Grappe de chauves-souris en hivernation dans Lombrives supérieure (Ariège) – Photo P. Sorriaux

1 – Cadre général de la thèse

1.1. Le Projet RGF du BRGM et la place de mes travaux dans celui-ci

Mes travaux de thèse s'inscrivent dans le cadre du programme « Référentiel géologique de la France » (RGF), initié par le Bureau de recherches géologiques et minières (BRGM). Suite à la finalisation en 2011 du programme de la carte géologique de la France à 1/50000, le RGF vise la représentation multi-échelles de la connaissance géologique de la France en trois dimensions (quatre si on tient compte du facteur temps pour obtenir des visualisations événementielles), et ce afin de fournir une information numérique, homogène et cohérente sur l'ensemble du territoire national. Le conseil scientifique du RGF a ainsi sélectionné en 2013 la chaîne pyrénéenne et son bassin d'avant-pays comme chantier régional initial. Un des objectifs premiers est d'assembler les cartographies préexistantes, certaines cartes datant des années 70' et ayant été dessinées en l'état des connaissances de l'époque. Ceci implique donc nécessairement de réviser certaines données, d'harmoniser les cartes entre elles ainsi que les nomenclatures, les légendes et les notices. Les travaux programmés consistent également en partie à compiler l'ensemble des données existantes (descriptions d'affleurements, résultats d'analyses, datations, etc.) et de les compléter afin de combler les lacunes avec de nouvelles données dont certaines issues de techniques novatrices.

Ce programme de recherche concerne de nombreux axes, dont l'évolution récente des Pyrénées et l'étude des interactions tectonique/dénudation/climat à l'échelle de l'orogène. Mes travaux se rattachent à l'étude des « Pyrénées actuelles : structures profondes/surrection/érosion », soit l'investigation du régolithe.

Depuis les travaux menés notamment par Molnar et England (1990), Beaumont *et al.* (1992) ou encore Avouac et Burov (1996), qui ont démocratisé l'idée selon laquelle les forçages internes et externes pouvaient fortement interagir lors des processus d'orogenèse, la communauté des géosciences a manifesté un véritable regain d'intérêt pour la large discipline qu'est la géomorphologie qui était plutôt l'apanage jusqu'alors de la géographie physique. Malgré tout, certains auteurs (*e.g.*, Gilbert, 1897 ; Davis, 1899 ; Penck, 1924) avaient déjà proposé des concepts similaires mais n'avaient pu tester leurs modèles, particulièrement en l'absence de méthodes de datations fiables nécessaires pour estimer les taux des processus (dénudation, surrection, incision, etc.) ou encore déterminer des âges de surfaces. Par ailleurs, un cadre géodynamique faisant consensus faisait défaut, les théories de Wegener (1915) n'ayant été relayées par Argand qu'en 1924 et admises de ce fait que « tardivement ».

Beaucoup plus récemment, la généralisation de méthodes de pointes telles que les acquisitions satellitaires, l'avènement de nouvelles techniques de datation des surfaces (nucléides cosmogéniques produits *in situ*, méthodes de luminescence), ou encore les développements associés à la thermochronologie basse température (mesures de la dénudation sur des échelles de temps variables), ont permis de lever bien des verrous.

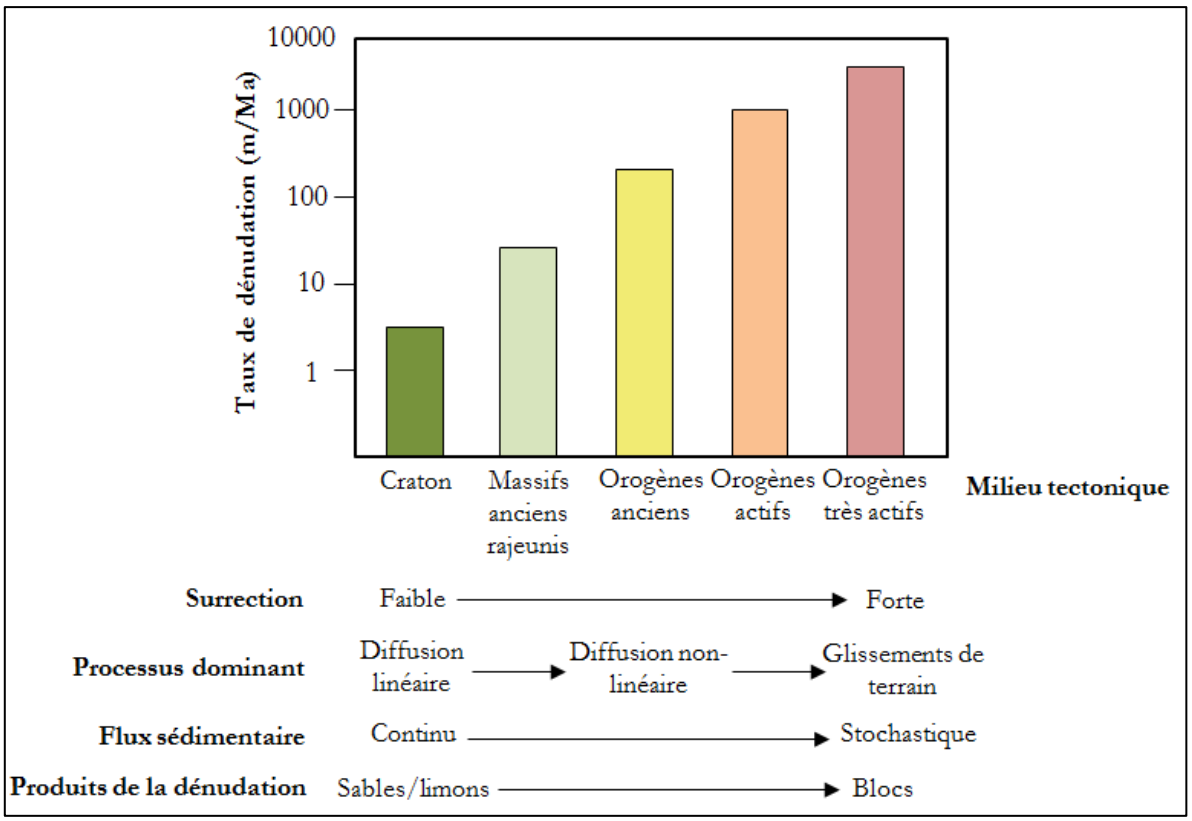


Figure 0.1 : Comparaison de paramètres en fonction des milieux tectoniques et de leur activité. Les orogènes anciens font référence à des chaînes type « Alpes/Pyrénées », les orogènes actifs à des milieux tels les Himalayas et les orogènes très actifs à des chaînes comme Taïwan.

Aussi, bien qu'étudiées depuis quelques siècles (*e.g.*, Palassou, 1781), les chaînes des Alpes et des Pyrénées suscitent actuellement un regain d'intérêt au même titre que des chaînes actives (Himalayas, Tian Shan, Andes, etc.), voire excessivement actives (Taïwan) (Figure 0.1). Les Pyrénées offrent notamment un cadre d'étude tout à fait singulier pour aborder ce type de problématique, les processus endogènes affectant la chaîne pyrénéenne, et notamment ceux liés à l'évolution de l'épaisseur de la racine lithosphérique le long de l'orogène telle que révélée par les données géophysiques et, soulevant de nombreuses interrogations (*e.g.*, Gunnell *et al.*, 2008, 2009). Leurs relations avec les hautes surfaces perchées engendrent également des interrogations qui ont induit de nombreuses études conduisant à des interprétations divergentes. Néanmoins, les processus endogènes sont la principale source de la surrection des reliefs, et l'étude de ces

derniers paraît relativement complexe à mettre en œuvre sans circonvenir au mieux les origines des mouvements verticaux et leur taux.

Il apparaît dès lors nécessaire de déterminer des marqueurs précis et fiables à même de permettre la quantification des mouvements tectoniques verticaux ainsi que la part des processus exogènes. Les étagements endokarstiques, parfois impressionnants, présents sur le segment oriental des Pyrénées semblent être des jalons remarquables pour étudier l'incision des vallées et la relation avec le soulèvement. En outre, l'endokarst, connecté au paléoniveau de base local (plancher de la vallée), permet des conditions de préservation exceptionnelles des sédiments alluviaux témoignant des épisodes successifs d'incision. Ces sédiments piégés dans les paléokarsts peuvent être analysés en laboratoire et datés via les nucléides cosmogéniques produits *in situ* (^{10}Be, ^{26}Al et potentiellement ^{21}Ne) et la Résonance paramagnétique électronique (RPE).

1.2. Interactions tectonique – dénudation – climat et enjeux relativement au contexte géomorphologique de la moitié orientale des Pyrénées

La formation et l'évolution d'une chaîne de montagnes sont généralement perçues comme la résultante de forçages internes (tectonique) engendrant la surrection des surfaces, et de forçages externes (climat) (Molnar, 2003 ; Figure 0.2). De nombreux auteurs (*e.g.*, Reiners *et al.*, 2003 ; Bookhagen *et al.*, 2005) se sont attachés à démontrer à diverses échelles spatiales et/ou temporelles que le climat exercerait une influence majeure sur la dynamique de cet antagonisme (*e.g.*, Molnar et England, 1990 ; Burbank *et al.*, 2003 ; Reiners *et al.*, 2003 ; Thiede *et al.*, 2004; Whipple, 2009 ; Champagnac *et al.*, 2012), bien que ce contrôle primaire soit toujours vivement débattu (Scherler *et al.*, 2013; Godard *et al.*, 2014). Mais ces liens de cause à effet sont difficilement observables et il s'avère complexe d'effectuer des comparaisons de phénomènes intervenant sur des échelles de temps variables, rendant l'accession à un consensus inenvisageable à l'heure actuelle (*e.g.*, Molnar, 2003 ; Whipple, 2009).

Ainsi, il est communément admis que dans le cas de chaînes actives le soulèvement tectonique exerce a priori un contrôle sur les rythmes et les taux d'incision des vallées fluviales, ces derniers étant également soumis à l'influence des changements climatiques répétés du Quaternaire.

Actuellement, les Pyrénées font l'objet de nombreux débats et d'une nouvelle dynamique de recherche. En effet, l'arrivée de nouveaux concepts et modèles ont remis en cause les concepts préexistants ou ont remis au goût du jour des modèles qui avaient été abandonnés. Comme cela sera décrit dans le premier chapitre, les Pyrénées sont une chaîne de montagnes à double vergence de 400 km de long et d'orientation N110°, s'établissant à la frontière des plaques

européennes et ibériques. Les structures se poursuivent le long de la rive sud du Golfe de Gascogne jusque dans les Asturies à l'Ouest, ce qui prolonge cette chaîne de 600 km. Elle résulte de la superposition des effets tectoniques, magmatiques et métamorphiques des orogenèses hercynienne puis alpine, cycles orogéniques séparés d'environ 200 Ma. La succession d'épisodes géodynamiques a conditionné le développement de grandes structures dont l'influence sur l'édification postérieure de la chaîne reste encore mal connue. La chaîne est flanquée de ses bassins d'avant-pays (bassin Aquitain au nord et de l'Èbre au sud) et est divisée en trois domaines structuraux parallèles à la chaîne (Mattauer et Henry, 1974) : la Zone nord pyrénéenne (ZNP), la Zone axiale (ZA) et la Zone sud pyrénéenne (ZSP).

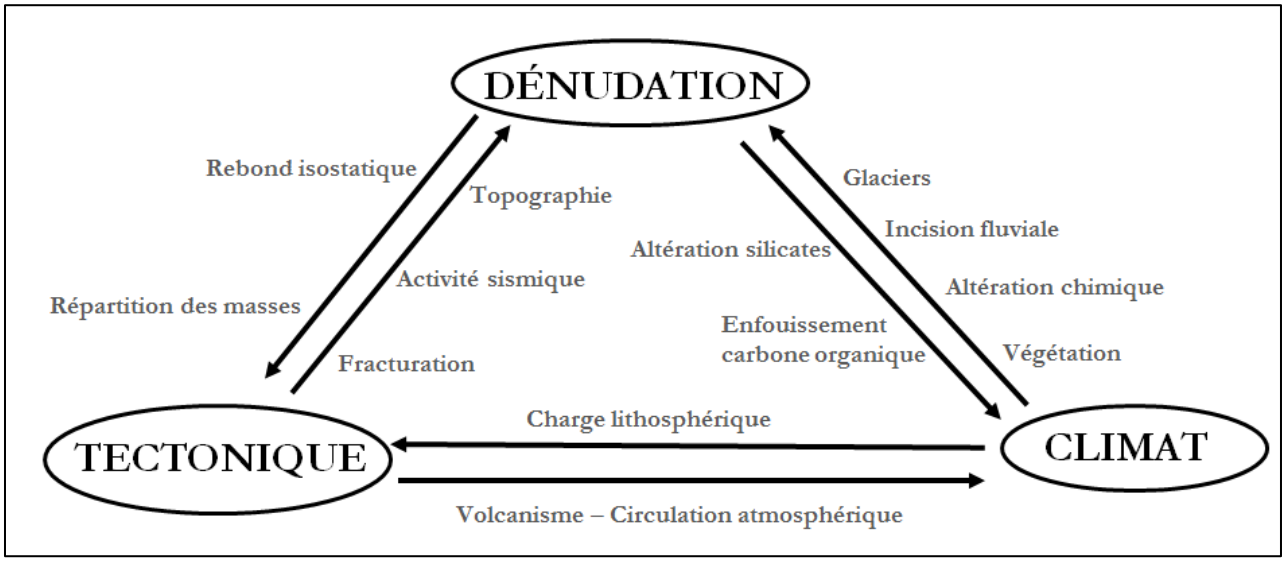


Figure 0.2 : Diagramme illustrant une partie des interactions entre la tectonique, la dénudation et le climat (*e.g.*, Molnar, 1990 ; Molnar et England, 1990 ; Burbank *et al.*, 2003 ; Reiners *et al.*, 2003 ; Willett *et al.*, 2006 ; Galy *et al.*, 2007 ; Egholm *et al.*, 2009).

De nombreux travaux, notamment de modélisation (*e.g.*, Genti et al., 2015), suggèrent que la dénudation des orogènes faiblement actifs peut avoir des conséquences importantes en termes de mouvements verticaux et de déformation crustale (du fait du rebond isostatique). Le terme de dénudation désigne l'ensemble des phénomènes chimiques (altération) et physiques (érosion) détruisant tout ou partie des reliefs existants à la surface du globe. Il regroupe l'ensemble des processus fragilisant, transformant et mobilisant les constituants de la surface de la Terre. Les Pyrénées font parties des chaînes à « activité modérée » (Figure 0.1) malgré la microsismicité régulière et les données de sismicité historique (*e.g.*, Souriau & Pauchet, 1998 ; Sylvander *et al.*, 2008 ; Chevrot *et al.*, 2011) ou les indices de déformation compressive rapportées par les investigations néotectoniques récentes (*e.g.*, Goula *et al.*, 1999 ; Lacan, 2008 ; Lacan et al., 2012 ; Lacan et Ortuño, 2012). Néanmoins, au commencement de ces travaux de thèse, les topographies d'aplanissement comme celle du plateau de Beille semblaient permettre de documenter un

soulèvement d'environ 2 km sur les dix derniers millions d'années (Calvet, 1996 ; Calvet et Gunnell, 2008 ; Gunnell *et al.*, 2009 ; Ortuño *et al.*, 2012). Pour ces auteurs, le moteur du soulèvement serait d'ordre thermique et isostatique, en relation avec une fusion partielle de la racine lithosphérique (Pous *et al.*, 1995 ; Gunnell *et al.*, 2008), voire un phénomène proche de la délamination (Vanderhaeghe et Grabkowiak, 2014) à l'image de certains modèles proposés pour l'Altiplano andin (*e.g.*, Ehlers *et al.*, 2009 ; Montero-Lopez *et al.*, 2010 ; Stern *et al.*, 2011). La croûte serait de plus en plus fine à mesure du rapprochement avec les côtes orientales, et la racine lithosphérique aurait disparu dans ces zones. Ces données peuvent être corrélées avec l'histoire de l'ouverture du Golfe du Lion (*e.g.*, Séranne, 1999). Une vision alternative a été proposée par Babault et Van Den Driessche (2005), relayée par De Vicente i Bosch (2014), suggérant que ces surfaces perchées se seraient développées pendant la surrection de la chaîne à la fin du Paléogène et en fonction de la hausse progressive du niveau de base (fournie par les cônes conglomératiques localisés dans le piedmont). Elles auraient ainsi pu être tardivement incisées durant le Miocène supérieur conséquemment à une diminution catastrophique du niveau de base suite à la capture de l'Èbre par la Méditerranée. De récentes acquisitions géophysiques effectuées par Chevrot *et al.* (2014, 2015), ainsi que de nouvelles théories concernant la mise en place des surfaces perchées (Yang *et al.*, 2015 ; Lavé, 2015), devraient probablement donner lieu à l'élaboration de nouveaux modèles concernant les Pyrénées.

Par ailleurs, le segment de chaîne oriental présente des caractéristiques géomorphologiques particulièrement intrigantes. En effet, une succession de bassins tectoniques intra-montagneux y est présente, ainsi que des vallées fluviales plus ou moins parallèles. C'est aussi au sein de cette partie de la chaîne que la majorité des hautes surfaces perchées sont présentes. Des phases d'approfondissement des vallées y sont documentées par les systèmes karstiques étagés à l'aplomb des vallées de la Têt, de l'Aude et de l'Ariège.

1.3. Quantification de l'incision des vallées et du soulèvement

Au cours de nos travaux, nous proposons de tester la réponse des cours d'eau sur le long terme (1 à 10 Ma) aux événements géodynamiques globaux et de séparer l'impact respectif du climat, du soulèvement crustal, et des contraintes régionales comme l'événement Messinien en Méditerranée ou la fin de l'endoréisme dans le bassin de l'Èbre. Pour ce faire, il est nécessaire de s'intéresser à des témoins des dynamiques d'évolution des paysages. Dans ce but, nous cherchons à obtenir des mesures de la vitesse d'incision des vallées.

L'avènement de la géophysique, venue en appui de la géologie structurale, a permis une vision clarifiée de la tectonique des plaques et des processus tectoniques terrestres, ainsi que

l'adoption d'un modèle conceptuel faisant consensus. Le paléomagnétisme puis la géodésie spatiale ont permis de mesurer avec précision les mouvements horizontaux aux longues et courtes échelles de temps. En regard de ce succès, la mesure des mouvements verticaux apparaît sous-contrainte alors même qu'ils sont à la source des topographies continentales, qui ont un rôle déterminant aussi bien sur la dénudation et la répartition des flux de sédiments vers les océans, que sur la circulation atmosphérique et le climat.

Face à cette carence, différentes méthodes se ramenant à des mesures relatives ont été proposées et utilisées par le passé pour estimer le soulèvement ou les taux de soulèvement (Lavé, comm. pers.). Ainsi il est possible de distinguer :

- La mesure directe de l'altitude actuelle d'un marqueur géologique ou géomorphologique s'appuyant sur une hypothèse plus ou moins forte de l'altitude initiale du marqueur (marqueur passif du soulèvement) ;
- La mesure d'une vitesse de dénudation comme estimation de la vitesse de soulèvement dans le cadre d'une hypothèse forte, à savoir que le système topographique étudié est en régime stationnaire ou en équilibre stationnaire (marqueur dynamique du soulèvement) ;
- La mesure d'une grandeur physique ou chimique présentant une forte dépendance à l'altitude z.

La mesure du soulèvement ou d'un profil de soulèvement à partir d'un marqueur passif, qu'il soit géologique ou géomorphologique, repose sur la connaissance de son altitude et de sa géométrie initiale. Cependant, l'altitude initiale des marqueurs est *a priori* inconnue et, en considérant un point du profil supposé invariant, il n'est alors possible que de déterminer un soulèvement relatif. Pour circonvenir au mieux ces problèmes, il est alors impératif d'étudier les processus physiques responsables de la mise en place des marqueurs géomorphologiques, et en particulier de tenter de déterminer si ces phénomènes induisent des profils topographiques continus ou présentant des variations progressives.

En l'absence de marqueurs passifs de la déformation, une alternative est d'utiliser un marqueur dynamique du soulèvement. Étudier la géométrie et la réponse des rivières aux forçages tectoniques revêt une importance toute particulière car les versants sont sensibles à l'abaissement de leur niveau de base local (c'est-à-dire qu'ils sont contrôlés par l'évolution du réseau hydrographique). Les rivières constituent donc des marqueurs dynamiques du soulèvement pertinents. Mais leur étude est compliquée en raison de lentes vitesses d'évolution à l'échelle humaine notamment (Lavé & Lague, 2012). Néanmoins, les profils de rivière intègrent une réponse moyenne à la tectonique sur plusieurs dizaines de milliers d'années à plusieurs millions d'années.

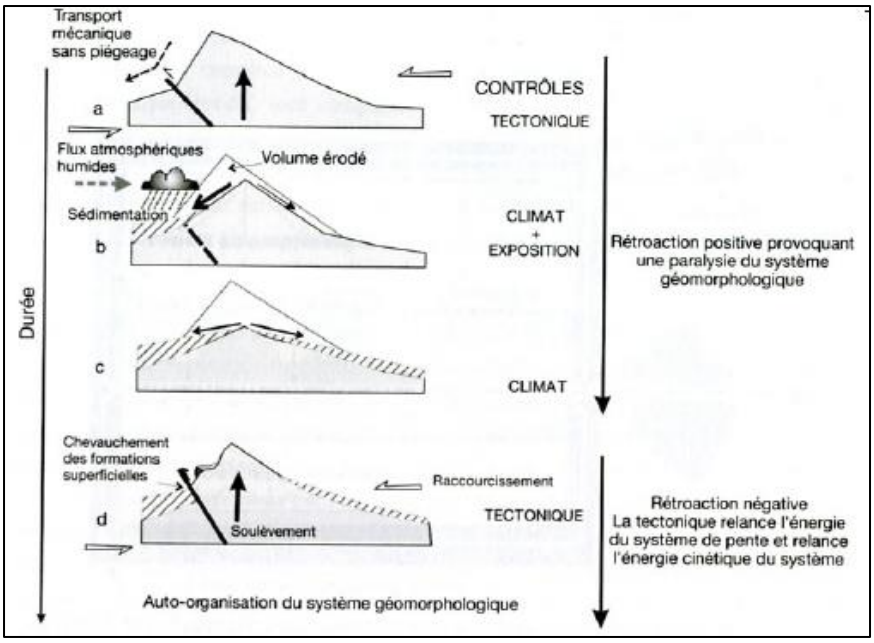


Figure 0.3 : Tectonique et évolution morphogénique d'un relief élémentaire (Delcaillau, 2004). a – système de pente hérité de la tectonique et générateur de l'énergie cinétique ; b – Ensemble de processus d'érosion fluviatile et gravitaire répartis différemment suivant les vents dominants et l'exposition des versants ; c – effacement progressif du relief. Les produits construisent des cônes de plus en plus épais rétrogradants vers l'amont. Le relief moyen, la pente du versant et l'énergie cinétique diminuent. La pente est trop faible pour une évacuation notable des débris. D – création de nouvelles formes créées par les nouveaux processus d'érosion élaborés à partir des formes héritées.

L'incision du réseau hydrographique, témoin des dynamiques d'évolution des vallées, est un phénomène contrôlé par les trois mécanismes que sont la néotectonique, l'eustatisme et les facteurs climatiques (Weisrock, 2002). En premier lieu, le creusement d'une vallée est lié à la surrection du bloc structural traversé par le cours d'eau, soulèvement généralement d'origine structurale, voire surimposé au rebond postglaciaire dans les latitudes moyennes. Par ailleurs, des phases de régressions ou de transgressions marines vont engendrer, respectivement, l'incision du substratum du cours d'eau du fait du niveau de base plus bas, ou le dépôt d'alluvions car le profil en long s'en trouve réduit. Mais ces théories émises par Chaput (1917) doivent être modulées en raison des mouvements verticaux de la lithosphère (Pruvost, 1930). Enfin, le Quaternaire est caractérisé par des alternances de périodes froides et chaudes qui vont induire des cycles d'alluvionnement – creusement. Des phases de transition entre les ères glaciaires et interglaciaires peuvent engendrer des augmentations de débit et de puissance hydraulique propices à l'incision du substrat rocheux (Schmitt *et al.*, 2001 ; Vandenberghe, 1995, 2002). Néanmoins, l'évaluation de

la contribution de chaque facteur (néotectonique, eustatisme et climat) reste complexe à déterminer (Larue, 2003).

Afin de quantifier l'incision des vallées dans des zones soulevées où elle est quasiment kilométrique, il convient de trouver des marqueurs fiables et représentatifs de l'évolution sur la période de temps intégrée. Malheureusement, les méthodes basées sur la thermochronologie basse température (*e.g.*, Sinclair *et al.*, 2005 ; Jolivet *et al.*, 2007) trouvent là leurs limites (à l'exception de la potentielle utilisation des isotopes de l'hélium) et indiquent des âges du Miocène pour certains sites en fond de vallée dans les Pyrénées centrales.

1.4. Utilisation de l'endokarst comme indicateur de l'incision des vallées

Ainsi, dans le but d'appuyer ou d'infirmer les modèles sus-cités déjà établis, il convient d'acquérir des données concernant l'incision des vallées pyrénéennes. Peu d'âges ont pour l'heure été acquis sur les piémonts externes au regard de travaux portant sur des orogènes plus étudiées, et sont pour le moment limités à la période s'étendant du Pliocène à l'Holocène (voir chapitre 1 et références citées). Un nombre limité de contraintes est disponible dans la chaîne à proprement parler.

Une alternative crédible sur laquelle s'appuyer est la datation de l'enfouissement des alluvions fluviatiles produites en amont dans les bassins versants et captées puis piégées lors de la traversée des cours d'eau dans les chaînons calcaires externes.

Pour Camus (2003), la notion de paléokarst fait référence aux formes ou à tous types de sédiments scellés au sein des couches géologiques. Un paléokarst se forme donc lors du comblement et de l'abandon d'un système karstique, qui dès lors n'abritera plus de circulations d'eaux. Les zones vadoses des cavités ont un fonctionnement équivalent aux fleuves (*e.g.*, White & White, 1968), à ceci près que la largeur du chenal peut être considérée comme fixe et qu'elles ne drainent pas vers des plaines d'inondation. Le remplissage sédimentaire des boyaux va dépendre de la position du massif par rapport au niveau de base local. Tout d'abord, il convient de rappeler que le niveau de base est une notion relative à une surface dynamique contrôlée par l'interaction de l'eustatisme et de la tectonique locale (mouvements verticaux du massif, surrection ou subsidence). Ce niveau contrôle notamment les profils d'équilibre des cours d'eau et a une influence non négligeable sur la boucle de rétroaction entre dénudation, transport et dépôt. Il existe néanmoins des niveaux de base plus locaux, comme des lacs ou les exutoires de massifs par exemple. Dans le cas des systèmes karstiques, ce niveau de base est corrélé avec le

point topographique le plus bas sur lequel se cale l'exutoire du massif et va conditionner le fonctionnement, l'état énergétique et la structure du système karstique (Camus, 2003).

Ce sont les variations du niveau de base qui vont occasionner la formation des paléokarsts. Lorsqu'il va chuter, le phénomène de karstification va s'encaisser plus profondément dans le massif. Les cavités néoformées vont être ré-ennoyées lors des épisodes de remontées du niveau de base. Dans le cas de variations eustatiques, le niveau de base va chuter vers un nouvel équilibre avec la régression marine, et *vice versa* avec un phénomène de transgression marine. En ce qui concerne l'influence de la configuration géodynamique, le niveau de base accommode les mouvements verticaux. Le niveau va donc s'encaisser dans le massif ou remonter afin de revenir à un équilibre.

Il apparaît néanmoins important de signaler que l'altitude actuelle de la galerie donne avec plus ou moins de précision la position réelle du paléoniveau de base. En effet, la question de la mise en place des réseaux horizontaux au niveau ou bien en-dessous du niveau piézométrique a longtemps prêté à débat (*e.g.*, Audra & Palmer, 2013 ; Gabrovsek, 2014).

Deux types de remplissages karstiques peuvent être distingués selon leur provenance. Les dépôts karstiques *sensu stricto* liés au fonctionnement hydrodynamique du réseau vont englober aussi bien les produits de la dénudation des versants que ceux issus de la dissolution du massif sus-jacent (*e.g.*, Camus, 2003 ; Husson, 2013). Ces processus concernent aussi bien :

- Les remplissages détritiques argileux, en particulier les argiles dites de décantation ;
- Les remplissages clastiques allochtones, souvent d'origines fluviatiles, dont les provenances peuvent être déterminées ;
- Les spéléothèmes et les ciments calciques.

Il apparaît important d'étudier les remplissages paléokarstiques qui sont des enregistrements sédimentaires de l'histoire géologique du massif. En effet, les sédiments piégés dans les cavités sont protégés et confinés dans le massif alors que les équivalents en surface peuvent être altérés ou érodés. Ils constituent donc des marqueurs d'événements sédimentaires ou tectoniques particulièrement intéressants. En conséquence, une étude fine des sédiments est nécessaire : types de dépôts, morphologies, granulométries, faciès et datations s'avèrent être des investigations prépondérantes pour tenter de déterminer l'évolution des massifs. Il convient aussi de préciser que la durée supposée nécessaire au développement d'un réseau est de l'ordre de 10-40 ka (Palmer, 2007), ce qui est un temps de mise en place relativement faible au regard de la durée des processus d'incision.

Les systèmes karstiques étagés fournissent ainsi des jalons successifs datables et peuvent permettre d'accéder directement à des données sur l'incision (vitesse, phases, etc.) de la vallée recoupée par les galeries. *Via* une étude géomorphologique poussée des abords des massifs karstiques, la surrection locale paraît donc potentiellement accessible. Par ailleurs, selon les méthodes de datation utilisées, une estimation des paléotaux de dénudation contemporains des dépôts datés, et moyennés à l'échelle des bassins versants, peut être extraite. L'endokarst est donc un support privilégié pour les reconstitutions géodynamiques, paléogéographiques et l'analyse des impacts anthropiques et climatiques dans les dynamiques environnementales (Nehme, 2013).

2. Problématiques de travail, méthodologie et développements de l'étude

2.1. Travail de terrain et stratégie d'échantillonnage

L'objectif principal de ces travaux de thèse est de quantifier le processus d'incision des vallées dans la moitié orientale des Pyrénées, et d'essayer d'en identifier des sources (forçages internes, externes, eustatisme) relativement aux enregistrements obtenus.

Afin de circonvenir au mieux la problématique, la thèse est focalisée sur trois bassins versants en France (Ariège, Aude, Têt ; Figure 0.4). En effet :

- L'un est étroitement lié à la Méditerranée et à la crise de salinité messinienne : le bassin versant de la Têt disposant de neuf niveaux de galeries épiphréatiques. Ce chantier avait livré de premiers résultats sur deux niveaux (Calvet *et al.*, 2015) préalablement à ma thèse ;
- Un autre secteur appartenant à la Zone nord-pyrénéenne et se trouvant en relation avec le bassin aquitain, qui est le secteur de Tarascon-sur-Ariège. Cette zone a somme toute subi l'influence de cycles glaciaire/interglaciaire anté-würmiens ce qui en fait un objet particulièrement intéressant du fait de la remise en charge de certains grands réseaux lors des périodes d'englacement. Le dénivelé dans cette vallée est d'environ 1 km sous l'aplanissement miocène et une partie de l'échantillonnage a déjà été réalisé dans le secteur de Niaux – Lombrives, ainsi que durant le M2R d'Audry Bourdet financé par le programme en 2014. Des âges préliminaires pliocènes avaient été obtenus mais les échantillons n'avaient pas tous été traités convenablement ;

- Enfin, des secteurs complémentaires en relation avec la façade atlantique, où l'incision s'affranchit de la problématique des cycles glaciaires sont également en cours d'exploration, au niveau de la vallée voisine de l'Hers ainsi que du plateau de Sault. Par ailleurs la haute-vallée de l'Aude est également à l'étude.

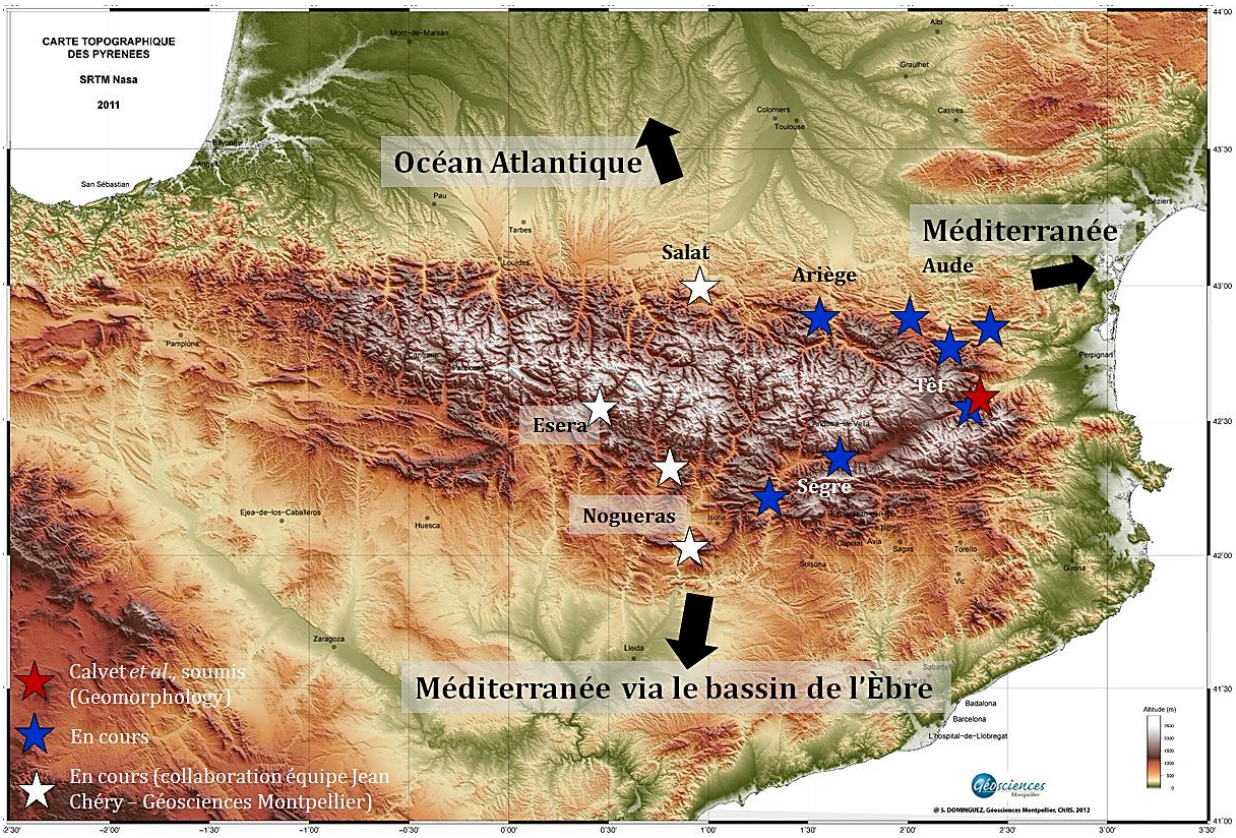


Figure 0.4 : Chantiers d'études des systèmes karstiques étagés selon les différents projets. Les étoiles bleues représentent les travaux en cours de notre équipe ou les chantiers envisagés, les étoiles blanches les sites échantillonnés dans le cadre d'une collaboration avec Géosciences Montpellier (UMR 5243).

2.2. Techniques utilisées et développements

Il convient tout d'abord d'identifier les niveaux karstiques horizontaux ou les vestiges de ceux-ci. Chaque portion de réseau ainsi trouvée est étudiée en détail afin d'y confirmer la présence de marqueurs de paléo-circulations en régimes noyé et/ou épinoyé, et d'étudier les relations entre ces marqueurs et les dépôts alluviaux lorsqu'ils sont présents.

Ces observations qualitatives sont indissociables de travaux quantitatifs afin de circonvenir au mieux la période de fonctionnement d'une cavité, et d'obtenir des jalons du creusement des vallées au cours du temps. L'approche employée pour caractériser la durée d'enfouissement des alluvions fluviatiles intrakarstiques repose sur un principe initié par D.

Granger et son équipe sur la Mammouth Cave (Granger *et al.*, 1997). Pour ce faire, cette équipe puis d'autres ultérieurement ont largement utilisé la décroissance radioactive des nucléides cosmogéniques ^{10}Be et ^{26}Al, qui sont considérés comme étant produits avec un rapport ^{26}Al/^{10}Be en surface de 6,61. Cette technique dite « de datation par âge d'enfouissement » s'est largement démocratisées depuis et a été améliorée, en faisant un outil de datation fiable. Cependant des limites subsistent toujours, notamment sur la durée temporelle, auxquelles nous avons tenté de remédier au cours de ces travaux par l'utilisation combinée de ces deux nucléides radioactifs avec le nucléide cosmogénique stable ^{21}Ne.

Afin d'améliorer ces techniques, des croisements avec des méthodes dosimétriques ont été employées (OSL, ESR). Ces méthodes n'avaient au préalable pas été testées sur des alluvions fluviatiles intrakarstiques.

2.3. Organisation du manuscrit

Le manuscrit de thèse s'articule en sept chapitres :

- Les deux premiers chapitres traitent d'une part de la chaîne pyrénéenne et de son histoire, avec une attention particulière portée à son évolution récente. Cette dernière partie met en lumière les débats à l'origine de cette étude et synthétise des données récemment acquises par des équipes de recherches s'intéressant à l'évolution Plio-Quaternaire de l'orogène. Le second chapitre s'intéresse quant à lui dans un premier temps aux processus de production des sédiments dans les bassins versants et aux vecteurs de ses sédiments, avant de se focaliser sur les processus de karstogenèse et l'intérêt du karst comme enregistreur de l'incision des vallées ;
- Les chapitres trois et quatre portent tous deux sur les outils de datation utilisés au cours de ces travaux de thèse. Le premier cité traite de la formation et des spécificités des nucléides cosmogéniques ^{10}Be, ^{26}Al, ^{21}Ne et ^{14}C, utilisés (ou que nous avions un temps envisagé d'utiliser) pour produire les enregistrements. Il détaille également les techniques de production des données du sédiment jusqu'aux résultats, et les développements réalisés, que ce soit au CEREGE d'Aix-en-Provence ou bien au CRPG de Nancy. Le quatrième chapitre aborde lui les méthodes dosimétriques que sont la Résonance paramagnétique électronique (ESR) et la Luminescence optiquement stimulée (OSL). Il présente directement une synthèse des résultats ESR obtenus pour toutes les vallées étudiées que nous envisageons de publier, ainsi que les conclusions qui semblent s'imposer quant à l'utilisation de cet outil en contexte montagneux ;

- Les trois chapitres suivants sont des synthèses sous forme d'articles des résultats obtenus *via* l'utilisation des nucléides cosmogéniques sur les alluvions intrakarstiques concernant chaque vallée étudiée. Le cinquième chapitre traite de l'évolution présumée du processus d'incision de la vallée de la Têt du Burdigalien à l'actuel dont la version révisée a été soumise à *Quaternary Geochronology*. Le sixième chapitre porte sur l'évolution présumée de la vallée de l'Ariège du Langhien jusqu'au Quaternaire. Enfin, le septième chapitre comporte une synthèse des résultats acquis pour la vallée de l'Aude et la haute-vallée de l'Agly. Chaque projet d'article contient des considérations méthodologiques inhérentes aux difficultés connues durant ces travaux de thèse ;
- Pour finir, le manuscrit comporte une dernière partie présentant une vision synthétique de l'ensemble des taux d'incision et des paléotaux de dénudation acquis, et une comparaison spatiale à la lumière de travaux menés par d'autres équipes (vallées de la Noguères et du Salat par Montpellier, ou encore Pays Basque par Philippe Audra). Cette dernière partie présente également quelques perspectives d'études, qu'il s'agisse de méthodologie, de l'orogène, ou de l'application de la méthode à d'autres zones.

Références bibliographiques de l'introduction

Argand, E. **1924**. La Tectonique de l'Asie, *Extrait du Compte-rendu du XIIIe Congrès géologique international 1922* (Liège), 1(5), pp. 171-372

Audra P., Palmer A.N. **2013**. The Vertical Dimension of Karst: Controls of Vertical Cave Pattern. *In*: John F. Shroder (Editor-in-chief), Frumkin, A. (Volume Editor) *Treatise on Geomorphology*, Vol 6, *Karst Geomorphology*, San Diego, Academic Press, p. 186-206.

Avouac, J.P., and Burov, E. **1996** Erosion as a driving mechanism of intracontinental mountain growth, *Journal of Geophysical Research*, 101, 17747-17769.

Babault, J., van den Driessche, J., Bonnet, S., **2005**. Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain. *Tectonics* 24, TC2010, doi:10.1029/2004TC001697.

Balco, G. & Shuster, D.L. 2009. ^{26}Al–^{10}Be–^{21}Ne burial dating. Earth and Planetary Science Letters, 290, 570-575.

Beaumont, C., Fullsack, P., and Hamilton, J. **1992** Erosional control of active compressional orogens, *in McClay, K.R., ed., Thrust Tectonics: London, Chapman and Hall*, 1-18.

Bookhagen, B., Thiede, R.C., Strecker, M.R., **2005**. Late Quaternary intensified monsoon phases control landscape evolution in the northwest Himalaya. *Geology* 33, 149.

Burbank, D.W., Blythe, E., Putkonen, J., Pratt-Sitaula, B., Gabet, E., Oskin, M., Barros, Ojha, T.P., **2003**. Decoupling of erosion and precipitation in the Himalayas. *Nature* 426, 652–5.

Calvet M. **1996**. Morphogenèse d'une montagne méditerranéenne : les Pyrénées orientales. Documents du BRGM, Orléans, n° 255, 3 vols., 1177 p.

Calvet M., Gunnell Y. **2008**. Planar landforms as markers of denudation chronology: an inversion of East Pyrenean tectonics based on landscape and sedimentary basin analysis. *In: Gallagher K., Jones S.J., Wainwright J. (eds), Landscape Evolution: Denudation, Climate and Tectonics Over Different Time and Space Scales, Geological Society, London, Special Publications*, 296, 147–166.

Camus, H. **2003**. Vallée et réseaux karstiques de la bordure carbonate sud cévenole. Thèse de doctorat. Université Michel Montaigne – Bordeaux III.

Champagnac, J.-D., Molnar, P., Sue, C., Herman, F., **2012**. Tectonics, climate, and mountain topography. *J. Geophys. Res.* 117

Chevrot S., Sylvander M., Delouis B. **2011**. A preliminary catalog of moment tensors for the Pyrenees. *Tectonophysics*, 510, 239-251.

Davis, W.M. **1899**. The geographical cycle, *Geogr. J.*, 14, 481-504

Davis, M, Matmon, A., Fink, D., Ron, H., & Niedermann, S. **2011**. Dating Pliocene lacustrine sediments in the central Jordan Valley, Israel —Implications for cosmogenic burial dating. *Earth and Planetary Science Letters*, 305, 317-327

Delcaillau, B. **2004**. Relief et tectonique récente : nouveau précis de Géomorphologie, Vuibert, 259 pp.

Egholm, D.L., Nielsen, S.B., Pedersen, V.K., Lesemann, J.-E., **2009**. Glacial effects limiting mountain height. *Nature* 460, 884–7

Ehlers T.A., Poulsen C.J. **2009**. Influence of Andean uplift on climate and paleoaltimetry estimates, *Earth and Planetary Science Letters* 281 238–248; doi : 10.1016/j.epsl.2009.02.026

Galy, V., France-Lanord, C., Beyssac, O., Faure, P., Kudrass, H., Palhol, F., **2007**. Efficient organic carbon burial in the Bengal fan sustained by the Himalayan erosional system. *Nature* 450, 407–10.

Genti, M., Chery, J., Vernant, P., and Rigo, A. **2015**. Impact of gravity forces and topography denudation on normal faulting in Central–Western Pyrenees: Insights from 2D numerical models, *Comptes Rendus Geoscience*, 201(2), 947–964

Gibson, M., Sinclair, H.D., Lynn, G.J., Stuart, F.M., **2007**. Late- to post-orogenic exhumation of the Central Pyrenees revealed through combined thermochronologial data and modelling. *Basin Research,* 19, 323–334.

Gilbert, G.K. **1897** Report on the Geology of the Henry Mountains, Geographical and Geological Survey of the Rock Mountains Region, United States Department of the Interior, Washington DC.

Godard, V., Bourlès, D. L., Spinabella, F., Burbank, D. W., Bookhagen, B., Fisher, G. B., ... & Léanni, L. **2014**. Dominance of tectonics over climate in Himalayan denudation. *Geology*, G35342-1.

Goula X., Olivera C., Fleta J., Grellet B., Lindo R., Rivera L.A., Cisternas A., Carbon D. **1999**. Present and recent stress regime in the eastern part of the Pyrenees. *Tectonophysics*, 308, 487-502.

Granger, D.E., Kirchner, J.W., Finkel, R.C. **1997**. Quaternary downcutting rate of the New River, Virginia, measured from differential decay of cosmogenic ^{26}Al and ^{10}Be in cave-deposited alluvium. *Geology* 25, 107–110.

Gunnell Y., Zeyen H., Calvet M. **2008**. Geophysical evidence of a missing lithospheric root beneath the Eastern Pyrenees: consequences for post-orogenic uplift and associated geomorphic signatures. *Earth and Planetary Science Letters*, 276, 302-313.

Gunnell Y., Calvet M., Brichau S., Carter A., Aguilar J.P., Zeyen H. **2009**. Low long-term erosion rates in high energy mountain belts: insights from thermo- and biochronology in the Eastern Pyrenees. *Earth and Planetary Science Letters*, 278, 208-218.

Husson, E. 2013. Interaction géodynamique/karstification et modélisation géologique 3D des massifs carbonatés : Implication sur la distribution prévisionnelle de la karstification. Exemple des paléokarts crétacés à néogènes du Languedoc montpelliérain. Thèse de doctorat. Université de Montpellier II, Sciences et techniques du Languedoc.

Jolivet M., Labaume P., Monié P., Brunel M., Arnaud N., Campani M. **2007**. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the south Pyrenean basement thrust system (France-Spain), *Tectonics*, 26(TC5007) doi:10.1029/2006TC002080

Lacan, P. **2008**. Activité sismotectonique plio-quaternaire de l'ouest des Pyrénées. Thèse de doctorat. Université de Pau et des Pays de l'Adour, 292 pp.

Lacan P., Ortuño M. **2012**. Active Tectonics of the Pyrenees: A review. Journal of Iberian *Geology*, 38, 1, 9-30.

Lacan P., Nivière B., Rousset D., Sénéchal P. **2012**. Late Pleistocene folding above the Mail Arrouy Thrust,North-Western Pyrenees (France). *Tectonophysics*, 541–543, 57-68.

Larue, J.-P. **2003**. L'encaissement de l'Allier et de la Loire supérieure et moyenne (France) au Pliocène et au Pléistocène, *Géomorphologie*, 3, pp. 135-150.

Lavé, J. & Lague, D. **2012**. L'incision fluviale des orogènes actifs. *Géochronique*, 124, 30-32.

Mattauer, M. & Henry, J., **1974**, Mesozoic-Cenozoic orogenic belts, Data for orogenic studies, *Spec. Publ. Geol. Soc. London*, 4, 3-22.

Metcalf, J.R., Fitzgerald, P.G., Baldwin, S.L., Muñoz, J.A. **2009**. Thermochronology of a convergent orogen: Constraints on the timing of thrust faulting and subsequent exhumation of the Maladeta Pluton in the Central Pyrenean Axial Zone, *Earth and Planetary Science Letters,* 287, 488–503.

Molnar, P., and England, P. **1990** Late Cenozoic uplift of mountain ranges and global climate change: chicken or egg ?, *Nature*, 346, 29-34.

Molnar, P. **2003**. Nature, nurture and landscape. *Nature*, 426, 11–13.

Montero Lopez, M.C., Hongn, F.D., Strecker, M.R., Marrett, R., Seggiaro, R., & Sudo M. 2010. Late Miocene–early Pliocene onset of N–S extension along the southern margin of the Central Andean Puna Plateau: Evidence from magmatic, geochronological and structural observations. *Tectonophysics*, 494(1–2), 48–63 ; http://dx.doi.org/10.1016/j.tecto.2010.08.010

Nehme, C. **2013**. Apport de l'endokarst dans la reconstitution des paléogéographies et des environnements passés du Mont Liban : application aux vallées de Nahr Antelias et de Nahr el-Kelb. Université de Grenoble; Université Saint-Joseph (Beyrouth). Département de géographie.

Ortuño M., Marti A., Martin-Closas C., Jimenéz-Moreno G., Martinetto E., Santanach P. **2013**. Palaeoenvironments of the Late Miocene Prüedo Basin: implications for the uplift of the Central Pyrenees. *Journal of the Geological Society, London*, 170, 79-92. doi: 10.1144/jgs2011-121.

Palassou, P.B. **1781**. Essai sur la minéralogie des Monts-Pyrénées, Paris, Didot jeune, XX-346 p., 12 planches et 10 cartes

Palmer A.N. **2007**. Cave Geology, *Cave Books, Cave Research Foundation*, Dayton, 454 p.

Penck, W. **1924** Die Morphologische Analyse: Ein Kapital der Physikalischen Geologie, Engelhorn, Stuttgart.

Pous J., Muñoz J.A., Ledo J.J., Liesa M. **1995**. Partial melting of subducted continental lower crust in the Pyrenees. *Journal of the Geological Society of London*, 152, 217-220.

Pruvost, P. **1930**. Sédimentation et subsidence : centenaire de la société géologique de France, livre jubilaire 1830-1930, t.2, pp. 545-564.

Reiners, P.W., Ehlers, T. a, Mitchell, S.G., Montgomery, D.R., **2003**. Coupled spatial variations in precipitation and long-term erosion rates across the Washington Cascades. *Nature* 426, 645–7.

Scherler, D., Bookhagen, B., & Strecker, M. R. **2013**. Tectonic control on 10Be-derived erosion rates in the Garhwal Himalaya, India. *Journal of Geophysical Research: Earth Surface*.

Sibuet, J.-C., Srivastava, S. & Sparkman, W. **2004**. Pyrenean orogeny and plate kinematics. *Journal of Geophysical Research*, 109(B08104), 1-18.

Schmitt, L., Maire, G. & Humbert, J. **2001** - La puissance fluviale : définition, intérêt, et limites pour une typologie

hydro-géomorphologique de rivières, *Zeitschrift für Geomorphologie*, 45, 2, pp. 201-224.

Sinclair H.D., Gibson M., Naylor M., Morris R.G. **2005**. Asymmetric growth of the pyrenees revealed through measurement and modeling of orogenic fluxes, *American Journal of Science*, 305, 369–406

Souriau, A. & Pauchet, H., **1998**, A new synthesis of Pyrenean seismicity and its tectonic implications, *Tectonophysics*, 290, 221-244.

Stern, C.R. **2011**. Subduction erosion: Rates, mechanisms, and its role in arc magmatism and the evolution of the continental crust and mantle, *Gondwana Research*, doi: 10.1016/j.gr.2011.03.006.

Thiede, R.C., Bookhagen, B., Arrowsmith, J.R., Sobel, E.R., Strecker, M.R., **2004**. Climatic control on rapid exhumation along the Southern Himalayan Front. *Earth Planet. Sci. Lett.* 222, 791–806.

Vanderberghe, J. **1995**. Timescales, climate and river development, *Quaternary Science Rev.*, 22, 2053-2060,

Vanderberghe, J. **2002**. The relation between climate and river processes, landforms and deposits during the Quaternary, *Quaternary International*, 91, 17-23.

Vanderhaeghe, O. & Grabkowiak, A. **2014**. Tectonic accretion and recycling of the continental lithosphere during the Alpine orogeny along the Pyrenees. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 185, 143-155.

Vissers, R.L.M. & Meijer, P.T. **2012**. Iberian plate kinematics and Alpine collision in the Pyrenees. *Earth Science Reviews*, 114(1-2), 61-83.

Weisrock, A. **2002** - L'incision des vallées : une question de temps, *Revue Géographique de l'Est*, 4, pp. 155-161.

Wegener, A. 1915. Die Entstehung der Kontinente und Ozeane, ed. Friedrich vieweg & sohn

Willett, S. D. (Ed.). **2006**. Tectonics, climate, and landscape evolution (Vol. 398). Geological Society of America.

Whipple, K.X., **2009**. The influence of climate on the tectonic evolution of mountain belts. *Nature Geoscience* 2, 97–104.

Chapitre Premier

Les Pyrénées et leur énigmatique évolution post-orogénique



Estany Grau et Estany del Mig au pied du Puig Péric (Camporells), dont les eaux alimentent la Basseta, un des petits cours d'eau à la source de l'Aude

« Les montagnes ne vivent que de l'amour des hommes. Là où les habitations, puis les arbres, puis l'herbe s'épuisent, naît le royaume stérile, sauvage, minéral ; cependant, dans sa pauvreté extrême, dans sa nudité totale, il dispense une richesse qui n'a pas de prix : le bonheur que l'on découvre dans les yeux de ceux qui le fréquentent »

G. Rébuffat

Actuellement, les Pyrénées font l'objet de nombreux débats et d'une nouvelle dynamique de recherche, portée par la succession de plusieurs projets d'ampleurs (ANR, RGF-BRGM, etc.). Ces nouvelles études, intégrant de nouvelles données et de nouveaux concepts et modèles ont remis en cause les concepts préexistants ou ont remis au goût du jour des modèles qui avaient été abandonnés.

De nouvelles techniques se sont développées et démocratisées telles que la thermochronologie basse température, l'utilisation des nucléides cosmogéniques produits in situ, ou encore la spectroscopie Raman sur matière carbonée et les analyses isotopiques. Leurs applications dans les Pyrénées ont permis d'apporter des données novatrices qu'il convient d'intégrer.

De nouvelles études émergent donc à diverses échelles spatio-temporelles. L'avènement de nouvelles techniques permet également de s'intéresser avec une plus grande précision à des échelles de temps sous-contraintes pour lesquelles des débats intenses perdurent, comme c'est le cas pour l'évolution récente de l'orogène.

Ce chapitre se propose de présenter brièvement le contexte géologique général de l'étude, à l'heure de la rédaction de ce manuscrit, impliquant que certains concepts présentés sont ou seront bientôt remis en cause. Cette présentation contextuelle ne se veut pas exhaustive et est centrée sur les concepts et les objets à l'origine de ces travaux de thèse.

Note to anglophone readers:

Currently, numerous debates regarding the Pyrenees impulsed a new research dynamic sustained by of numerous successive projects (National Research Agency, French Geological Survey, etc.). These on-going studies generate new data as well as new concepts and models that questioned pre-existing concepts or have backer-activated interest in models that had been abandoned.

These new studies benefit and rely on techniques that have recently emerged, such as low temperature thermochronology, terrestrial cosmogenic nuclides, Raman spectroscopy on carbonaceous materials, or isotopic analyzes, whose data shall be considered while modeling.

Giving access to different spatio-temporal scales, the recently developed techniques allow to more precisely focusing on sub-constrained time scales for which intense debates persist, as is the case for the recent evolution of the orogen.

This chapter proposes to present briefly the general geological context of the study at the time of the writing of the manuscript, that is to say that the concepts presented are or will soon be in doubt. This contextual presentation is not meant to be exhaustive and focuses on the concepts and objects at the origin of this work. This chapter is in French but the objectives developed are presented briefly in relation to the description given in the articles corresponding to each study area.

Contenu du chapitre 1

1- Présentation du contexte géographique 27
2- Les grandes structures et zones des Pyrénées 28
2.1- Le bassin Aquitain : le rétro bassin d'avant pays Nord 28
2.2- La Zone nord pyrénéenne (ZNP) : le rétro prisme orogénique 29
2.3- La zone axiale (ZA) 30
2.4- La Zone sud pyrénéenne (ZSP) : le pro prisme orogénique 32
2.5- Le bassin de l'Èbre : le pro-bassin d'avant-pays 33
3- Grands événements de l'histoire des Pyrénées 33
3.1- Orogenèse hercynienne 34
3.2- Évolution méso-cénozoïque de la chaîne 35
3.3- L'ouverture du Golfe du Lion et la Crise de salinité messinienne : une influence non négligeable sur la partie orientale des Pyrénées 39
3.3.1- L'ouverture du Golfe du Lion 39
3.3.2- Les fossés d'effondrement de Cerdagne et du Conflent 40
3.3.3- La Crise de salinité messinienne (MSC) 42
4- L'énigmatique évolution post-orogénique des Pyrénées 44
4.1- Sismicité et microsismicité récentes 45
4.1.1- Répartition et origine de l'activité sismique de la chaîne 45
4.1.2- Sismicité dans la partie orientale des Pyrénées 48
4.2- Évolution néogène de l'orogène et débat suscité par les surfaces d'aplanissement culminantes 49
4.2.1- Surfaces d'érosion de haute altitude à faible relief 49
4.2.2- Systèmes karstiques étagés 52
4.3- Évolution des piedmonts et glaciations quaternaires 53
4.3.1- Terrasses alluviales et cône de Lannemezan 53
4.3.2- Glaciations au Quaternaire 56
4.3.3- Dénudation des bassins versants et relation avec l'activité de l'orogène 57
Bibliographie 59

1- Présentation du contexte géographique

La chaîne pyrénéenne fait partie des chaînes alpines formées lors de la fermeture de l'océan Téthys par la convergence entre la plaque Eurasie d'une part et l'Afrique et l'Inde d'autre part. Les chaînes de montagnes qui ont été formées lors du cycle alpin vont de l'Atlas aux Pyrénées en passant par les Alpes, les Carpates, le Caucase et l'Himalaya.

Il s'agit d'une chaîne de montagnes du sud-ouest de l'Europe, formant une barrière géographique de 400 km de long et d'orientation N110° entre la France et l'Espagne. Ses structures se poursuivent le long de la rive sud du Golfe de Gascogne jusque dans les Asturies à l'Ouest, ce qui prolonge cette chaîne de 600 km. L'orogenèse pyrénéenne est aussi responsable de l'apparition de structures tectoniques dans l'arc provençal et a influencé les Cévennes. La largeur de la chaîne est comprise entre 50 et 100 km, et son point culminant est le pic d'Aneto, à 3 404 m d'altitude : la structure est en éventail. La pente est peu marquée au niveau du versant sud, à l'inverse de la tendance observée pour le flanc nord pour lequel l'altitude moyenne décroît rapidement (Figure 1-1). La chaîne est à double vergence et est très asymétrique. Elle est essentiellement déversée vers le sud (Mattaeur, 1968).

La chaîne est bordée par deux bassins d'avant-pays : le bassin de l'Èbre au sud, et le bassin Aquitain au nord.

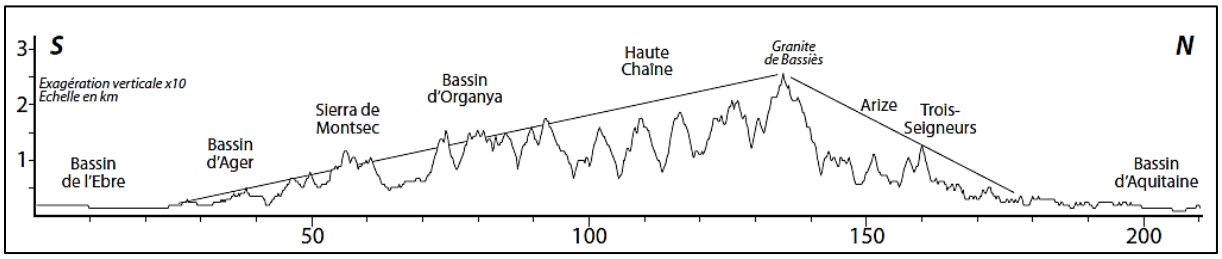


Figure 1-1 : Coupe topographique des Pyrénées à partir d'un MNT SRTM de résolution 90 m (Filleaudeau, 2011). La chaîne est particulièrement asymétrique, la pente pour le versant sud étant plus faible que sur le versant nord. Le versant nord est plus escarpé, notamment du fait d'un travail érosif des rivières plus marqué, et de contrastes climatiques. La structure générale de l'orogène est à double vergence, avec des nappes empilées au sud et des chevauchements redressés au nord.

Du fait de leur position, les Pyrénées sont sous influence océanique au nord et à l'ouest (~ 4/5ème de la chaîne), et sous régime méditerranéen et continental au sud et à l'est. Les effets climatiques qui en résultent sont de forts contrastes entre le nord, qui est sous l'effet de fortes précipitations, et le sud qui bénéficie d'un climat sec et chaud (effet de Foehn).

2- Les grandes structures et zones des Pyrénées

Les Pyrénées sont classiquement découpées en cinq zones tectono-sédimentaires (Figure 1-2) délimitées par quatre failles majeures (Casteras, 1933) : le Chevauchement frontal nord pyrénéen (CFNP), la Faille nord pyrénéenne (FNP), la Faille sud pyrénéenne (FSP) et le Chevauchement frontal sud pyrénéen (CFSP).

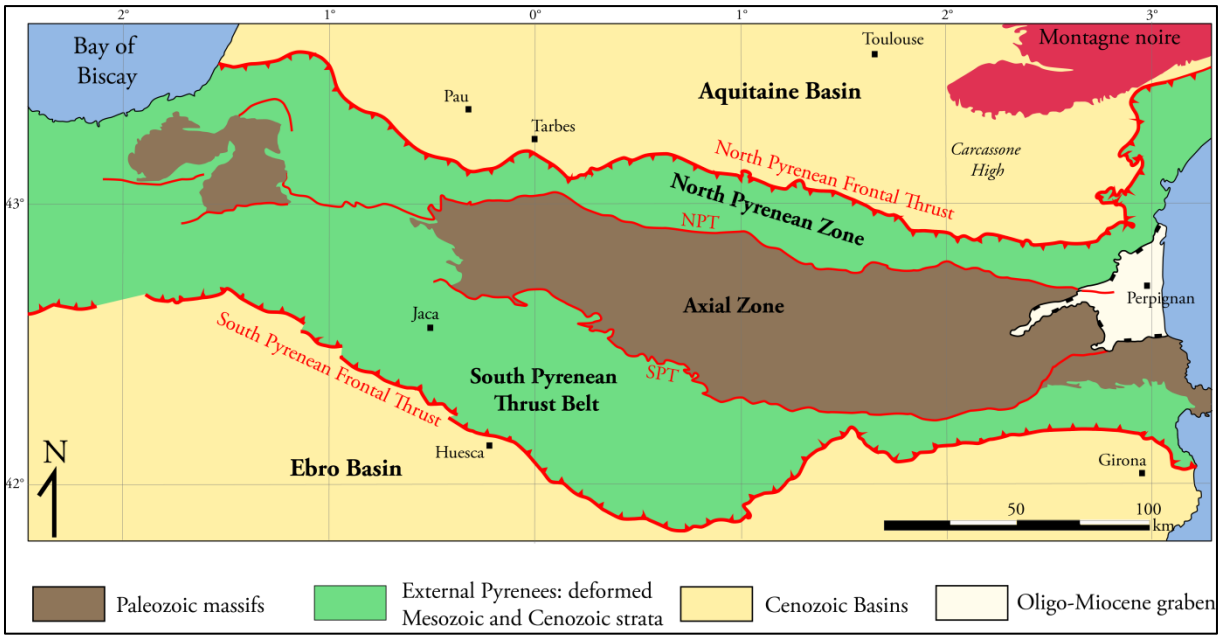


Figure 1-2 : Schéma structural des Pyrénées présentant les principales unités pyrénéennes et les accidents les délimitant. NPT : North Pyrenean Thrust. SPT : South Pyrenean Thrust

2.1- Le bassin Aquitain : le rétro bassin d'avant pays Nord

Il s'agit du bassin flexural d'avant-pays, ou retro-bassin (Figure 1-3), situé au nord de la chaîne pyrénéenne, et qui s'est développé en réponse à la formation du prisme orogénique des Pyrénées (*e.g.*, Desegaulx *et al.*, 1990). Il est délimité au nord par une limite discordante sur le socle hercynien du Massif armoricain et du Massif Central, et par le bassin Parisien auquel il est connecté, et au sud par le Chevauchement frontal nord pyrénéen (CFNP). Son remplissage, très abondant, est majoritairement Crétacé supérieur et Cénozoïque. Il a été déposé sur une série marine datant du Mésozoïque à l'ouest et au centre, et sur les méta-sédiments du Paléozoïque à l'est. Pour l'essentiel, les sédiments sont du « flysch » (7 à 8 km d'épaisseur), et les sous-bassins ont été légèrement déformés à partir de l'Éocène. Les témoins de ces déformations sont des systèmes de chevauchements et de plis, comme au Plantaurel, à Lavelanet et au Mas d'Azil. À partir de l'Éocène, les séries compotent des remplissages détritiques issus de la dénudation de la

chaîne (Babault et Van Den Driessche, 2005), comme les poudingues de Palassou ou encore le cône de Lannemezan (*e.g.*, Mouchené, 2016).

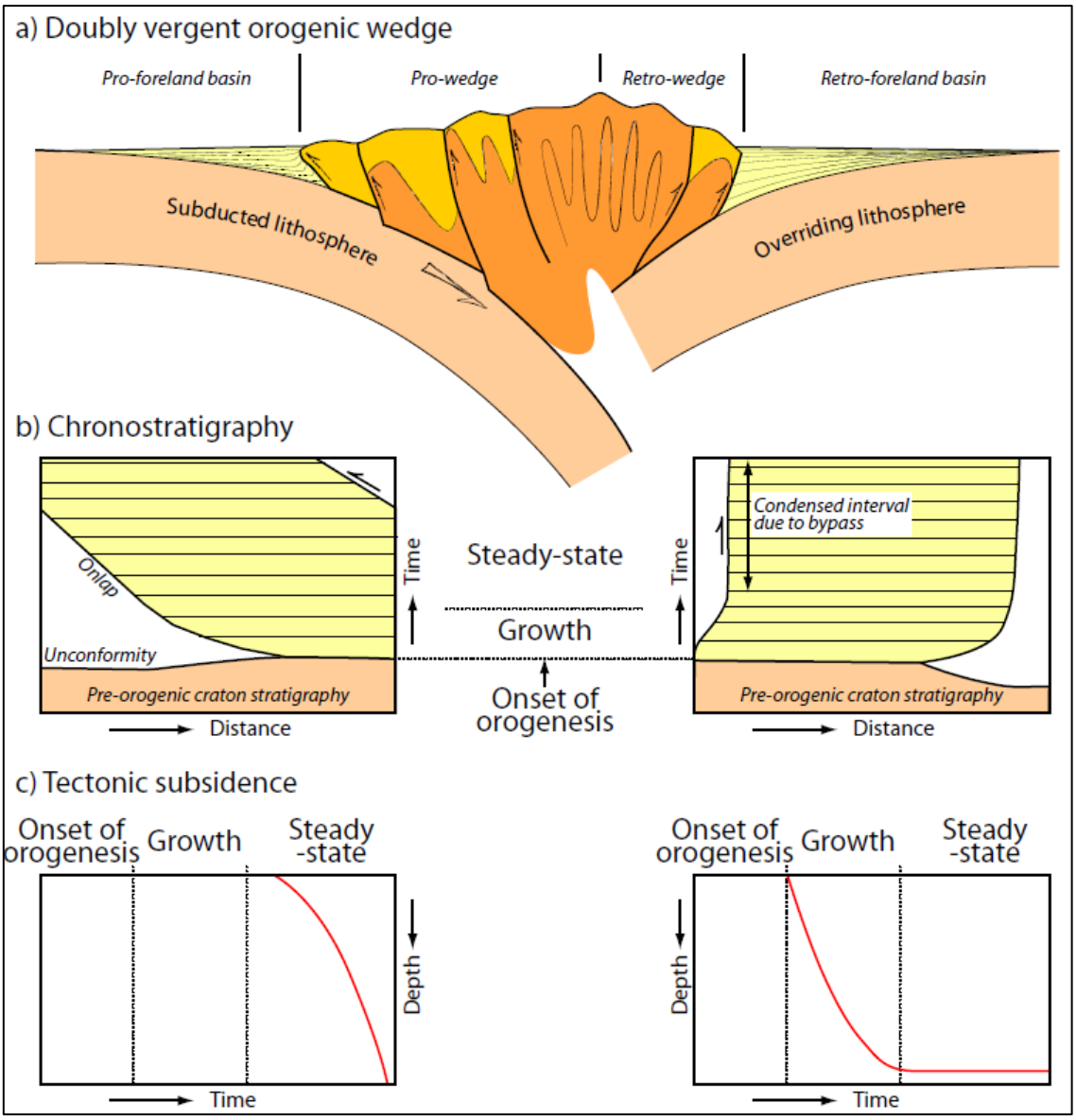


Figure 1-3 : D'après Naylor et Sinclair, 2008. A) Prisme orogénique à double vergence et représentation schématique des zones de pro- et retro-bassins d'avant-pays, réceptacles des produits de la dénudation de la chaîne. Du fait de la charge, la lithosphère s'infléchit. Le remplissage des bassins vient en discordance sur la marge distale. B) Remplissage des bassins d'avant-pays, au cours de la formation de l'orogène à double vergence. C) Évolution de la subsidence des bassins d'avant-chaîne au cours de la formation de l'orogène.

2.2- La Zone nord pyrénéenne (ZNP) : le rétro prisme orogénique

Au nord de la zone axiale (ZA) et de la faille nord-pyrénéenne (FNP), des accidents forment une bande relativement étroite dans les Pyrénées centrales : la zone nord-pyrénéenne

(ZNP). Elle constitue la chaîne de plissement et de chevauchement externe nord pyrénéenne, et forme un bandeau de 10 à 40 kilomètres de large. Ce dernier s'étend de Biarritz à Perpignan avant de remonter vers Narbonne et se prolonge dans la Nappe des Corbières jusqu'à 15 kilomètres à l'ouest-nord-ouest de Béziers.

La ZNP est délimitée au nord par le CFNP sur lequel elle chevauche le bassin Aquitain, et au sud par la FNP. Cette dernière est classiquement considérée comme un accident d'échelle crustale qui marque la frontière entre la plaque eurasiatique et la plaque ibérique (Mattauer, 1968 ; Choukroune and Mattauer, 1978).

Cet ensemble est principalement composé de remplissages mésozoïques de bassins de marges continentales résultant de l'extension entre l'Ibérie et l'Europe, qui cause également la formation de lithosphère océanique dans le Golfe de Gascogne. Ils ont été remplis par ~9 km de sédiments détritiques de type « flyschs » à partir de l'Aptien. Ces formations turbiditiques reposent en discordance sur les séries pré-rift triasiques. L'ensemble de ces séries mésozoïques a été localement métamorphisé à haute température (180 – 295°C à Mauléon et 500-600°C pour Boucheville (*e.g.,* Boulvais *et al.*, 2006, 2007 ; Poujol *et al.,* 2010 ; Fallourd *et al.*, 2014) et basse pression lors de l'Albien et du Cénomanien (110 – 85 Ma), de par la phase d'extension (*e.g.*, Azambre et Rossi, 1976 ; Clerc et Lagabrielle, 2014). Cette phase a également été accompagnée par du magmatisme alcalin. De nombreux plis d'orientation E-W et chevauchements à vergence nord et sud affectent cette zone et traduisent le raccourcissement qu'elle a subi au cours de son histoire, ce dernier étant estimé à une trentaine de kilomètres (Choukroune & Team ECORS, 1989). Ces terrains mésozoïques plissés surmontent un substratum granito-gneissique très écaillé (massifs satellites).

La ZNP inclut également les massifs cristallins dit « externes » (écailles), d'âge Paléozoïque, présents uniquement dans la moitié est des Pyrénées. Des massifs et des brèches de péridotite noyés dans les sédiments sont également observés (Lagabrielle *et al.* 2010). Du fait de l'extension induite par l'ouverture du Golfe de Gascogne, la croûte continentale aurait été très amincie. Cet évènement aurait été accompagné par l'exhumation de péridotites aux degrés de serpentinisation divers et de granulites de la croûte inférieure (Hall et Benett, 1979 ; Vielzeuf et Kornprobst, 1984 ; Jammes *et al.*, 2009 ; Clerc *et al.*, 2012).

2.3- La zone axiale (ZA)

Il s'agit de la zone la plus interne de la chaîne pyrénéenne, et de sa partie culminante. La ZA est délimitée par la FNP au nord et la Faille Sud Pyrénéenne (FSP) au sud. Cette dernière met en contact le socle paléozoïque au nord avec les sédiments mésozoïques au sud. La ZA n'est pas

présente dans toute la chaîne. En effet à l'Ouest, elle disparait sous la couverture mésozoïque. Au sud, la ZA est limitée par plusieurs chevauchements. Au nord de la ZA, un amincissement ainsi qu'une fracturation du substratum peuvent s'observer. Ceux-ci correspondent à la faille nord-pyrénéenne, qui est un ancien accident hercynien remis en mouvement lors de la tectonique pyrénéenne. Cette faille nord-pyrénéenne constitue ainsi une zone de fragilité crustale.

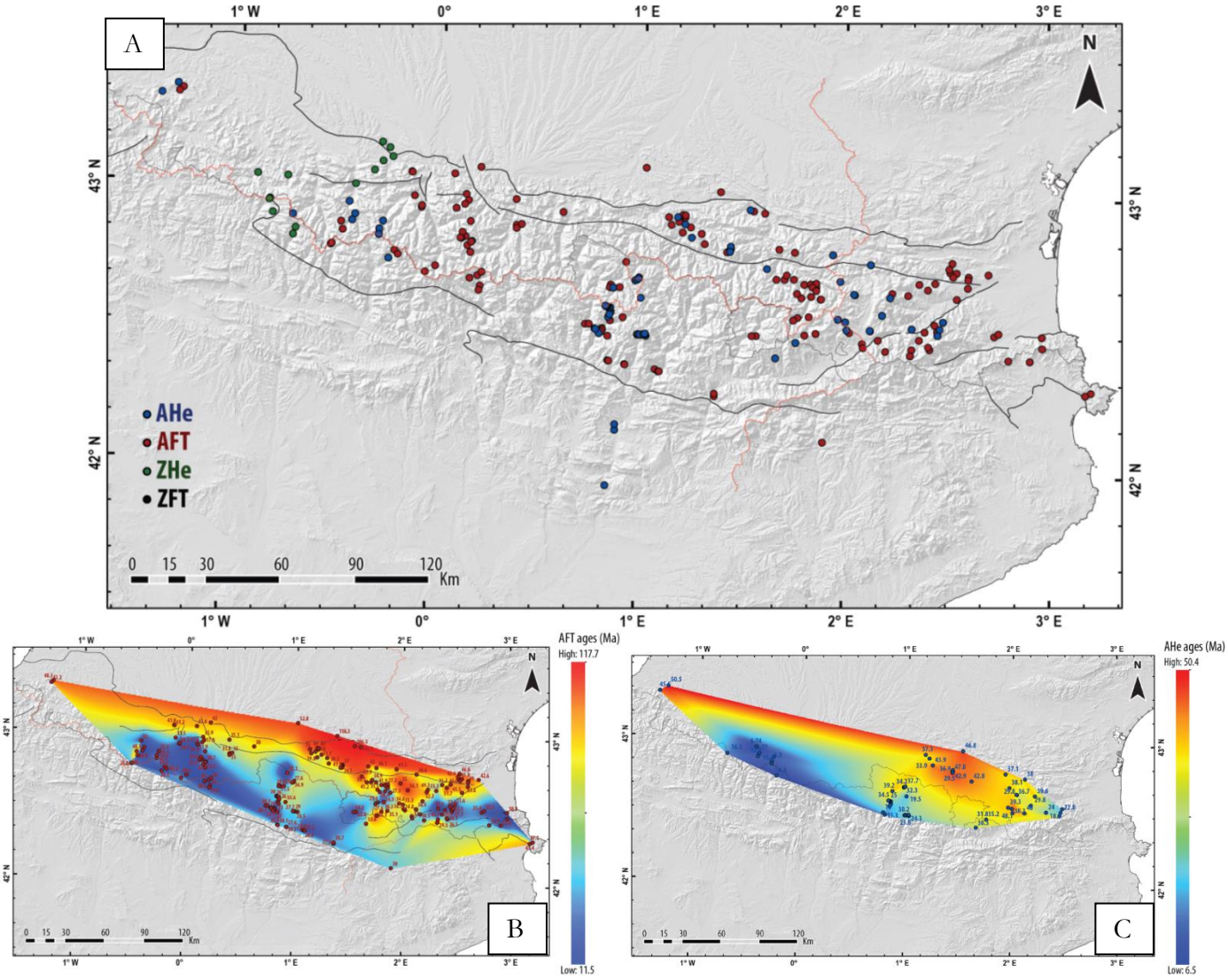


Figure 1-4 : A) Synthèse des données de thermochronologie acquises sur l'orogène pyrénéen en décembre 2016 (Bosch, 2016). Quatre types de données ont été acquises : des analyses AHe (U-Th/He sur apatites), ZHe (U-Th/He sur zircons), AFT (traces de fissions sur apatites) et ZFT (traces de fission sur zircons). Ces données sont présentées relativement aux grandes structures connues des Pyrénées (lignes noires). B) « Surface » d'exhumation obtenue *via* interpolation (méthode des voisins naturels) de données AFT, avec les âges les plus vieux en rouge (Bosch, 2016). C) « Surface » d'exhumation obtenue *via* interpolation, avec les âges les plus vieux en rouge (méthode des voisins naturels) de données AHe (Bosch, 2016). Par manque de données, ce modèle est sous-contraint mais livre toutefois des tendances similaires à la figure B.

La zone axiale est constituée quasi-exclusivement de méta-sédiments paléozoïques de l'orogenèse varisque ainsi que de sédiments d'âge crétacé affleurant à certains endroits, intrudés par des granites durant l'Ordovicien (*e.g.*, Barbey *et al.*, 2001 ; Denèle *et al.*, 2009) puis du Carbonifère supérieur au Permien (avec une phase de déformation ; *e.g.*, Denèle *et al.*, 2011). Les méta-sédiments correspondent à une séquence gréso-pélitique (Néoprotérozoïque supérieur au Cambro-Ordovicien) métamorphisée, de la base au sommet, en micaschistes, marbres et schistes ardoisiers. Ils sont également constitués de séries schisteuses, de poudingues quartzeux et de carbonates, datés de l'Ordovicien supérieur au Carbonifère inférieur. L'ensemble de ces séries métamorphisées est recoupé par plusieurs complexes granitiques intrusifs mis en place vers 300 Ma (granites de Bassiès, d'Ax-les-Thermes, du Campcardos et du Carlit). Les accidents qui affectent la zone axiale sont majoritairement estimés d'âges hercyniens et tardi-hercyniens.

De nombreux travaux de thermochronologie AFT, AHe et ZFT (respectivement traces de fission sur apatite, He sur apatite et traces de fission sur zircon) se sont attachés à décrypter le processus d'exhumation de ces nappes *via* les massifs granitiques (*e.g.,* Morris *et al.*, 1998 ; Fitzgerald *et al.*, 1999 ; Figure 1-4). Dans la synthèse de Mouthereau *et al.* (2014), l'exhumation de ce segment de chaîne aurait débuté au nord puis migré progressivement vers le sud de l'Éocène au Miocène. Le mécanisme d'exhumation durant la phase d'orogenèse alpine serait lié au couplage entre l'érosion, l'empilement de nappes de socle au sud, et le rejeu des accidents tectoniques à N110°. La chaîne pourrait également s'exhumer d'est en ouest (*e.g.*, Whitchurch *et al.*, 2011). Les travaux récents de Bosch (2016), livrent une excellente synthèse des données existantes. Bosch (2016) a interpolé les données AFT et AHe existantes, montrant que l'exhumation de la ZNP serait plus ancienne que celle de la ZA. En outre, les âges d'exhumation AFT les plus anciens se trouvent dans les Pyrénées orientales (106 Ma à Foix ; Morris *et al.*, 1998), contre 48 Ma (AFT) dans les Pyrénées occidentales comme à Mauléon (Vacherat *et al.*, 2014). L'exhumation de la ZA serait plus jeune vers le sud et vers l'ouest. Cependant, les données d'exhumation recueillies dans la ZA orientales sont assez dispersées.

2.4- La Zone sud pyrénéenne (ZSP) : le pro prisme orogénique

La ZSP est délimitée au nord par la FSP et au sud par le Chevauchement frontal sud pyrénéen (CFSP) qui la fait chevaucher l'unité située au sud.

La ZSP est constituée de terrains sédimentaires mésozoïques carbonatée, d'âge triasique à paléocène, qui sont pris dans le prisme orogénique des Pyrénées. Contrairement à la ZNP, la ZSP ne contient pas de massif cristallin. Ces carbonates sont surmontés par des dépôts syn- et post-

orogéniques cénozoïques. Les terrains qui la composent sont également plissés et présentent des chevauchements marqueurs d'une tectonique tertiaire liée à la phase d'orogenèse. Cette zone est caractérisée par un empilement de nappes de couverture migrant en séquence vers le sud, découplées dans le Keuper salifère (Trias), s'enracinant sous la ZA dans les rampes crustales associées à ses unités de socle (*e.g.*, Muñoz, 1992 ; Jolivet *et al.*, 2007). Des bassins de type «piggy-back » se développent au toit de ces unités dès la fin du Crétacé supérieur (*e.g.,* Muñoz *et al.*, 1986 ; Whitchurch *et al.*, 2011 ; Figure 1-5).

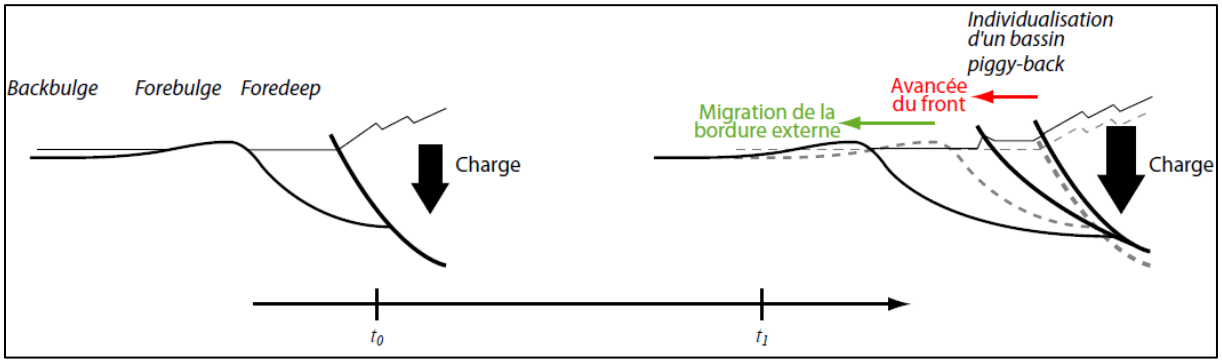


Figure 1-5 : Formation d'un bassin de type piggy-back du fait de la migration de la flexure au cours de l'évolution de l'orogène (Filleaudeau, 2011)

2.5- Le bassin de l'Èbre : le pro-bassin d'avant-pays

Situé au sud du CFSP, il constitue le bassin d'avant-pays méridional des Pyrénées, soit l'équivalant du bassin Aquitain. Il est limité au sud-ouest par la chaîne ibérique et au sud-est par la chaîne catalane.

Il est également constitué d'une succession sédimentaire d'âge cénozoïque se déposant en « onlap » sur la marge sud et pouvant atteindre plusieurs kilomètres d'épaisseur au nord. En effet, le bassin a accommodé la flexure de la lithosphère due au serrage pyrénéen (Desegaulx *et al.*, 1990).

Comme traduit par une transition de sédiments marins vers des sédiments continentaux, l'Èbre devient un bassin endoréique au Priabonien (Vergès *et al.*, 1998).

3- Grands événements de l'histoire des Pyrénées

Les Pyrénées telles qu'elles sont connues actuellement résultent d'une histoire longue et complexe, jalonnée de multiples événements tectoniques se superposant.

3.1- Orogenèse hercynienne

Durant la période Édiacarien – Cambrien inférieur, des sédiments se déposent dans des bassins formés sur la marge active bordée par le Gondwana au nord, et par un arc magmatique insulaire formé du fait de la subduction de l'océan Iapetus sous le Gondwana (*e.g.,* Pereira et al., 2006 ; Shaw et al., 2014). Cette subduction aurait été caractérisée par une rupture de « slab » à l'origine de la fin du cycle cadomien (~550 Ma). Les sédiments de cette période affleurent encore dans les Pyrénées orientales (groupe de Jujols et de Canaveilles ; Laumonier et *al.,* 2004).

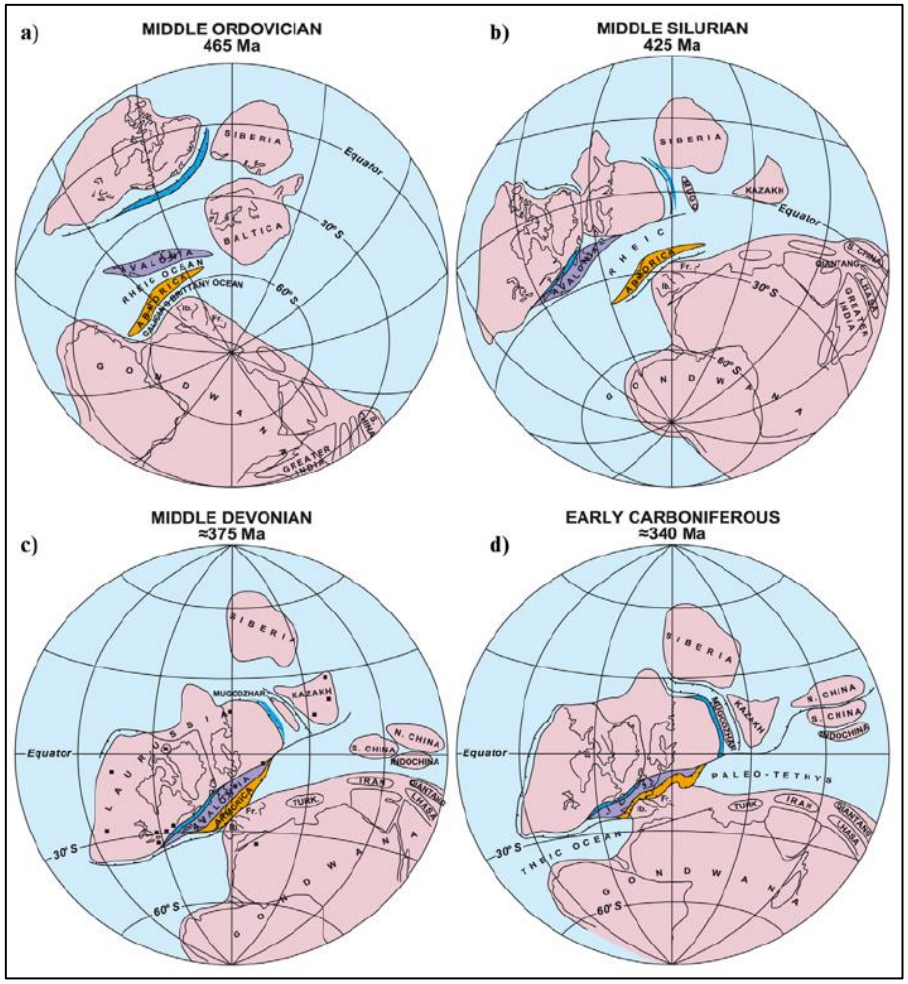


Figure 1-6 : Cinématique des plaques reconstituée de l'Ordovicien au Carbonifère (Matte, 2001). L'arc insulaire est représenté en bleu, la microplaque Avalonia en violet et la microplaque Armorica en orange.

L'océan Rhéïque s'ouvre dès l'Ordovicien (Figure 1-6a), provoquant l'accrétion de bloc péri-Gondwaniens qui se traduit par un métamorphisme barrovien dans les Pyrénées (Matte, 2001) et une phase de magmatisme calco-alcalin à alumineux à la fin de cette période géologique (*e.g.,* Barbey *et al.*, 2001 ; Cocherie *et al.*, 2005).

Au Silurien – Dévonien inférieur, les océans Rhéïque et Galice – Massif Central séparant les continents Laurussia au nord et Gondwana au sud se ferment (Figure 1-6b). Les microcontinents Ibéria-Armorica et Avalonia sont pincés dans la zone de suture. Le domaine pyrénéen se trouve en environnement marin bordé de plateformes carbonatée, en zone externe (Matte, 1986). C'est à cette période, et jusqu'au Carbonifère inférieur, que se déposent les « calcaires griottes » de la fin du Dévonien comme ceux de Villefranche-de-Conflent, ou encore les dépôts turbiditiques (flyschs). Vers ~390 Ma (Dévonien), la phase de collision entre le Gondwana, la Laurussia et les domaines cadomiens débute (Figure 1-6c) : c'est l'orogenèse hercynienne ou varisque. Le domaine pyrénéen enregistre deux phases de déformation durant le Carbonifère (Figure 1-6d). La première phase (~330 – 320 Ma) est caractérisée par un serrage à vergence sud (D1), un métamorphisme de type barrovien et de la migmatitisation de la croûte inférieure. D'après Laumonier *et al.* (2010), les Pyrénées auraient été situées en bordure sud de la zone interne de l'orogène et auraient subi un régime transpressif est-ouest dans un deuxième temps (D2). De nombreux plutons granitiques se mettent en place dans la croûte supérieure durant cette phase (*e.g.*, Denèle *et al.*, 2014 et références associées), modulant la résistance de la lithosphère et la localisation des futures déformations du Mésozoïque.

C'est durant cette orogenèse (~330 – 308 Ma) que se déposent les séries silico-clastiques et turbiditiques d'avant-pays du Mouthoumet, du Pays de Sault, de l'Arize, etc. (Barnolas et Chiron, 1996 ; Devolvé *et al.*, 1998). Ces faciès d'avant-pays, ou « Culm » sont associés à la propagation vers le sud des chevauchements frontaux (Devolvé *et al.*, 1998).

3.2- Évolution méso-cénozoïque de la chaîne

Le Trias est marqué par des fluctuations importantes du niveau de base, avec tout d'abord des dépôts gréseux (Grès Rouges), puis un environnement de dépôt de plateforme avec des calcaires dolomitiques (Muschelkalk), puis de nouveau des dépôts détritiques et évaporitiques au Keuper. Cette dernière couche joue un rôle majeur dans la tectonique pyrénéenne, de par ses diapirs salifères et son rôle de niveau de décollement. Cette période géologique est également marquée par un magmatisme abondant (ophites, magmas alcalins ; *e.g.,* Béziat *et al.*, 1991 ; Rossi *et al.*, 2003 ; Ubide *et al.*, 2014).

De nombreux carbonates visibles actuellement à l'affleurement dans les zones externes se sont formés au Jurassique (Choukroune, 1974), en environnement de plateforme. Une phase prononcée de rifting dans le domaine atlantique se serait déclenchée au Jurassique, provoquant l'ouverture du Golfe de Gascogne au Crétacé (Figure 1-7). L'histoire géologique des Pyrénées fait

encore débat, notamment sur la dynamique de la plaque ibérique par rapport à la plaque européenne. Les différentes reconstructions paléo-cinématiques divergent sur de nombreux points mais s'accordent néanmoins sur d'autres. Un des points communs entre ces reconstructions est la position de l'Ibérie au Crétacé inférieur (Figure 1-7) : elle aurait été située au NW de sa position actuelle. À la fin de l'Aptien (110 Ma), la rotation antihoraire de l'Ibérie, en lien avec l'ouverture du Golfe de Gascogne, aurait fait subir des contraintes extensives et décrochantes au futur domaine pyrénéen (Jammes *et al.* 2009). Ce processus de rifting est caractérisé par le dépôt d'épaisses séries de « flyschs » albiens qui se retrouvent le long de la ZNP ainsi que dans le bassin Aquitain. Il se serait propagé vers l'est d'après les courbes de subsidence (*e.g.,* Brunet, 1991 ; Vergès et Garcia-Senz, 2001 ; Ford *et al.*, 2016) et la thermochronologie basse température sur les « flyschs » (Filleaudeau *et al.*, 2011 ; Fillon *et al.*, 2013).

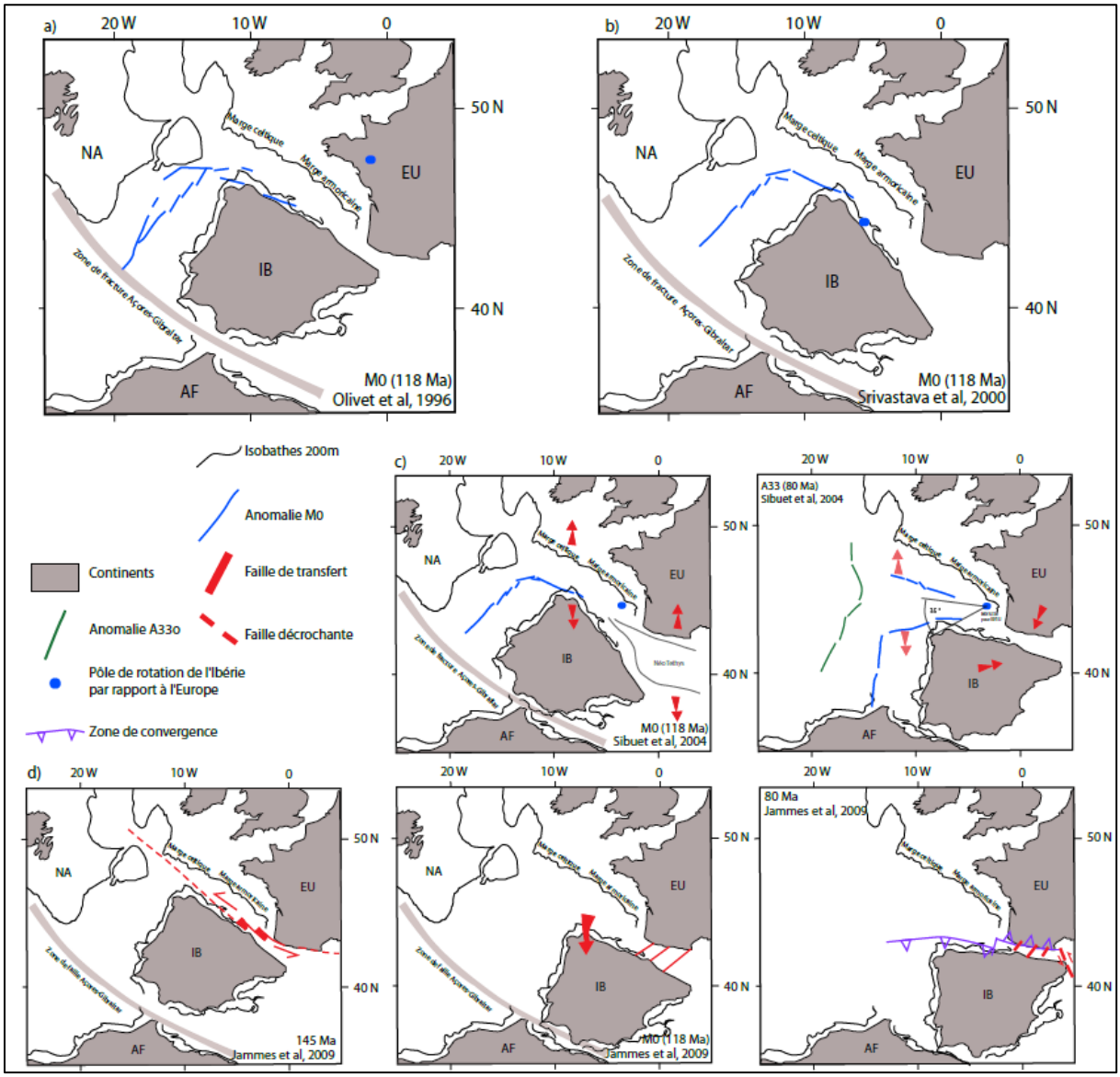


Figure 1-7 : La reconstitution du mouvement de la microplaque ibérique est sujette à controverses, notamment de par les erreurs d'estimations de l'extension pré-accrétion océanique

et de l'interprétation de l'anomalie M0 (*e.g.*, Bronner et al., 2011) de part et d'autre de l'Atlantique. Pour Jammes *et al.*, (2009), la rotation anti-horaire induite par l'ouverture de l'océan Atlantique se produit à l'Aptien et est terminée à la fin de cet âge. Olivet (1996), considérait pour sa part un coulissage durant l'Aptien et une rotation de l'Ibérie par la suite.

À partir du Santonien (~85 Ma) le rifting s'inverse et la phase compressive s'amorce (Jammes *et al.*, 2010). Celle-ci débute à l'est pour ensuite migrer vers l'ouest (Whitchurch *et al.*, 2011). De plus, une asymétrie entre le nord et le sud de l'orogène est observable. La compression se serait initiée au nord pour ensuite migrer vers le sud (Fitzgerald *et al.* 1999). Les accidents extensifs et les bassins crétacés s'inversent. Le nord-est et la zone axiale de la chaîne se soulèvent (*e.g.,* Metcalf *et al.*, 2009 ; Beamud *et al.*, 2011 ; Whitchurch *et al.*, 2011). Cette période est marquée par la transition de dépôts marins vers des dépôts fluviatiles (Filleaudeau *et al.*, 2011).

Au Paléocène, la vitesse de convergence entre l'Afrique et l'Eurasie diminue, peut-être du fait de la collision alpine (~65 Ma) : un domaine marin profond se met en place à l'ouest de la chaîne et une transgression marine a lieu à l'est.

À l'Yprésien, l'Ibérie a un déplacement décrochant dextre, et les taux de raccourcissement augmentent. La collision entre les deux plaques devient véritablement frontale et les bassins s'approfondissent et migrent sous la poussée (piggy-backs). La transgression marine parvient jusqu'aux Corbières à l'est, et se poursuit dans le bassin Aquitain. Des systèmes fluviaux et deltaïques se mettent en place du fait de la surrection de la ZA (*e.g.,* Puigdefabrégas *et al.*, 1986 ; Christophoul *et al.*, 2003). La chaîne pourrait alors avoir atteint une altitude de 2,0 ± 0,5 km (Huyghe *et al.*, 2012).

De l'Éocène supérieur au Miocène, un ultime et lent mouvement de convergence se produit, occasionnant une migration du raccourcissement vers l'ouest. En outre, les travaux de thermochronologie sur la ZA montrent une augmentation de l'exhumation du Lutétien à l'Oligocène, avec des taux de 2 – 4 km/Ma environ (Fitzgerald *et al.*, 1999 ; Sinclair *et al.*, 2005 ; Fillon et Van der Beek, 2012), mais avec des vitesses différentes d'est (Ariège) en ouest (Mouchené, 2016). Ces évènements ont pour effet de fermer les connexions entre le bassin de l'Èbre et le domaine atlantique (Costa *et al.*, 2010). D'après Jammes (2009), c'est durant cet intervalle temporel que les Pyrénées font l'acquisition de leur géométrie actuelle, les contraintes compressives le permettant. Les Pyrénées étaient émergées à l'Oligocène, provoquant une intense dénudation du massif et l'abondant remplissage des piedmonts par des molasses : au nord de la chaîne, se déposent les Poudingues de Palassou (Plaziat, 1981) et la régression marine s'accompagne de la formation d'un système fluviatile coulant vers l'ouest (Serrano *et al.*, 2001) ; au sud, un système fluviatile est-ouest se met en place. Du Rupélien-Chattien au Miocène, le CNFP

s'active et le sud des Pyrénées se soulève. Au Miocène, la convergence entre l'Ibérie et l'Eurasie cesse ce qui se traduit par un soulèvement de la ZA diminuant drastiquement (0,02 km/Ma (Fitzgerald *et al.*, 1999 ; Sinclair *et al.*, 2005 ; Fillon et Van der Beek, 2012)), mais permettant néanmoins la formation des anticlinaux des petites Pyrénées (Mas d'Azil, Lavelanet, Plantaurel). Une excavation tardive de la ZNP vers la transition Aquitanien – Burdigalien, est aussi documentée par Mouchené (2016) via l'étude du cône alluvial de Lannemezan, ainsi qu'une exhumation tardive jusqu'au Langhien (20 – 15 Ma).

Enfin, un retrait maritime vers l'ouest se produit du Miocène supérieur au Pliocène.

Une synthèse de ces événements est présenté Figure 1-8.

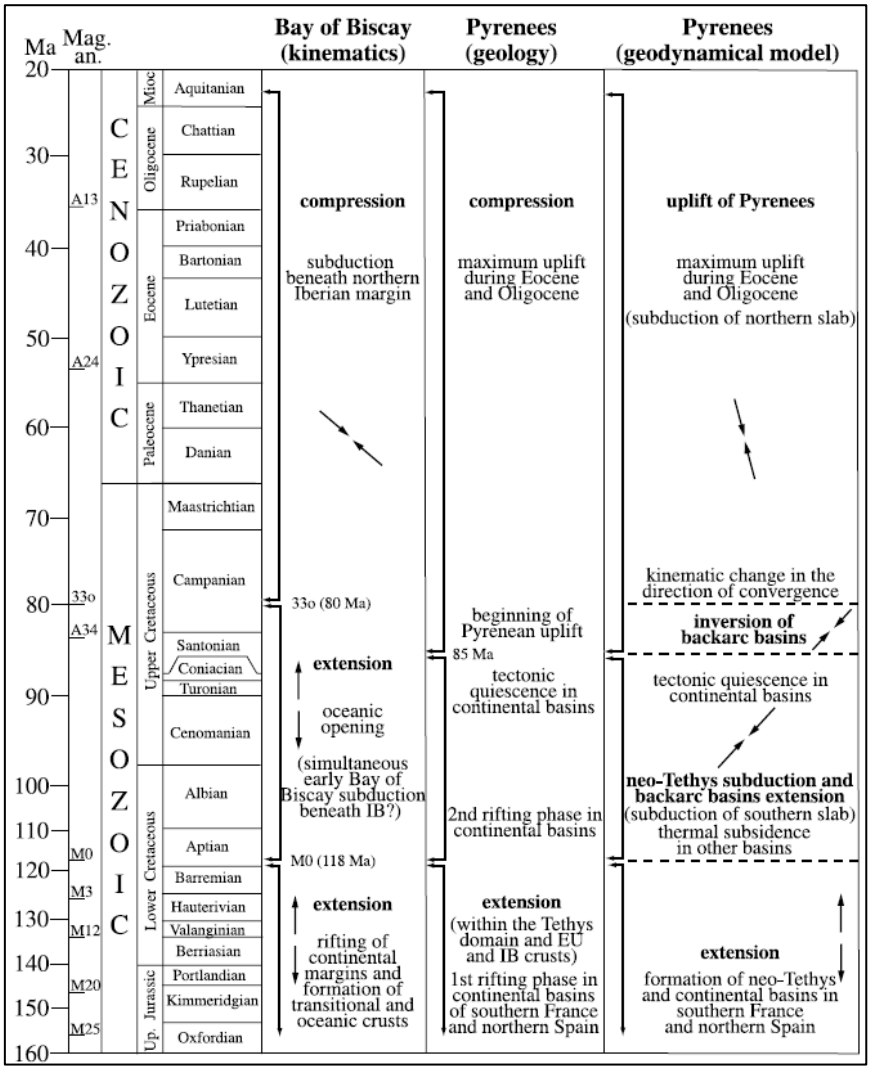


Figure 1-8 : Synthèse des événements tectoniques dans les Pyrénées durant le Mésozoïque et le Cénozoïque suivant plusieurs cadres spatiaux et la géologie (Sibuet *et al.*, 2004).

3.3- L'ouverture du Golfe du Lion et la Crise de salinité messinienne : une influence non négligeable sur la partie orientale des Pyrénées

3.3.1- L'ouverture du Golfe du Lion

Les marges ouest-méditerranéennes ont été formées conséquemment à la rotation du bloc corso-sarde (*e.g.*, Olivet, 1996) limitée par les orogènes bordiers que sont les Alpes à l'est, le Massif Central au nord, et les Pyrénées à l'ouest.

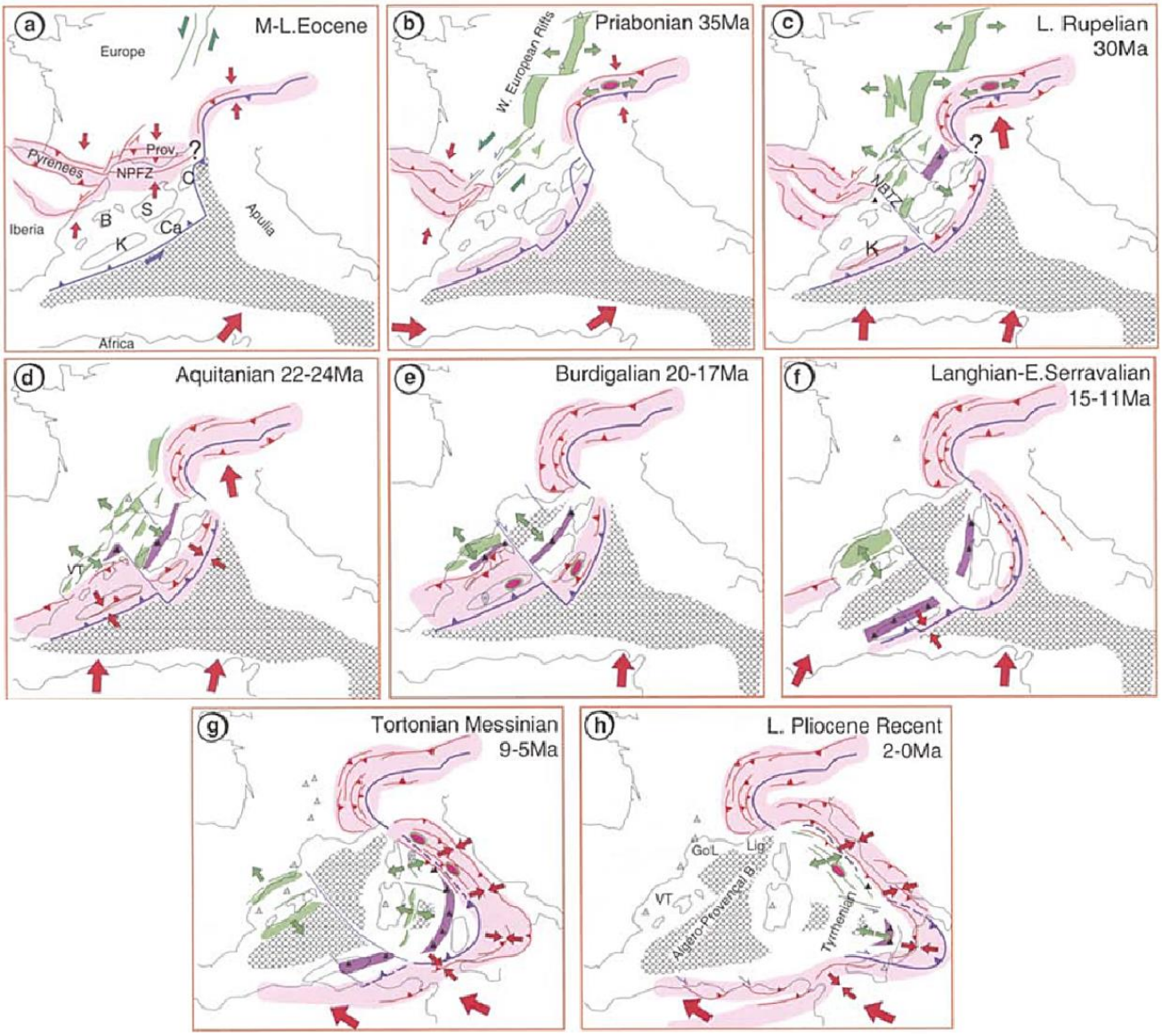


Figure 1-9 : Évolution géodynamique l'espace nord-ouest de la Méditerranée depuis l'Éocène (Séranne, 1999). Le prisme d'accrétion est représenté en rose, les bassins syn-rift en vert, les croûtes continentale et océanique épaissies en gris, et l'arc volcanique en violet.

Le Golfe du Lion peut être considéré comme la marge européenne du bassin d'arrière-arc créé par la subduction de la Téthys vers le nord-ouest. Cette marge est drainée par de nombreux

bassins versants et bénéficie d'apports sédimentaires conséquents du fait de l'omniprésence des reliefs (Duvail, 2008).

L'ouverture du Golfe du Lion débute durant la phase d'orogenèse pyrénéenne (~45 Ma, Figure 1-9a). La phase de rifting aurait débuté à l'Éocène et se serait poursuivie jusqu'à l'Aquitanien (Figure 1-9b-c-d). S'en suit une phase d'accrétion océanique du Burdigalien au Langhien associée à une subsidence thermique post-rifting (Figure 1-9e-f) du fait de la rotation antihoraire du microcontinent corso-sarde et de sa migration vers le sud-est (Figure 1-11). Au Tortonien, la mer Tyrrhénienne s'ouvre avec la migration du rifting arrière-arc vers le sud-est (Figure 1-9g). Ce mouvement se poursuit (Figure 1-9h) et la marge connaît actuellement une subsidence post-rift.

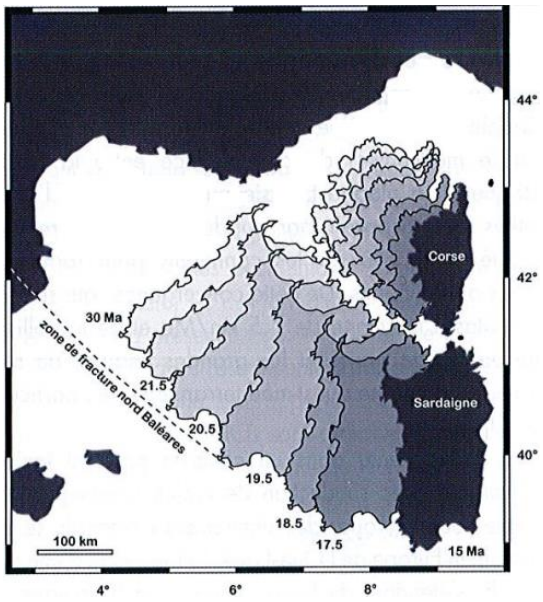


Figure 1-10 : Migration du bloc corso-sarde du Rupélien au Langhien, déduite de données de paléomagnétisme (Gattacceca, 2014)

3.3.2- Les fossés d'effondrement de Cerdagne et du Conflent

Le bassin de Cerdagne, un demi-graben orienté SW-NE, culmine actuellement à près de 1000 m d'altitude et est bordé par de grands massifs comme celui du Carlit, avec des pics à 2900 m environ. Ce bassin résulte d'une intense phase de fracturation du socle du Miocène moyen au Miocène tardif (Tortonien *a priori*), marquée notamment par un glissement dextre de la faille de la Têt qui le borde directement. Cette phase permet la formation d'un lac, le bassin étant marqué par une forte subsidence et un apport sédimentaire faible. Par la suite, à la fin du Tortonien et au Messinien, une intense phase de sédimentation fluviatile (sables et conglomérats) s'achève sous un contexte globalement extensif marqué par un affaiblissement de la tectonique et de la

subsidence. L'épaisseur de sédiments est estimée à 400 – 1000 mètres du fait de la subsidence. Deux unités bien distinctes séparées par une surface interprétée comme étant une discordance angulaire ou une discordance y sont présentes. La *Lower Neogene Unit* est du Tortonien et constitue la majorité des dépôts (400 à 800 m d'épaisseur) avec une succession de dépôts silicoclastiques provenant des massifs cristallins bordiers (granites notamment) déposés par des systèmes fluviatile et lacustre. L'*Upper Neogene Unit* contient des clastes essentiellement carbonatés marquant une transition lithologique brutale, et donc une source sédimentaire différente, probablement localisée au sud du bassin. Il y aurait donc eu une baisse drastique de l'alimentation par des sédiments des massifs situés au nord compensés par des apports plus méridionaux qui est interprétée comme liée au ralentissement de la subsidence du bassin ou bien à une origine tectonique (variations tectoniques, rajeunissement des reliefs portés à l'affleurement, captures causant des changements dans les bassins versants).

Ces dépôts contiennent des diatomites, des argiles et des lignites riches en mammifères, en ostracodes et en végétaux. Les assemblages polliniques y sont datés du Tortonien et du Messinien.

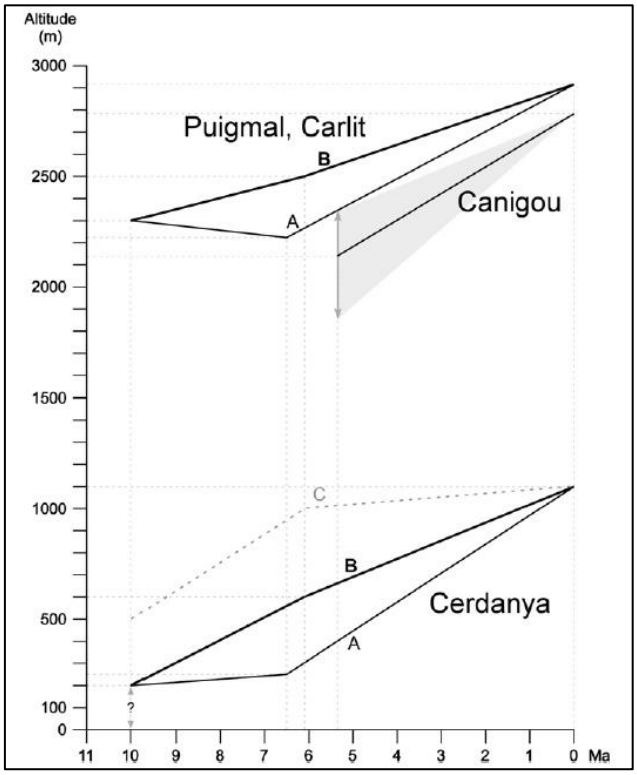


Figure 1-11 : Scénarios d'évolution des altitudes du fossé Cerdan (en bas) et des massifs du Puigmal, du Carlit et du Canigou (en faut) depuis 10 Ma (Suc & Fauquette, 2012). Les doubles flèches indiquent les incertitudes liées à la méthodologie employée. Les options A et B tiennent comptent du jeu de données présenté dans l'article, tandis que l'option C fait référence aux travaux d'Agustí et al. (2006) pour la même section que A.

Les travaux de Suc et Fauquette (2012 ; Figure 1-11) indiquent pour la période 11-9 Ma (Tortonien) que le bassin de Cerdagne était à une faible altitude, assez proche de 200 m. Pour la période 7-6 Ma (Messinien), ils entrevoient deux options : la première implique une altitude d'environ 250 m à 6,5 Ma, ce qui imposerait une brutale surrection depuis cette époque ; la seconde implique une altitude aux alentours de 600 m à 6,1 Ma et conduirait donc à des taux de surrection plus doux et constants de 10 Ma jusqu'à aujourd'hui. Agustí *et al.* (2006) interprète pour sa part la présence de pollen *Abies* et *Picea* comme indiquant que le Puigmal et le Carlit auraient culminé à 2300 mètres pendant la période 11-9 Ma, puis prévoit une décroissance significative des taux de surrection à partir de 6 Ma, ce qui correspond à la deuxième option. Dans tous les cas le fossé cerdan était déjà entouré de hauts massifs cristallins au Tortonien et au Messinien et le massif du Canigou culminait à une altitude élevée aux prémices du Pliocène.

3.3.3- La Crise de salinité messinienne (MSC)

Le concept de MSC a vu le jour suite à la proposition d'interprétation de la dessiccation messinienne d'un forage en Méditerranée faite par Hsü *et al.* (1973). Leur modèle prévoit une baisse de 1500 mètres environ du niveau de base (Figure 1-12), le creusement de grands canyons par les principaux fleuves, et une remise en eau très rapide après rétablissement de la connexion Méditerranée – Atlantique au niveau de Gibraltar il y a 5,33 Ma. Actuellement, la version admise après le CIESM Congress (Roveri *et al.*, 2014), fait état de trois périodes majeures.

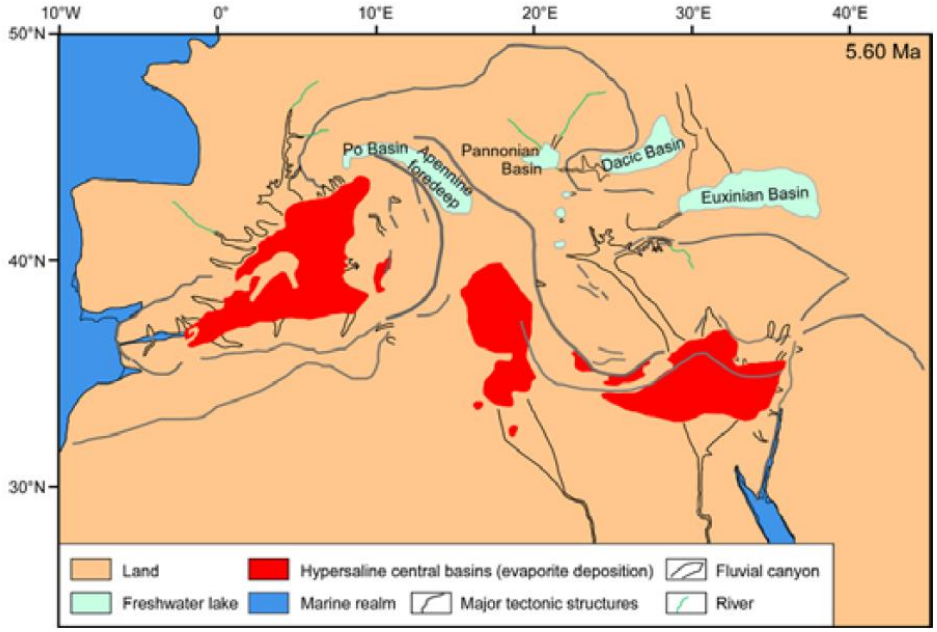


Figure 1-12 : Carte par Bache *et al.* (2012) du bassin méditerranéen et des zones adjacentes durant le pic de la MSC (5,60 – 5,56 ? Ma), représentant les évaporites du bassin central (en rouge), les

canyons en incision, les structures tectoniques majeures et les principaux drains. Le niveau de base était probablement 1600 mètres en-deçà du niveau eustatique global.

La MSC débuterait il y a 5,97 Ma et se poursuivrait jusqu'à 5,6 Ma. Cet événement aurait une origine tectonique : la fermeture progressive du détroit bétique et du corridor du Rif en contexte transpressif qui aurait annihilé tout rééquilibrage eustatique entre l'Atlantique et la Méditerranée. La circulation profonde en Méditerranée ralentirait de manière progressive. Au niveau des bassins marginaux, ce phénomène provoquerait des variations hydrologiques causant le dépôt d'évaporites (Clauzon *et al.*, 1996). Des dépôts turbiditiques et hémi-pélagiques alimenteraient les bassins les plus profonds. Cette chute de 1500 à 2500 mètres du niveau de base est indépendante de variations globales de l'eustatisme, comme en attestent des données de $\delta^{18}O$ (Krijgsman *et al.*, 1999).

La Méditerranée subirait ensuite un recul drastique de sa ligne de rivage, de 5,6 à 5,55 Ma ou de 5,6 à 5,46 Ma (Loget *et al.*, 2005). Cet effondrement du niveau marin causerait une importante érosion subaérienne des marges exondées (développement de la Surface d'érosion messinienne (MES)), notamment des évaporites, et un bassin profond. Les réseaux fluviatiles inciseraient les marges continentales en canyons profonds (Clauzon, 1978 ; Gorini, 1993 ; Lofi *et al.*, 2005), les produits de cette intense érosion se déposant dans le bassin profond où sont retrouvés actuellement des systèmes turbiditiques (Lofi *et al.*, 2005 ; Manzi *et al.*, 2005 ; Roveri *et al.*, 2008). Selon ces auteurs, la surimposition de variations climatiques et de mouvements tectoniques seraient à l'origine d'une réduction de la circulation océanique dans le domaine atlantique.

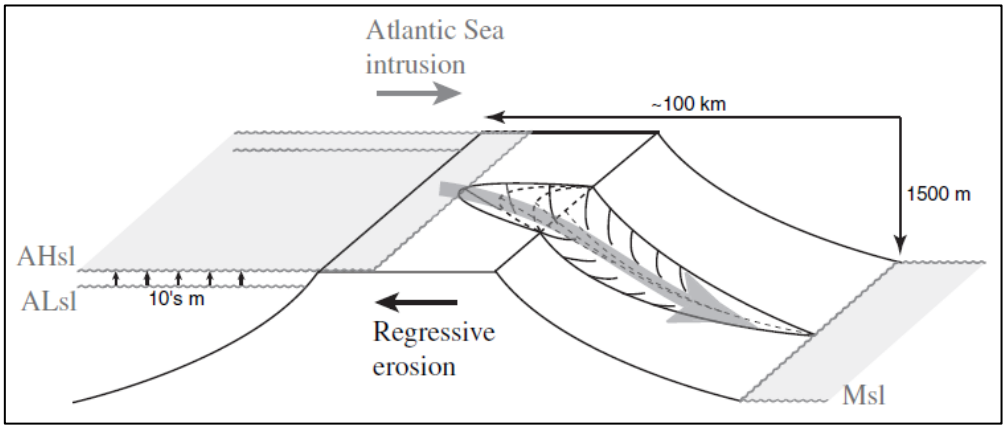


Figure 1-13 : Un scénario proposé pour le ré-ennoiement du bassin méditerranéen à la fin de la MSC, après la propagation de l'érosion régressive au niveau du détroit bétique (Loget et al., 2005).

La fin de la crise, due à la réouverture de la connexion entre la mer Méditerranée et l'océan Atlantique après propagation de l'érosion régressive jusqu'au détroit de Gibraltar (*e.g.,* Blanc, 2002 ; Loget *et al.*, 2005 ; Gargani et Rigollet, 2007 ; Figure 1-13), est datée entre 5,55 et 5,33 Ma. Elle implique le ré-ennoiement très rapide des marges, avec des débits proches de 10^8 m^3/s au niveau du détroit (Garcia-Castellanos *et al.*, 2009), et le retour à des conditions océaniques de mer semi-ouverte, comme l'attestent les travaux de sismique montrant des dépôts en aggradation. . Pour certains auteurs, la remontée du niveau de base aurait été biphasique (*e.g.,* Bache *et al.*, 2012), avec un épisode s'étendant de 5,46 à 5,33 Ma et un épisode quasi-instantané estimé à 11 ans (Pérez-Asensio *et al.*, 2013). Une phase de sédimentation très intense a ensuite eu lieu dans la plaine du Roussillon, et des reliquats de Pliocène marin seraient ainsi observables à moins de 7 km de Prades, entre Vinça et Marquixanes.

4- L'énigmatique évolution post-orogénique des Pyrénées

Désormais, une quantité considérable de données renseignent l'histoire de la déformation du prisme d'avant-pays aquitain, notamment grâce à l'ANR Pyramid (P.I Mary Ford, CRPG Nancy). En effet, les zones de piedmont sont le réceptacle des produits de l'érosion de la chaîne de montagne qu'elles jouxtent. Les bassins d'avant-pays témoignent des contraintes compressives auxquelles la chaîne est soumise, qui y provoquent une flexure lithosphérique propice à l'accumulation de matériaux détritiques et alluvionnaires (DeCelles & Giles, 1996). Ce projet ANR a par exemple permis, par le biais d'exploitation de profils sismiques et la réalisation de coupes équilibrées (*e.g.,* Rougier *et al.*, 2015, Ford *et al.*, 2015), de mettre en évidence un fort rôle de l'héritage s'exprimant par l'inversion de plusieurs bassins distensifs apto-cénomaniens et la reprise de leurs failles normales en chevauchements majeurs impliquant le socle (néanmoins localement les évaporitiques du Keuper et la présence de diapirs de sel peuvent guider la déformation de la couverture). Un des résultats majeurs de ces études, nous intéressant directement, est que les Pyrénées orientales et centrales semblent avoir enregistré deux phases de convergence et qu'elles n'ont probablement jamais atteint un état stationnaire, basculant rapidement vers une situation post-orogénique (Figure 1-14).

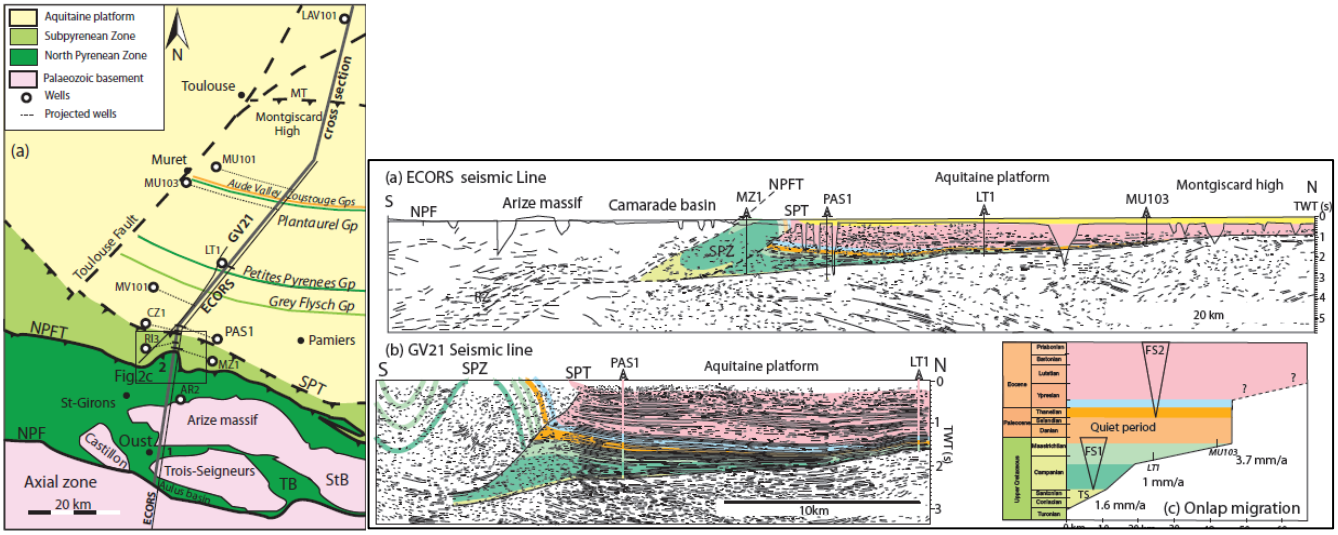


Figure 1-14 : L'étude de Ford *et al.* (2015) indique que les Pyrénées centrales et orientales semblent avoir enregistré une première phase d'orogenèse de 84 à 66 Ma, suivie d'une phase de quiescence de 66 à 59 Ma, puis d'une reprise de l'orogenèse depuis 59 Ma.

Néanmoins, à l'exception de l'évolution Quaternaire qui rassemble davantage de travaux et d'équipes de recherche, peu de données ont été acquises concernant cette évolution post-orogénique des Pyrénées dès lors sujette à débat.

4.1- Sismicité et microsismicité récentes

4.1.1- Répartition et origine de l'activité sismique de la chaîne

Les Pyrénées présentent une microsismicité avérée, malgré l'absence de détection de mouvements horizontaux *via* GPS en rapport avec la convergence entre l'Europe et l'Afrique, évaluée à 7 mm/an (*e.g.,* Genti, 2015). Les séismes et microséismes (uniquement détectables par l'instrumentation depuis les années 90' pour l'ensemble de la chaîne) sont plus fréquents dans la partie occidentale de l'orogène et sont concentrés au niveau de la FNP (Figure 1-15). La microsismicité est plus diffuse à l'est de la chaîne et les séismes de magnitudes supérieures à 4 y sont plus rares qu'à l'ouest. Ils sont également plus nombreux et plus forts sur le versant espagnol. Les mêmes tendances sont observées avec la sismicité historique remontant au XIV^{ème} siècle (Souriau et Sylvander, 2004).

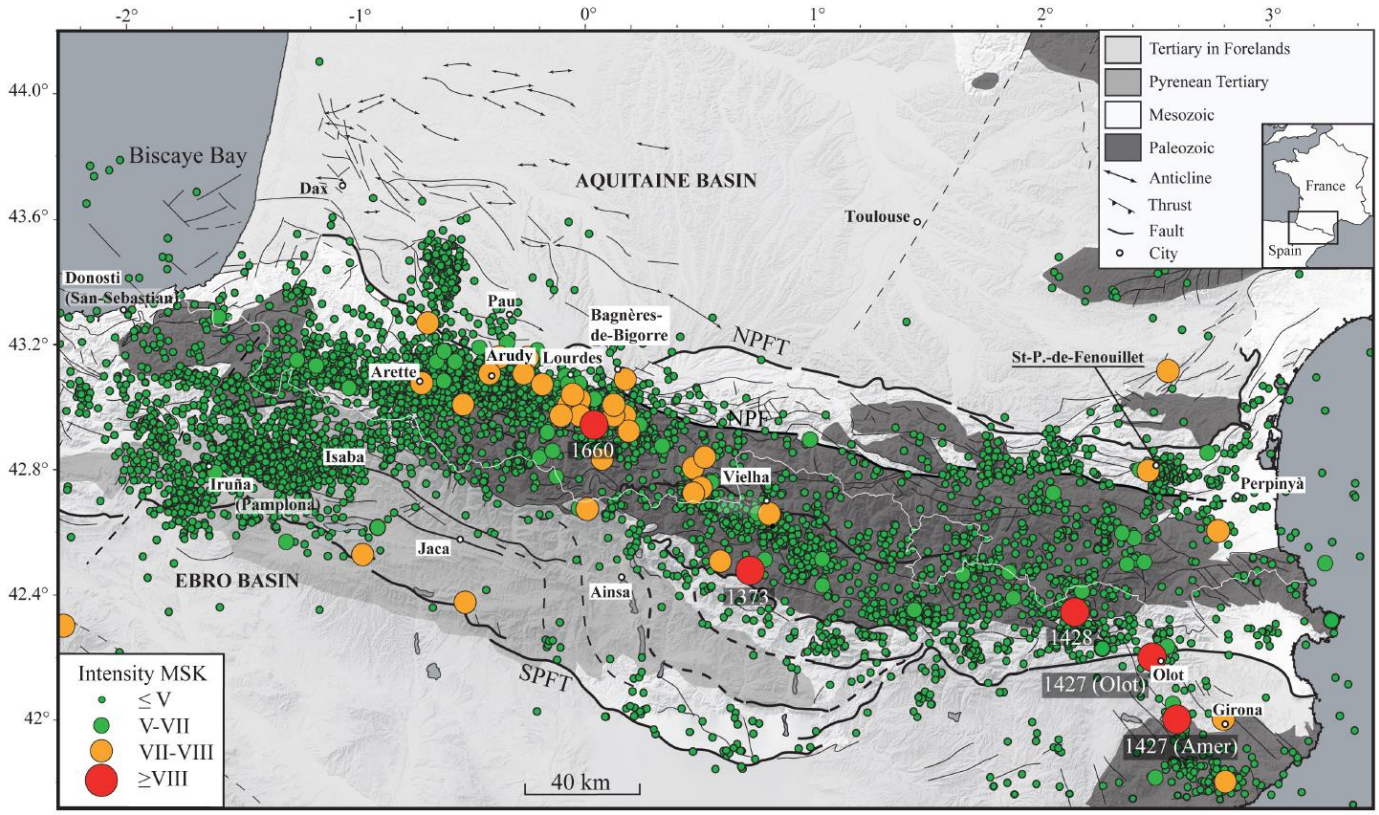


Figure 1-15 : Sismicité historique (source Servicio de Información Sísmica, Instituto Geográfico Nacional http://www.ign.es/ign/layout/sismo.do) relativement à la carte structurale des Pyrénées (Lacan et Ortuño, 2012). Lorsque les séismes ont une magnitude supérieure à VI sur l'échelle MSK, ils sont identifiés et datés.

Usuellement, un des mécanismes invoqué pour expliquer cette microsismicité est l'effondrement gravitaire en l'absence de contraintes compressives. La compression cause un épaississement crustal qui se traduit par la création de relief et l'instauration d'une racine crustale. Ainsi, sans convergence, la charge due à la haute altitude au centre de la chaîne induit une contrainte verticale importante et des failles normales se développent dans la zone axiale et des chevauchements au niveau des piedmonts (Molnar et Lyon-Caen, 1988). Ce phénomène est associé à de l'extension au centre de la chaîne qui est compensée par du raccourcissement en bordure (Vernant *et al.*, 2013). Dans ce type de cas rapporté aux chaînes étroites comme les Pyrénées, le relief peut disparaître rapidement.

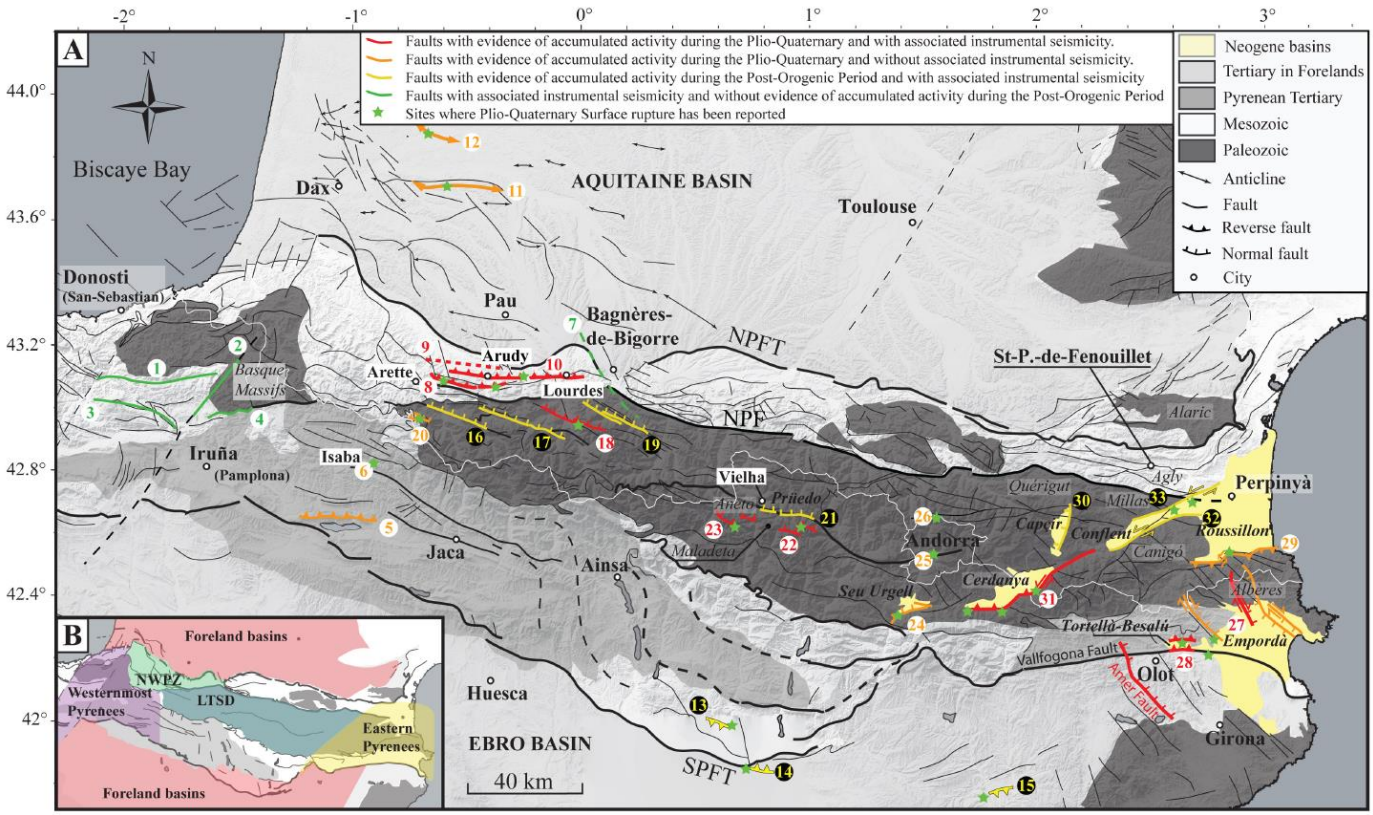


Figure 1-16 : Principales failles actives ou supposées actives (Lacan et Ortuño, 2012). Cinq unités sismotectoniques sont considérées par les auteurs et indiquées dans le cadre B. Noms des structures ou des sites : 1, Leiza ; 2, Pamplona ; 3, Aralar ; 4, Roncesvalles ; 5, Leyre ; 6, Isaba ; 7, Bigorre ; 8, Mail Arrouy ; 9, Herrère ; 10, Lourdes ; 11, Audignon ; 12, Campagne ; 13, Canelles ; 14, Balaguer ; 15, Callús ; 16, Bedous ; 17, Système de la Pierre-St-Martin; 18, Laruns ; 19, Pierrefitte ; 20, Pic du Midi de Bigorre ; 21, North Maladeta ; 22, Rius-Cabanes ; 23, Coronas ; 24, Urgellet ; 25, Escaldes ; 26, Merens ; 27, Tortellà-Besalú ; 28, Empordà ; 29, Tech ; 30, Capçir ; 31, Cerdanya ; 32, Conflent ; 33, Prades-Ille sur Têt.

Un autre mécanisme pouvant être à l'origine de la forte sismicité en zone de convergence concerne une importante phase de dénudation. Cette dénudation engendre une diminution de l'épaisseur de croûte, qui cause un rééquilibrage isostatique. Ce réajustement provoque alors un déplacement vertical du fait de la pression isostatique. Les failles se développent avec les mêmes caractéristiques que le cas invoqué précédemment (Avouac et Burov, 1996), et ce phénomène pourrait expliquer la sismicité en l'absence de contraintes latérales compressives. En outre, l'ensemble s'accompagne d'une flexure lithosphérique et de subsidence dans les bassins d'avant-pays, et occasionne donc une réorganisation des contraintes. D'après Vernant *et al.* (2013), il serait alors possible d'observer de l'extension au cœur de la chaîne et de la compression pour les zones d'avant-pays. Souriau *et al.* (2014) ont aussi tenté d'expliquer cette sismicité localisée et les

mécanismes normaux en invoquant la subsidence de blocs crustaux plus denses, visibles via les cartographies d'anomalies de Bouguer. Mais les modèles de Genti *et al.* (2015) ne prévoient qu'un rôle mineur de cette composante présumée.

Toutefois, aucun de ces modèles ne prédit que la majorité de l'activité sismique puisse être enregistrée par la partie centrale des Pyrénées, au niveau de la ZNP, et des mécanismes au foyer indiquant un jeu normal tel que le révèlent les observations dans les Pyrénées (*e.g.*, Rigo *et al.*, 2015 et réf. associées).

Ce paradoxe induit de sérieux débats quant aux contraintes subies par la chaîne. Genti *et al.* (2015) ont développé des modèles numériques contraints par des données géophysiques et intégrant les failles présumées responsables de la sismicité dans les Pyrénées centrales. Ils ont ainsi testés l'influence de l'effondrement gravitaire et celle du rééquilibrage isostatique. Leur modèle reproduit convenablement la géométrie actuelle du Moho, induisant un soulèvement long terme de la chaîne et une surrection de l'avant-pays du fait de la compensation de la racine crustale. Le seul rebond flexural engendré par les processus de surface peut expliquer la sismicité dans la moitié occidentale des Pyrénées, avec la réactivation d'un plan de faille à des taux proches de 5 à 13 m/ma. Ce glissement serait limité par la sédimentation dans le bassin d'avant-pays et est compatible avec les taux donnés par la méthode de Kostrov reposant sur la somme des moments. Néanmoins, cette modélisation demeure limitée en ce qui concerne les géométries des structures crustales et héritées, ainsi qu'en ce qui concerne les contraintes en termes de dénudation.

4.1.2- Sismicité dans la partie orientale des Pyrénées

La sismicité instrumentale indique une activité modérée et diffuse, malgré le fait que certains des séismes les plus conséquents se soient produits dans cette moitié de la chaîne (Figure 1-15). D'après Souriau et Pauchet (1998), la sismicité est concentrée sur plusieurs zones : un cluster se dégage à hauteur du complexe volcanique de la Garrotxa, un alignement est identifiable le long de la bordure septentrionale du bassin d'Empordà, un autre est visible le long de la branche nord de la faille de la Têt et de structures parallèles dans le massif de l'Agly.

Plus d'une dizaine de séismes d'une magnitude supérieure à 4 ont été documentés depuis les années 70'. Les mécanismes au foyer déterminés par Rigo *et al.* (1997), Goula *et al.* (1999) ou encore Pauchet *et al.* (1999) indiquent un glissement dextre le long des accidents orientés ENE-WSW et E-W qui seraient compatibles avec une compression à N030°E.

Une structure majeure, et également une structure d'importance pour nos travaux, est la faille de la Têt. Ce système de faille est orienté NE-SW et s'étend sur environ 120 km (Lacan & Ortuño, 2012 ; Figure 1-16). Il est composé de trois segments : la faille de Cerdagne (qui plonge vers le NW et borde le demi-graben de Cerdagne au SE), la faille du Conflent (qui plonge vers le NW et borde le graben du Conflent au SE), et la faille de Prades-Ille sur Têt (qui plonge vers le S-SE et sépare le graben du Roussillon et le massif de l'Agly). Ces structures auraient été actives du Miocène jusqu'au Pliocène d'après plusieurs auteurs (*e.g.,* Cabrera *et al.*, 1988 ; Pous *et al.*, 1995 ; Calvet et Gunnell, 2008), mais leur activité lors du Plio-Quaternaire est fortement débattue (*e.g.,* Briais *et al.*, 1990 ; Carroza et Baize, 2004).

4.2- Évolution néogène de l'orogène et débat suscité par les surfaces d'aplanissement culminantes

4.2.1- Surfaces d'érosion de haute altitude à faible relief

Parmi les nombreux débats qui agitent la communauté s'intéressant, entre autres, aux Pyrénées, figure celui sur l'évolution tardi-cénozoïque de l'orogène. Ce débat est en partie alimenté par certaines caractéristiques morphologiques de la chaine, et notamment l'existence de surfaces d'érosion de haute altitude à faible relief (HELR pour *Highly Elevated – Low Relief* ; Babault, 2004 ; Babault *et al.*, 2005). Elles sont situées en crêtes, parfois à ~2800 mètres d'altitude, et leur pente ne dépasse pas les 20° (cette valeur dépend des travaux, et est la valeur maximale utilisée pour décrire les HELR). Ces surfaces tronquant les unités paléozoïques de la ZA, ainsi que la couverture mésozoïque, portent des sédiments du Miocène supérieur en discordance (11,1 – 8,7 Ma ; Garcès *et al.,* 1996). Ainsi, la formation de ces surfaces serait antérieure à cette époque.

Le(s) processus à l'origine de ces surfaces perchées demeure énigmatique. Plusieurs modèles ont été proposés (Figure 1-17). Pour certains auteurs (De Sitter, 1952 ; Blackstone, 1975 ; Scott, 1975 ; Tweto, 1975), un processus de pénéplénation de l'orogène aurait tout d'abord eu lieu, suivi d'un épisode de surrection post-orogénique. Cette dernière phase Pliocène est particulièrement discutée. Pour De Sitter (1952), elle aurait pour origine des mouvements compressifs tangentiels induisant un épaississement crustal d'au moins 12 km. De tels mouvements ne sont toutefois pas documentés. Pour Brunet (1986), ce processus proviendrait de la disparition au Néogène de toute ou partie de la racine crustale paléogène, entraînant une surrection généralisée de la chaîne. Cependant, des études géophysiques (Souriau et Granet, 1995 ; Chevrot *et al.*, 2014) révèlent la présence d'une racine profonde.

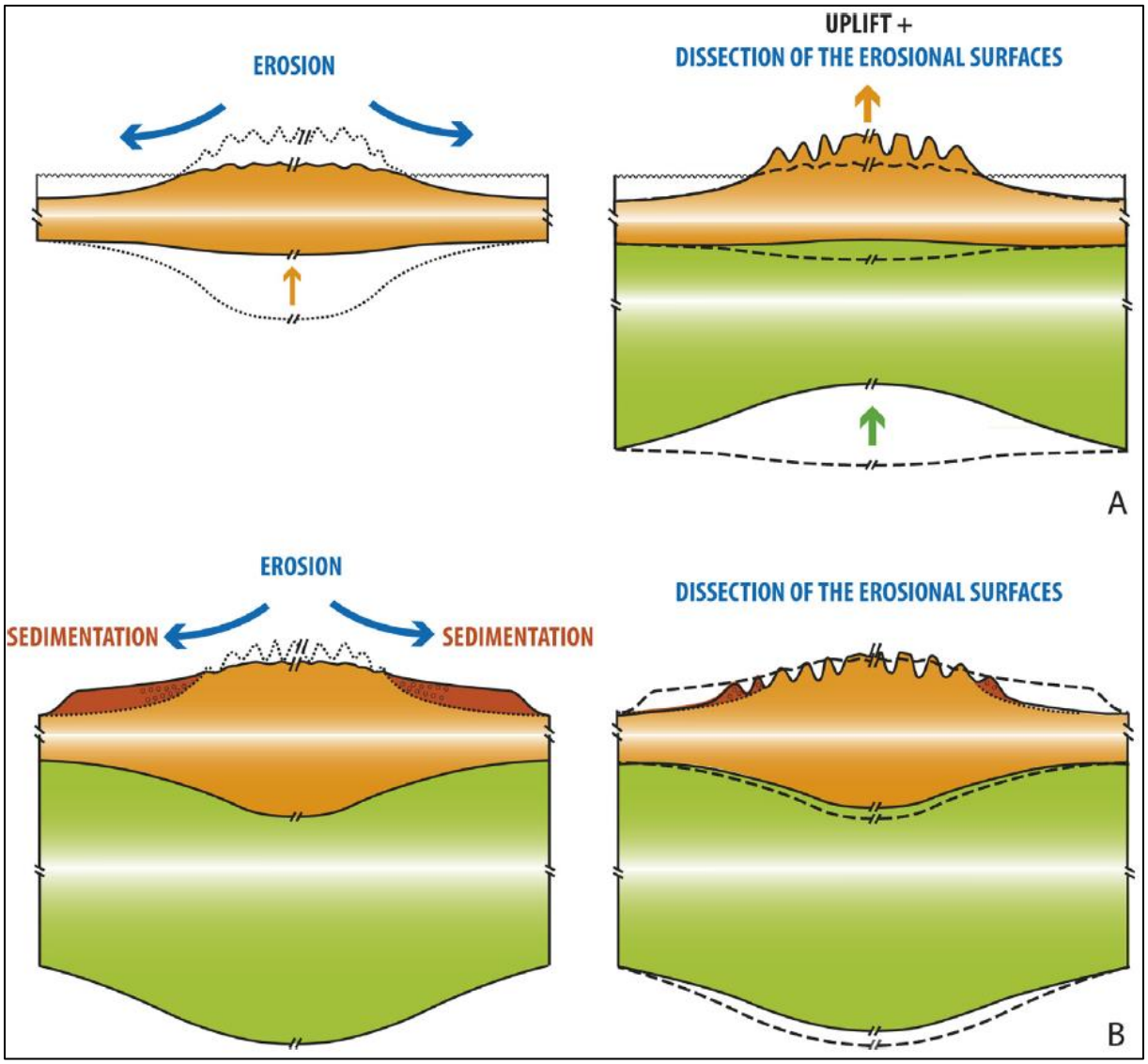


Figure 1-17 : Cas extrêmes conceptuels pour expliquer les surfaces HELR (Bosch *et al*., 2016). A – Un premier modèle prévoit une pénéplaine se formant à proximité du niveau marin avant le Miocène tardif, surface qui se soulève à la fin du Miocène et/ou au début du Pliocène pour être portée à l'altitude actuelle, et disséquée. Le moteur supposé de la surrection est dû à la dynamique du manteau (topographie dynamique). Dans ce cas il n'y a pas de racine crustale sous la pénéplaine disséquée. B – Le second modèle est basé sur un niveau de base croissant qui entraîne une inhibition progressive de la dénudation et donc la mise en place de surfaces perchées. Il figure donc une pénéplénation en altitude. La sédimentation est épaisse dans les piedmonts et la racine crustale persiste sous les reliefs, notamment sous les surfaces aplanies perchées.

Aussi, d'autres hypothèses ont été émises ces dix dernières années. L'une d'elle est portée par Babault *et al.* (2005), pour qui ces HELR se forment à haute altitude du fait d'un remplissage conséquent des bassins d'avant-pays par les produits de la dénudation de l'orogène remontant en discordance sur ses parties internes. Ce scénario impliquer une augmentation générale du niveau de base entraînant une diminution de la capacité érosive du système de drainage. Il est corroboré par les modélisations analogiques de l'équipe de Babault *et al.* (2005). Cependant, d'autres équipes (Gunnell et Calvet, 2006 ; Sinclair *et al.*, 2009) contestent ces interprétations sur la base de données de géologie, de thermochronologie ou bien de géomorphologie :

- La discrimination des surfaces, selon qu'elles soient d'origine structurales, résultent d'érosion, glaciaire ou d'autres, est remise en question par Gunnell et Calvet (2006) ;
- Les surfaces d'érosion seraient étagées et au moins au nombre de deux selon ces mêmes derniers auteurs, avec un premier niveau d'altitudes assez faibles et d'étendues importantes correspondant à un ensemble de pédiment, et un niveau supérieur entre 2700 et 2900 mètres ;
- L'analogue naturel de dépôts continentaux remontant en discordance est isolé (sierra de Sis, paléo vallée de la Noguères). Ainsi, il apparaît pour ces auteurs risqué d'extrapoler le modèle de comblement du bassin, et ils affirment qu'il n'existe aucun analogue à cette longitude dans la ZA. En outre, pour Sinclair et al. (2009), la source des sédiments affleurant dans la sierra de Sis serait assez proximale, et aucune donnée de géologie ne confirmerait l'assertion selon laquelle les séries conglomératiques s'étendaient à une zone plus interne de l'orogène ;
- Dans la même veine, la généralisation de ce qui est observé sur le versant sud au versant nord est contestée. En effet, la chaîne est très clairement asymétrique, et Gunnell et Calvet (2006) affirment qu'il n'existe pas de séquences clastiques au-delà de 700 mètres d'altitude dans la large moitié d'orogène que représente le bassin Aquitain ;
- Gibson *et al.* (2007) ont démontré que le massif de la Maladeta avait été soumis à une exhumation post orogénique depuis 30 Ma. Les surfaces étant au minimum d'âge Miocène supérieur, ces surfaces n'auraient ainsi pas pu être préservées. Mais là aussi, l'exemple fourni par ces auteurs ne peut être généralisé à l'ensemble de la chaîne, d'autant que les techniques reposant sur la thermochronologie sont en constante progression ;

- Le modèle suppose une pente importante pour connecter les surfaces aplanies et les séquences clastiques du piedmont. Cette pente n'apparaît pas réaliste dans un cas naturel (Stanistreet et McCarthy, 1993 ; Gunnell et Calvet, 2006).

Les dernières études sur les surfaces d'aplanissement culminantes ont été effectuées par l'équipe de Rennes dans le cadre de la thèse RGF de Gemma de Vicente i Bosch. Bosch *et al.*, (2016) ont ainsi investigué les relations entre les surfaces perchées en altitude et la structure profonde de la chaîne, *via* l'utilisation de la littérature existante, de SIG et d'une méthode de classification automatique. Les processus de pénéplénation nécessitent l'inhibition de l'érosion fluviatile, possible notamment si l'altitude des sources est plus faible. La dénudation cause un amincissement crustal suivi d'une diminution de l'altitude des reliefs, compensée par l'affinement du manteau lithosphérique. Dans le cas des Pyrénées, un accroissement du niveau de base est évoqué par Bosch *et al.* (2016). La dénudation devenant alors plus conséquente que l'érosion fluviale, une importante aggradation se produit dans les piedmonts, ce qui autorise la préservation de la racine crustale et la préservation des hautes surfaces, qui sont disséquées ultérieurement. Ces travaux, étayés par la cartographie des surfaces, montrent que les surfaces sont ubiquistes dans les Pyrénées. Or une modélisation 1D de l'épaisseur de la lithosphère, basée sur les données récentes de géophysique acquises dans le cadre de l'ANR Pyrope (Chevrot *et al.*, 2014), donne une épaisseur de 40 à 50 km sous les plus importants reliefs, et une limite lithosphère-asthénosphère à 190 km sous la surface actuelle. Les surfaces reliques seraient donc supportées par une croûte épaisse, au contraire de la condition prévue par le premier modèle.

4.2.2- Systèmes karstiques étagés

Des études impliquant les systèmes karstiques étagés et visant à caractériser le processus d'incision sur le long terme (plusieurs millions d'années) ont été effectuées parallèlement à ma thèse. Ces études menées par Genti (2015) à Montpellier et par Audra & Vanara (2017) portent, respectivement, sur les deux versants des Pyrénées centrales et le versant français du Pays-Basque.

Dans les Pyrénées centrales, l'équipe montpelliéraine a étudié le massif d'Arbas (Figure 1-18). Le système karstique d'Arbas comprend 111 km de réseau sur 900 mètres de dénivelée. Quatre paléoniveaux de base sont identifiables sur cette amplitude altimétrique. Les durées d'enfouissement cosmogéniques obtenues sur trois cavités du massif sont inter-cohérentes et les taux d'incision déductibles des données varient entre 85 et 147 m/Ma pour Pène Blanque et Commingeois, et 126 à 165 m/Ma pour le réseau plus haut en altitude de Coume Nère. Les

paléotaux de dénudation déduits varient de 0,85 ± 0,12 m/Ma (Coume Nère) à 48,3 ± 12,7 m/Ma (Pene Blanque).

Dans les Pyrénées occidentales (Pays-Basque), les données obtenues sur le système karstique d'Isturitz-Oxocelhaya (Audra *et al.*, 2017) mettent en évidence des problèmes d'ordre méthodologiques. Cependant, les taux d'incision pouvant être déduits des durées d'enfouissement sont compris entre 5 et 25 m/Ma durant le Pliocène.

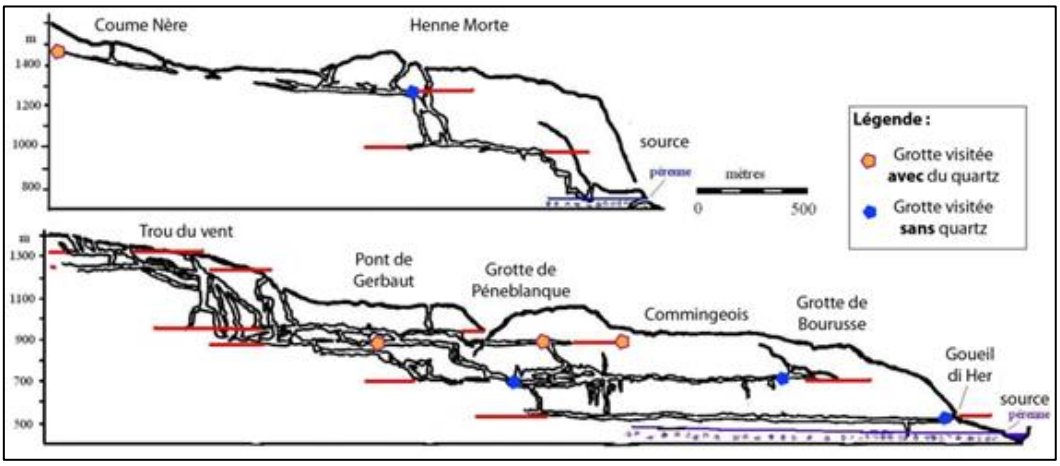


Figure 1-18 : Coupe schématique du massif d'Arbas et cartographie du réseau Félix-Trombe (Genti, 2015). Les alluvions de la grotte de Pène Blanque sont datées à 3,7 ± 0,97 Ma ; celles du Commingeois à 3,16 ± 0,31 Ma et celles de Coume Nère à 3,7 ± 0,5 Ma.

Sur le versant espagnol, au niveau des Pyrénées centrales, seules les alluvions provenant de deux cavités ont été analysés. Ceux de la grotte de Llenes, à 762 mètres d'altitude, permettent d'estimer une durée d'enfouissement de 1,12 ± 0,16 Ma. Ceux de la grotte du Cinco de Agosto permettent d'estimer une durée d'enfouissement de 1,24 ± 0,22 Ma. Genti (2015) y associe des taux d'incision très forts, respectivement, 269,2 ± 175,6 m/Ma et 860,1 ± 381,0 m/Ma. Seul le taux d'incision déduit de la grotte de Llenes est comparable, en prenant en compte les incertitudes conséquentes, aux taux d'incision obtenus sur le versant français. Les paléotaux de dénudation déduits sont de ce fait très variables et de l'ordre de 16,1 ± 0,23 m/Ma pour les alluvions de Llenes et de 303,5 ± 53,2 m/Ma pour les alluvions de la grotte du Cinco de Agosto.

Ces travaux récents ne supportent donc pas une tectonique exacerbée au Pliocène.

4.3- Évolution des piedmonts et glaciations quaternaires

4.3.1- Terrasses alluviales et cône de Lannemezan

Les terrasses alluviales des Pyrénées ont été étudiées dès le XIX^{ème} siècle et les travaux de Penck (1883 ; 1884), et leur chronologie calée dès la première moitié du XX^{ème} siècle (Mengaud, 1910 ; Depéret, 1923 ; Faucher, 1937 ; Goron, 1941 ; Taillefer, 1951). Avec l'avènement et l'essor des méthodes radiométriques et dosimétriques, l'étagement des terrasses alluviales des piedmonts pyrénéens a pu être de mieux en mieux contraint aussi bien sur le versant français (*e.g.*, Stange *et al.*, 2014 ; Delmas *et al.*, 2015 ; Nivière *et al.*, 2016 ; Mouchené, 2016 ; Figure 1-19B-C-D) que sur le versant espagnol (*e.g.*, Turu i Michels *et al.*, 2006 ; Lewis *et al.*, 2009 ; Stange *et al.*, 2012, 2013 ; Figure 1-19A).

L'étude de Stange *et al.* (2014 ; Figure 1-19C) portant sur les terrasses alluviales de la Garonne, un fleuve drainant le versant nord des Pyrénées, a révélé que le bassin Aquitain avait subi une phase de soulèvement d'amplitude variable d'après l'asymétrie des vallées et la migration des réseaux de drainage.

Des travaux récents ont également porté sur le cône de Lannemezan et ses modalités de mise en place (Mouchené *et al.,* 2017a, 2017b ; Bonnet *et al.*, 2016). À l'aide de données de thermochronologie *in situ* et détritiques, ainsi que de profils de concentrations de nucléides cosmogéniques au travers des terrasses de la Neste de la Garonne, cette équipe attribue la période de formation de cette mégastructure au Miocène – Pliocène. La structure aurait ensuite été abandonnée du fait de processus authigènes (capture de la Neste par la Garonne) il y a 300 ka ou antérieurement, à mesure que les réseaux de drainage s'encaissait dans le bassin d'avant-pays. L'incision, de l'ordre de 300 m/Ma au Pléistocène et de 900 m/Ma à l'Holocène, serait concomitante de grands évènements climatiques. L'analyse de paramètres morphométriques sur les cours d'eau amènent Mouchené *et al.* (2017a) à conclure que le processus d'incision s'était déroulé durant une phase post-orogénique durant laquelle l'activité tectonique était assez faible. Les paramètres eustatiques et les réorganisations des réseaux de drainage peuvent également être négligés.

Concernant le versant sud, les modélisations de Stange *et al.* (2016 ; Figure 1-19A) ne prévoient ni une simple dépendance climatique concernant la formation des terrasses, ni une surrection majeure post-Pliocène. En revanche, les morphologies semblent bien s'accorder avec un soulèvement continu et toujours en cours des massifs.

Il est donc à noter que les travaux récents portant sur les zones de piedmonts ne suggèrent pas une tectonique exacerbée du Pléistocène moyen à l'Holocène.

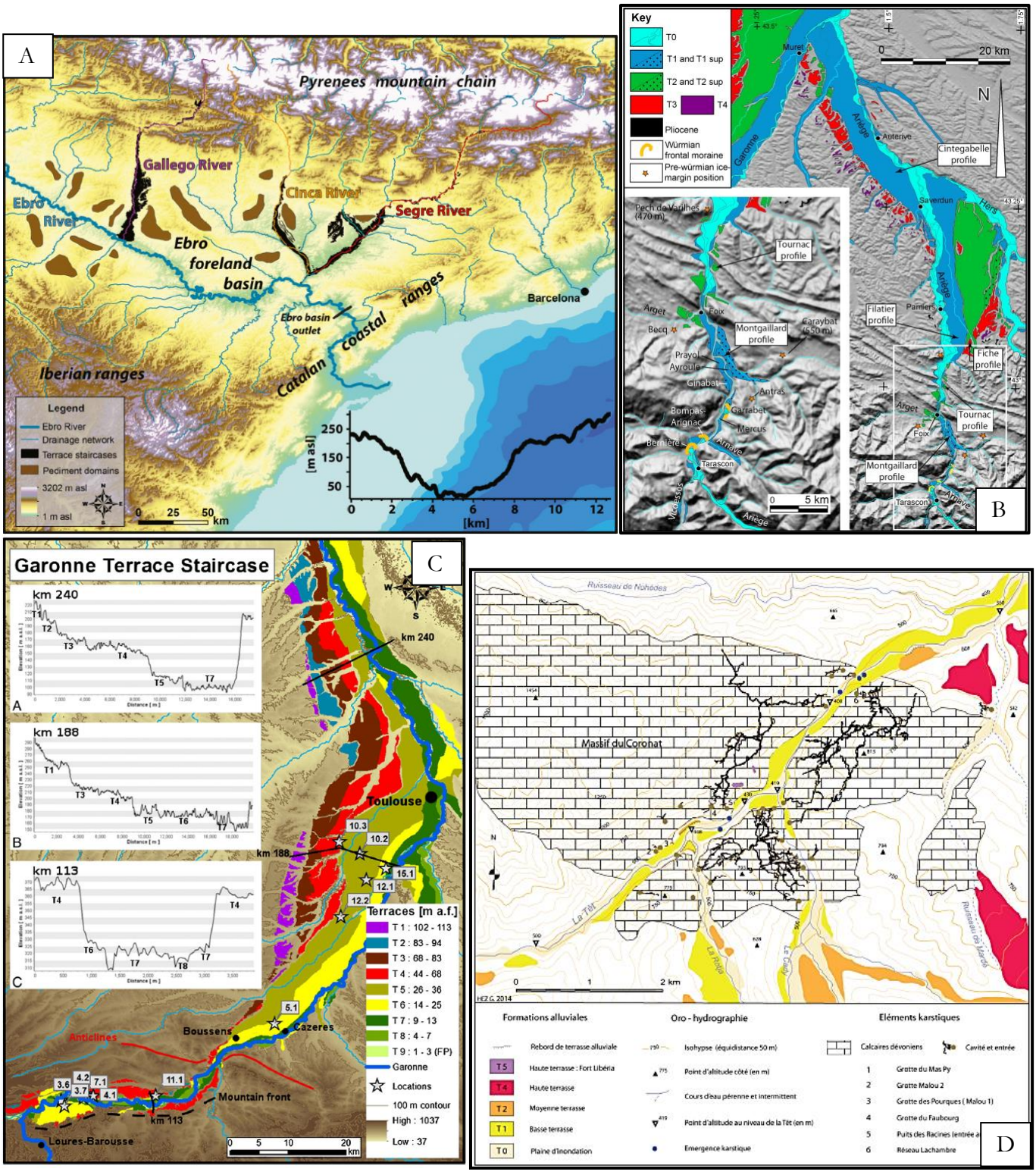


Figure 1-19 : Cartographie des terrasses alluviales de l'est des Pyrénées datées par dosimétrie. A : Systèmes alluviaux du sud-est de la chaîne, par Stange *et al.*, 2016. B : Systèmes alluviaux de l'Ariège, entre Tarascon-sur-Ariège et sa confluence avec la Garonne, contraints par Delmas *et al.*, 2015. C : Systèmes alluviaux de la Garonne entre Loures-Barousse et Verdun-sur-Garonne, par Stange *et al.*, 2014. D : Système de terrasses alluviales de la haute-vallée de la Têt, à hauteur de Villefranche-de-Conflent, par Hez, 2015.

4.3.2- Glaciations au Quaternaire

De nombreuses cartographies des morphologies glaciaires ont été établies dès le XIX^{ème} siècle. Conséquemment à l'émergence de méthodes radiométriques et dosimétriques (nucléides cosmogéniques (^{10}Be *in situ*, ^{21}Ne *in situ*, ^{36}Cl *in situ*, ^{14}C atmosphérique et OSL), elles ont été datées par plusieurs équipes (*e.g.*, Pallas *et al.*, 2006, 2010 ; Delmas *et al.*, 2008, 2011 ; Garcia-Ruiz *et al.*, 2013 ; Palacios *et al.*, 2015a, b).

Un consensus s'est dégagé autour du fait que le *Late Glacial Maximum* (LGM) dans les Pyrénées, qui coïncide avec le stade isotopique marin (MIS) 4, était décalé par rapport au LGM global (*e.g.,* Calvet *et al.*, 2011 ; Garcia-Ruiz *et al.*, 2013). Ce dernier se traduit bien par un ré-englacement conséquent de la chaîne, avec un probable gradient est-ouest restant à confirmer, mais de moindre ampleur que celui du MIS 4. L'extension maximale est par ailleurs relativement bien caractérisée malgré des zones où la préservation des sédiments n'est pas optimale (Delmas, 2015 ; Figure 1-20). Post-LGM, l'emprise glaciaire semble se cantonner très rapidement aux seules hautes vallées, mais ce phénomène n'a été bien caractérisé qu'à l'est de la chaîne, zone sous influence méditerranéenne. L'englacement du Dryas ancien était probablement de moindre ampleur que celui du MIS 4 et du LGM global. L'interstade Bølling-Alleröd est lui marqué par une phase de retrait très prononcée, voire la disparition de certains glaciers. Enfin, le Dryas récent permet l'extension des glaciers restants, ainsi que la formation et le développement de glaciers rocheux.

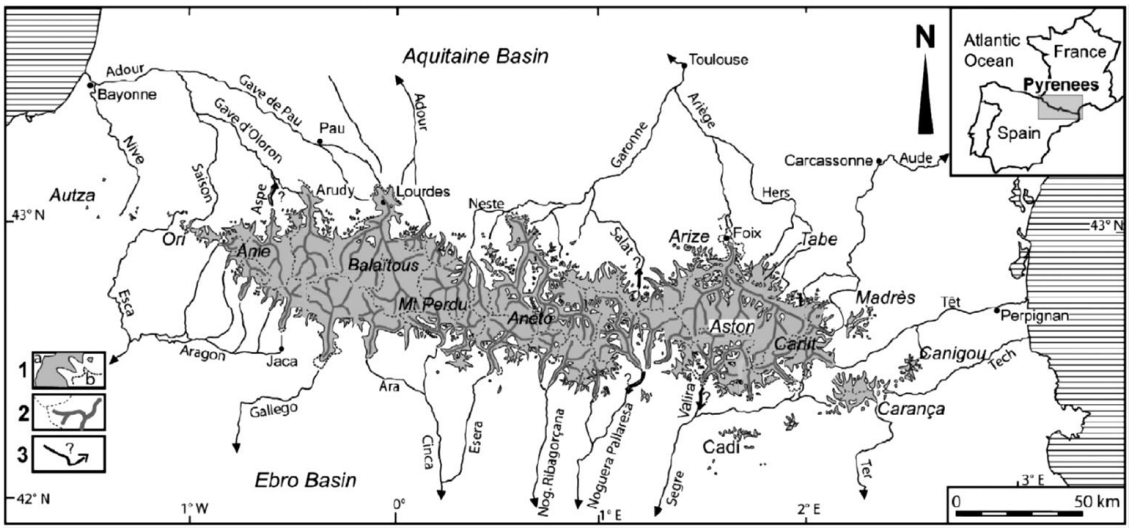


Figure 1-20 : Emprise glaciaire lors du dernier *Maximum Ice Extent* (MIE) pour l'ensemble des Pyrénées (Delmas, 2015). 1a : MIE würmien. 1b : emprise au Pléistocène moyen. 2 : vallées

glaciaires principales (trait plein) et crêtes limitant les principaux bassins glaciaires (en pointillés). 3 : potentielles emprises maximales des glaciers du Pléistocène.

Néanmoins les fluctuations glaciaires pour la période couvrant le Dryas ancien à l'actuel demeurent à être caractérisées avec de nouveaux outils (*e.g.*, Mahé, 2015).

4.3.3- Dénudation des bassins versants et relation avec l'activité de l'orogène

Peu d'études visant à quantifier la dénudation des bassins versants pyrénéens à l'aide des nucléides cosmogéniques ont pour l'heure été menées, les études les plus anciennes s'attelant davantage à l'estimation de taux d'érosion par bilans de masses (*e.g.*, Alatorre *et al.*, 2010 ; Bourrin *et al.*, 2006 ; Delmas *et al.*, 2012 ; López-Tarazón *et al.*, 2016 ; Serrat, 1999 ; Serrat *et al.*, 2001 ; Tena et Batalla, 2013). Pourtant, l'importante diversité de paysages aux caractéristiques morphologiques et climatiques variant selon un gradient ouest-est offre des perspectives d'études intéressantes. Les travaux de thèse de Yannick Crest (Crest, 2017) ont permis d'étudier les bassins versants de la Haute-Esera (bassin versant Cinca – Sègre), du Haut-Vicdessos (bassin versant Ariège – Garonne), d'Aston-Beille (bassin versant Ariège – Garonne) et des massifs du Carlit – Cerdagne (bassin versant Têt). Ceux de Manon Genti (Genti, 2015) ont permis d'obtenir des données concernant la Haute-Esera (massif de Posets) et le bassin versant du Salat.

Les données alors obtenues concernent principalement les Pyrénées centrales et les Pyrénées orientales. Dans la partie la plus orientale des Pyrénées, les taux de dénudation sur la Grave, affluent de la Têt, sont de 132 ± 17 mm/ka (Crest, 2017), soit du même ordre que ceux de 132 ± 47 mesurés par Molliex *et al.* (2016) dans le bassin du Roussillon. Les taux de dénudation mesurés par Manon Genti (2015) sont un ordre de grandeur inférieur et varient entre 47 et 97 mm/ka pour la partie centrale représentée par le Salat. Crest (2017) a quantifié des taux de dénudation entre 33 ± 2 et 311 ± 58 mm/ka pour les petits affluents de l'Ariège (Artigue, Escale, Artarante, Gargante et Mourègnes). Les tributaires plus imposants, à savoir le Vicdessos et l'Aston, ont donné des taux de dénudation respectifs de 184 ± 46 mm/ka et de 218 ± 36 mm/ka.

Concernant le versant espagnol, la portion des Pyrénées étudiée est sensiblement la même que sur le versant nord. Pour l'Esera, les taux de dénudation obtenus par la dérivation des concentrations en nucléides cosmogéniques sont de 406 ± 48 mm/ka (Crest, 2017). Les taux varient entre de 166 ± 12 mm/ka et 401 ± 31 mm/ka pour les tributaires (Crest, 2017). Genti (2015) obtient des taux de dénudation d'environ 484 mm/ka dans la vallée de Chistau (Cinqueta), affluent de l'Esera. Les autres affluents conduisent à des taux de dénudation compris entre 123 et

336 mm/ka. Dans le massif de Carlit – Cerdagne, Crest (2017) obtient des taux de dénudation globalement faibles au regard des valeurs énoncées précédemment, les taux variant entre 27 ± 2 et 55 ± 6 mm/ka, à l'exception de la Grave présentant des valeurs supérieures d'un ordre de grandeur.

Les taux présentés ci-dessus suggèrent un fort contraste à la fois entre les flancs nord et sud des Pyrénées, mais également entre les Pyrénées orientales et centrales. Globalement, les taux de dénudation déterminés varient entre ~30 mm/ka au niveau des surfaces perchées surmontées d'altérites des Pyrénées orientales, et ~450 mm/ka dans les vallées encaissées et englacées du massif de la Maladeta (Crest, 2017). Le pouvoir d'ablation des glaciers est très clairement démontré par Crest (2017) dans l'orogène pyrénéen, pour lequel les bassins versants englacés présentent des taux de dénudation supérieurs aux bassins versants non englacés. Ces travaux sont critiques, car ils permettent d'aboutir à des estimations de taux d'incision pour le Quaternaire et l'Holocène dans la partie centrale des Pyrénées (Vicdessos et Esera). Ainsi, Crest (2017) suppute une incision proche de 400 mm/ka dans le Vicdessos, et de 800 mm/ka au pied du massif de la Maladeta. Une conclusion fondamentale de ces travaux est notamment la contrainte de l'accroissement de l'amplitude du relief (différentiel d'altitude entre les sommets ou surfaces sommitales et les thalwegs) liée au seul épisode d'englacement würmien dans ces vallées : de 40 à 45 mètres pour le Vicdessos, et de 88 à 90 mètres pour la Haute-Esera. Ces données confèrent donc au facteur climatique un rôle crucial dans le processus d'incision.

Par ailleurs, la synthèse de Crest (2017 et références associées) sur toutes ces vallées, corrobore les observations de Molliex *et al.* (2016) relativement au bassin du Roussillon. Ces auteurs ont en effet émis l'hypothèse que les taux de dénudation dérivés des concentrations en nucléides cosmogéniques, supérieurs d'au moins un ordre de grandeur à ceux obtenus par conversion des mesures de flux sédimentaires à l'exutoire, provenaient du fait que les temps d'intégration couverts par les nucléides cosmogéniques englobaient également les décharges sédimentaires engendrées par les crues décennales à milléniales. Enfin, s'appuyant sur la modélisation, Crest (2017) en déduit que ces faibles taux de dénudation sont symptomatiques de l'état d'inactivité tectonique post-orogénique relatif des Pyrénées.

Bibliographie

Agustí, J., Oms, O., Furió, M., Pérez-Vila, M.-J. and Roca, E. **2006**. The Messinian terrestrial record in the Pyrenees: the case of Can Vilella (Cerdanya Basin). *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 238, 179–189

Alatorre, L.C., Beguería, S., García-Ruiz, J.M. **2010**. Regional scale modeling of hillslope sediment delivery: A case study in the Barasona Reservoir watershed (Spain) using WATEM/SEDEM. *Journal of Hydrology*, 391, 109-123

Audra, P., Vanara, N., Caillaut, H., Camus, H., Bigot, J.-Y., Bourlès, D., Braucher, R. **2017**. Datations cosmogéniques des niveaux étagés du réseau d'Isturitz-Oxocelhaya (Pays-Basque). *16èmes RIK-RAK, Saint-Christol 2017*.

Avouac, J. P. and Burov, E. B. **1996**. Erosion as a driving mechanism of intracontinental mountain growth. *Journal of Geophysical Research*, 101(B8), 17747

Azambre, B. et Rossi, M. **1976**. Le magmatisme alcalin d'âge crétacé dans les Pyrénées occidentales et l'Arc basque ; ses relations avec le métamorphisme et la tectonique. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 18, 1725-1728

Babault, J. et Van Den Driessche, J. **2005**. L'érosion des chaines de montagnes : influence de la sédimentation de piedmont. *Comptes rendus Geoscience,* 337, 1431-1438

Babault, J., Van Den Driessche, J., Bonnet, S., Castelltort, S., et Crave, A. **2005**. Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain. *Tectonics*, 24, TC2010

Babault, J. **2004**. Dynamique de l'érosion dans une chaîne de montagnes: Influence de la sédimentation de piedmont: L'exemple des Pyrénées. Thèse de doctorat, Université de Rennes 1, France, 218 pp

Bache, F., Popescu, S.-M., Rabineau, M., Gorini, C., Suc, J.-P., Clauzon, G., Olivet, J.-L., Rubino, J.-L., Melinte-Dobrinescu, M.C., Estrada, F., Londeix, L., Armijo, R., Meyer, B., Jolivet, L., Jouannic, G., Leroux, E., Aslanian, D, Tadeu Dos Reis, A., Mocochain, L., Dumurdzanov, N., Zagorchev, I., Lesic, V., Tomic, D., Cagatay, M.N, Brun, J.-P., Sokoutis, D., Csato, I., Ucarkus, G., et Cakir, Z. **2012**. A two step process for the reflooding of the Mediterranean after the Messinian Salinity Crisis. *Basin Research*, 24, 125-153

Barbey, P., Cheilletz, A. et Laumonier, B. **2001**. The Canigou orthogneisses

(Eastern Pyrenees, France, Spain): an Early Ordovician rapakivi granite laccolith and its contact aureole. *Earth and Planetary Sciences*, 332, 129-136

Barnolas, A. et Chiron, J.C. **1996**. Synthèse géologique et géophysique des Pyrénées. *Bureau de Rechercges Géologiques et Minières, Orléans, et Instituto Tecnologico Geominero de España, Madrid.*

Beamud, E., Muñoz, J.A., Fitzgerald, P.G., Baldwin, S.L., Garces, M., Cabrera, L. et Metcalf, J.R. **2011**. Magnetostratigraphy and detrital apatite fission track thermochronology in syntectonic conglomerates : constraints on the exhumation of the South-Central Pyrenees. *Basin Research*, 23, 309-331

Beziat, D., Joron, J.L., Monchoux, P., Treuil, M. et Walgenwitz, F. **1991**. Geodynamic implications of geochemical data for the Pyrenean ophites (Spain-France). *Chemical Geology*, 89, 243-262

Blanc, P.L. **2002**. The opening of the Plio-Quaternary Gibraltar Strait: assessing the size of a cataclysm. *Geodinamica Acta*, 15, 303–317

Blackstone, D.L. **1975**. Late Cretaceous and Cenozoic History of Laramie Basin Region, Southeast Wyoming. *Geological Society of America Memoirs*, 144, 249-279

Bonnet, S., Carretier, S., Christophoul, F., et Regard, V. **2016**. Drainage reorganization explains the large-scale fan-shape morphology of the northern Pyrenean landscape: no megafan in the northern Pyrenean foreland. EGU 2016 – 14740

Bosch, G.V., Van Den Driessche, J., Babault, J., Robert, A., Carballo, A., Le Carlier, C., Loget, N., Prognon, C., Wyns, R. and Baudin, T. **2016**. Peneplanation and lithosphere dynamics in the Pyrenees. *Comptes Rendus Geoscience*, 348, 194-202

Bosch, G.V. 2016. Pénéplénation et dynamique profonde des Pyrénées. Thèse de doctorat, Université de Rennes I, France, 210 pp.

Boulvais, P., de Parseval,P., D'Huslt, A. et Paris, P. **2006**. Carbonate alteration associated with talc-chlorite mineralization in the eastern Pyrenees, with emphasis on the St. Barthelemy Massif. *Mineralogy and Petrology*, 88, 499-526

Boulvais, P., Ruffet, G., Cornichet, J. et Mermet, M. **2007**. Cretaceous albitization and dequartzification of Hercynian peraluminous granite in the Salvezines Massif (French Pyrénées). *Lithos*, 93, 89-106

Bourrin, F., Durrieu de Madron, X., Ludwig, H. **2006**. Contribution to the study of coastal rivers and associated prodeltas to sediment supply in Gulf of Lions

(NW Mediterranean Sea). *Vie et milieu – Life and environment*, 56(4), 307-314

Briais, A., Armijo, R.., Winter, T., Tapponnier, P. and Herbecq, A. **1990**. Morphological evidence for Quaternary normal faulting and seismic hazard in the eastern Pyrénées. *Annales tectonicae*, IV, 19-42

Bronner, A., Sauter, D., Manatschal, G., Péron-Pinvidic, G., Munschy, M. **2011**. Magmatic breakup as an explanation for magnetic anomalies at magma-poor rifted margins. *Nature Geoscience*, 4, 549-553

Brunet, M.F. **1986**. The influence of the evolution of Pyrenees on adjecent basins. *Tectonophysics*, 129, 343-354

Brunet, M.F. **1991**. Subsidence et géodynamique du bassin d'Aquitaine. Relations avec l'ouverture de l'Atlantique. Thèse de Doctorat d'État, Université Pierre et Marie Curie, Paris, 288 pp.

Cabrera, L., Roca, E., Santanach, P. **1988**. Basin formation at the end of a strike-slip fault: the Cerdanya Basin (eastern Pyrenees). *Journal of Geological Society London*, 145, 261-268

Calvet, M., Delmas, M, Gunnell, Y., Braucher, R., et Bourlès, D.L. **2011**. Recent advances on Quaternary glaciations in the Pyrenees. *In: Ehlers, J., Gibbard, P.L., Hughes, P. (eds), Quaternary glaciations, Extent and Chronology, a closer look Part IV*, Elsevier. Developments in Quaternary Science, 15, 127-139

Calvet, M., Gunnell, Y. **2008**. Planar landforms as markers of denudation chronology: An inversion of East Pyrenean tectonics based on landscape and sedimentary basin analysis. *Geological Society Special Publication*, 296, 147-166

Carozza, J.M., Baize, S.M. **2004**. L'escarpement de faille de la Têt est-il le résultat de la tectonique active Plio-Pléistocène ou d'une exhumation Pléistocène ? *Comptes Rendus Geosciences*, 336, 217-226.

Casteras, M. **1933**. Recherches sur la structure du versant nord des Pyrdn6es centrales et orientales. *Bulletin des Services de la Carte Géologique de la France*, 189, 37, 525 pp.

Chevrot, S., Villaseñor, A. et Sylvander, M. **2014**. High resolution imaging of the Pyrenees and Massif Central from the data of the PYROPE and IBERARRAY portable array deployments. *Journal of Geophysical Research*, 119(8), 6399-6420

Choukroune, P. et Team ECORS. **1989**. The ECORS pyrenean deep sismic profile reflection data and the overall structure of an orogenic belt. *Tectonics*, 8, 23-39

Choukroune, P. et Mattaeur, M. **1978**. Tectonique des plaques et Pyrénées : sur le fonctionnement de la faille transformante nord-pyrénéenne ; comparaisons avec des modèles actuels. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 20, 689-700

Choukroune, P. **1974**. Structure et évolution tectonique de la Zone Nord-Pyrénéenne. Analyse de la déformation dans une portion de chaîne à schistosité verticale. Thèse de 3ème cycle - Université Des Sciences et Techniques du Languedoc, Montpellier, 276 pp.

Christophoul, F., Soula, J.C., Brusset, S., Elibana, B., Roddaz, M., Bessiere, G. et Deramond, J. **2003**. Time, place and mode of propagation of foreland basin systems as recorded by the sedimentary fill: examples of the Late Cretaceous and Eocene retro-foreland basins of the north-eastern Pyrenees. *Journal of Geological Society, London, Special Publications*, 208, 229-252

Clauzon, G., Suc, J.-P., Gautier, F., Berger, A., et Loutre, M.-F. **1996**. Alternate interpretation of the Messinian salinity crisis: Controversy resolved? *Geology*, 24(4), 363-366

Clauzon, G. **1978**. The Messinian Var canyon (Provence, Southern France)−paleogeographic implications. *Marine Geology*, 27(3), 231-246

Clerc, C., Lagabrielle, Y., Neumanier, M., Reynaud, J.Y. et de Saint Blanquat, M. **2012**. Exhumation of subcontinental mantlerocks: evidence from ultramafic-bearing clastic deposits nearby the Lherz peridotite body, French Pyrenees. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 183, 443-459

Clerc, C. et Lagabrielle, Y. **2014**. Thermal control on the modes of crustal thinning leading to mantle exhumation. Insights from Cretaceous Pyrenean hot paleomargins. *Tectonics*, 33, 1340-1359

Cocherie, A., Baudin, T., Autran, A., Guerrot, C., Fanning, C.M. et Laumonier, B. **2005**. U-Pb zircon (ID-TIMS and SHRIMP) evidence for the early ordovician intrusion of metagranites in the late Proterozoic Canaveilles Group of the Pyrenees and the Montagne Noire (France). *Bulletin de la Société géologique de France*, 176, 269-282

Costa, E., Garcés, M., Lopez-Blanco, M., Beamud, E., Gomez-Paccard, M. et Larrasoana, J.C. **2010**. Closing and continentalization of the South Pyrenean foreland basin (NE Spain): magnetochronological constraints. *Basin Research*, 22, 904-917

Crest, Y. **2017**. Quantification de la dénudation glaciaire et postglaciaire dans l'orogène pyrénéen. Thèse de

doctorat, Université de Perpignan Via Domitia, France, 480 pp.

DeCelles, P.G.; Giles, K.A. **1996**. Foreland basin systems. *Basin Research*, 8, 105-123

Delmas M., Gunnell Y., Braucher R., Calvet M., Bourlès D. **2008**. Exposure age chronology of the last glacial cycle in the eastern Pyrenees. *Quaternary Research*, 69, 231–241

Delmas, M., Calvet M., Gunnell M., Braucher R., Bourlès D. **2011**. Palaeogeography and 10Be exposure-age chronology of Middle and Late Pleistocene glacier systems in the northern Pyrenees : implications for reconstructing regional palaeoclimates. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 305, 109–122

Delmas, M., Cerdan, O., Cheviron, B., Mouchel, J.M., Eyrolle, F. **2012**. Sediment export from French rivers to the sea. *Earth Surface Processes and Landforms*, 37, 754-762

Delmas, M., Braucher, R., Gunnell, Y., Guillou, V., Calvet, M., Bourlès, D.L., and ASTER Team. **2015**. Constraints on Pleistocene glaciofluvial terrace age and related soil chronosequence features from vertical ^{10}Be profiles in the Ariège River catchment (Pyrenees, France). *Global and Planetary Change*, 132, 39-53

Depéret, C. **1923**. Les glaciations des vallées pyrénéennes françaises et leurs relations avec les terrasses fluviales. *Comptes rendus des séances de l'Académie des Sciences*, 176, 1519–1524

Denèle, Y., Barbey, P., Deloule, E., Pelletier, E., Olivier, P. et Gleizes, G. **2009**. Middle Ordovician U-Pb age of the Aston and Hospitalet orthogneissic laccoliths: their role in the Variscan evolution of the Pyrenees. *Bulletin de la Société géologique de France*, 180, 209-216

Denèle, Y., Paquette, J.-L., Olivier, P. et Barbey, P. **2011**. Permian granites in the Pyrenees : the Aya pluton (Basque Country). *Terra Nova*, 24, 105-113

Denèle, Y., Laumonier, B., Paquette, J.L., Olivier, P., Gleizes, G. et Barbey, P. **2014**. Timing of granite emplacement, crustal flow and gneiss dome formation in the Variscan segment of the Pyrenees. *In: The Variscan Orogeny: Extent, Timescale and the Formation of the European Crust, éditeurs Schulmann K., Martinez-Catalan J.R., Lardeaux J.M., Janousek V. & Oggiano G., Geological Society, London, Special Publications*, 405, 265-287

Deselgaulx, P., Roure, F. et Villein, A. **1990**. Structural evolution of the Pyrenees: tectonic inheritance and flexural behaviour in the continental crust. *Tectonophysics*, 182, 211-225

De Sitter, L.U. **1952**. Pliocene uplift of Tertiary mountain chains. *American Journal of Science*, 250, 297-307

Devolve, J.J., Vachard, D. et Souquet, P. **1998**. Stratigraphic record of thrust propagation, Carboniferous foreland basin, Pyrenees, with emphasis on Pays-de-Sault (France-Spain). *Geologische Rundschau*, 87, 363-372

Fallourd, S., Poujol, M., Boulvais, P., Paquette, J.L., de Saint Blanquat, M. et Remy, P. **2014**. In situ LA-ICP-MS U-Pb titanite dating of Na-Ca metasomatism in orogenic belts: the North Pyrenean example. *International Journal of Earth Sciences*, 103, 667-682

Faucher, D. **1937**. Le glacier de l'Ariège dans la basse vallée montagnarde. *Revue de géographie alpine*, 20(3), 573–589

Filleaudeau, P.Y. **2011**. Croissance et dénudation des Pyrénées du Crétacé Supérieur au Paléogène : Apports de l'analyse de bassin et thermochronométrie détritique. *Thèse de 3ème cycle, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI*, 362 pp.

Filleaudeau, P.Y., Mouthereau, F. et Pik, R. **2011**. Thermo-tectonic evolution of the south-central Pyrenees from rifting to orogeny: insights from detrital zircon U/Pb and (U-Th)/He thermochronometry. *Basin Research*, 23, 1-17

Fillon, C., Gautheron, C. et Van Der Beek, P. **2013**. Oligocene-Miocene burial and exhumation of the Southern Pyrenean foreland quantified by low-temperature thermochronology. *Journal of the Geological Society, London*, 170, 67-77

Fillon, C. et Van der Beek, P. **2012**. Post-orogenic evolution of the southern Pyrenees: constraints from inverse thermo-kinematic modeling of low-temperature thermochronology data. *Basin Research*, 23, 1-19

Fitzgerald, P.G., Muñoz, J.A., Coney, P.J. et Baldwin, S.L. **1999**. Asymmetric exhumation across the Pyrenean orogen : implications for the tectonic evolution of a collisional orogeny. *Earth and Planetary Science Letters*, 173, 157-170

Ford, M., Hemmer, L., Vacherat, A., Gallagher, K and Christophoul, F. **2016**. Retro-wedge foreland basin evolution along the ECORS line, eastern Pyrenees, France. *Journal of Geological Society*, 173, 419-437

Garcés, M., Agustí, J., Cabrera, L. and Parés, J.M. **1996**. Magnetostratigraphy of the Vallesian (late Miocene) in the Vallès Penedès Basin (northern Spain). *Earth and Planetary Science Letters*, 142, 381-396

Garcia-Castellanos, D., Estrada, F., Jimenez-Munt, I., Gorini, C., Fernandez, M.,

Verges, J., et De Vicente, R. **2009**. Catastrophic flood of the Mediterranean after the Messinian salinity crisis. *Nature*, 462(7274), 778-781

García-Ruiz, J.M., Martí-Bono, C., Peña-Monné, J.L., Sancho, C., Rhodes, E.J., Valero-Garcés, B., González-Sampériz, P., et Moreno, A. **2013**. Glacial and fluvial deposits in the Aragón Valley, central-western Pyrenees: Chronology of the Pyrenean Late Pleistocene glaciers. *Geografiska Annaler: Series A, Physical Geography*, 95(1), 15-32

Gargani, J., et Rigollet, C. **2007**. Mediterranean Sea level variations during the Messinian salinity crisis. *Geophysical Research Letters*, 34 – L10405

Gattacceca, J. **2014**. La dérive miocène du bloc corso-sarde. *Géochronique*, 132.

Genti, M. **2015**. Impact des processus de surface sur la déformation actuelle des Pyrénées et des Alpes. Thèse de doctorat, Université de Montpellier, France, 255 pp

Genti, M., Chery, J., Vernant, P., and Rigo, A. **2015**. Impact of gravity forces and topography denudation on normal faulting in Central–Western Pyrenees: Insights from 2D numerical models, *Comptes Rendus Geoscience*, 201(2), 947–964

Gibson, M., Sinclair, H.D., Lynn, G.J. et Stuart, F.M. **2007**. Late- to post-orogenic exhumation of the Central Pyrenees revealed through combined thermochronological data and modeling. *Basin Redearch*, 19, 323-334

Gorini, C., Le Marrec, A., and Mauffret, A. **1993**. Contribution to the structural and sedimentary history of the Gulf of Lions (western Mediterranean) from the ECORS profiles, industrial seismic profiles and well data. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 164(3), 353-363

Goron, L. **1941**. Les vallums morainiques et les terrasses des dernières glaciations dans la région prépyrénéenne et son avant-pays. *Revue géographique des Pyrénées et du Sud-Ouest*, 12(4), 373-430

Goula, X., Olivera, C., Fleta, J., Grellet, B., Lindo, R., Rivera, L., Cisternas, A., Carbon, D. **1999**. Present and recent stress regime in the eastern part of the Pyrenees. *Tectonophysics*, 308, 487-502

Gunnell, Y. and Calvet, M. **2006**. Comment on « Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain », by J. Babault *et al. Tectonics*, 25, TC3003

Gunnell, Y., Calvet, M., Brichau, S., Carter, A., Aguilar, J.P. et Zeyen, H. **2009**. Low long-term erosion rates in high-energy mountain belts: Insights from thermo- and biochronology in the

Eastern Pyrenees. *Earth and Planetary Science Letters*, 278, 208-218

Hall, C.A. et Benett, V.C. **1979**. Significance of lherzolite at the Etang de Lherz, central Pyrenees, southern France. *Earth and Planetary Science Letters*, 45, 349-354

Hez, G. **2015**. Un remarquable enregistreur de l'incision de la vallée de la Têt : Le karst étagé des gorges de Villefranche de Conflent Pyrénées-Orientales – France. Mémoire de M2, Université de Savoie Mont-Blanc, pp. 117.

Hsü, K. J., Cita, M. B., et Ryan, W. B. F. **1973**. The origin of the Mediterranean evaporites, initial reports of the Deep Sea Drilling Project

Huyghe, D., Mouthereau, F. et Emmanuel, L. **2012**. Oxygen isotopes of marine mollusk shells record Eocene elevation change in the Pyrenees. *Earth and Planetary Science Letters*, 345-348, 131-141

Jammes, S. **2009**. Processus d'amincissement crustal en contexte transtensif : L'exemple du golfe de Gascogne et des Pyrénées basques. Thèse de doctorat, Université de Strasbourg, France, 245 pp.

Jammes, S., Lavier, L.L. et Manatschal, G. **2010**. Extreme crustal thinning in the Bay of Biscay and Western Pyrenees: From observations to modeling. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 11. 26 p.

Jammes, S., Manatschal, G., Lavier, L.L. et Masini, E. **2009**. Tectonosedimentary evolution related to extreme crustal thinning ahead of a propagating ocean: Example of the western Pyrenees. *Tectonics*, 28, 24 p.

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N. et Campani, M. **2007**. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the southe Pyrenean basement thrust system (France-Spain). *Tectonics*, 26, TC5007

Krijgsman, W., Langereis, C. G., Zachariasse, W. J., Boccaletti, M., Moratti, G., Gelati, R., Iaccarino, S., Papani, G., et Villa, G. **1999**. Late Neogene evolution of the Taza-Guercif Basin (Rifian Corridor, Morocco) and implications for the Messinian salinity crisis. *Marine Geology*, 153(1-4), 147-160

Lacan, P. et Ortuño, M. **2012**. Active tectonics of the Pyrenees: A review. *Journal of Iberian Geology*, 38(1), 9-30

Lagabrielle, Y., Labaume, P. et de Saint Blanquat, M. **2010**. Mantle exhumation, crustal denudation, and gravity tectonics during Cretaceous rifting in the Pyrenean realm (SW Europe): Insights from the geological setting of the lherzolite bodies. *Tectonics*, 29, 26 p

Laumonier, B., Autran, A., Barbey, P., Cheilletz, A., Baudin, T., Cocherie, A. et Guerrot, C. **2004**. Conséquences de l'absence de socle cadomien sur l'âge et la signification des séries pré-varisques (anté-Ordovicien supérieur) au sud de la France (Pyrénées, Montagne Noire). *Bulletin de la Société Géologique de France*, 175, 643-655

Lewis, C.J., McDonald, E.V., Sancho, C., Peña, J.L., Rhodes, E.J. **2009**. Climatic implications of correlated Upper Pleistocene glacial and fluvial deposits on the Cinca and Gallego Rivers (NE Spain) based on OSL dating and soil stratigraphy. Global and Planetary Change, 67 (3–4), 141–152

Lofi, J., Gorini, C., Berne, S., Clauzon, G., Dos Reis, A. T., Ryan, W. B., et Steckler, M. S. **2005**. Erosional processes and paleo-environmental changes in the Western Gulf of Lions (SW France) during the Messinian Salinity Crisis. *Marine Geology*, 217(1), 1-30

Loget, N., Van Den Driessche, J., et Davy, P. **2005**. How did the Messinian Salinity Crisis end ? *Terra Nova*, 17, 414-419

López-Tarazón, J.A., López, P., Lobera, G., Batalla, R.J. **2016**. Suspended sediment, carbon and nitrogen transport in a regulated Pyrenean river. *Science of the Total Environment*, 540, 133-145.

Mahé, C. **2015**. Paléogéographie et chronologie des paléoenglacements tardiglaciaires pyrénéens. Mémoire de Master 2, Université Paris-Sorbonne, Paris IV, France, 150 pp.

Manzi, V., Lugli, S., Lucchi, F. R., and Roveri, M. **2005**. Deep clastic evaporites deposition in the Messinian Adriatic foredeep (northern Apennines, Italy): did the Mediterranean ever dry out? *Sedimentology*, 52(4), 875-902

Mattauer, M. **1968**. Les traits structuraux essentiels de la chaîne pyrénéenne. *Revue de Géographie Physique et de Géologie Dynamique*, 10, 3-12.

Matte, P. **1986**. Tectonics and plate tectonics model for the Variscan belt of Europe. *Tectonophysics*, 126, 329-374

Matte, P. **2001**. The Variscan collage and orogeny (480-290 Ma) and the tectonic definition of the Armorica microplate: a review. *Terra Nova*, 13, 122-128

Mengaud, M. **1910**. Contribution à l'étude du glaciaire et des terrasses de l'Ariège et du Salat. *Bulletin de la Société d'Histoire Naturelle de Toulouse*, 43, 19–41

Molliex, S., Rabineau, M., Leroux, E, Bourlès, D., Authemayou, C., Aslanian, D., Chauvet, F., Civet, F. and Jouët, G. **2016**. Multi-approach quantification of denudation rates in

the Gulf of Lion source-to-sink system (SE France). *Earth and Planetary Science Letters*, 444, 101-115.

Molnar, P. and Lyon-Caen, H. **1988**. Some simple physical aspects of the support, structure, and evolution of mountain belts. *Process. Cont. Lithospheric Deform.*, 218, 179–207

Morris, R.G., Sinclair, H.D. et Yelland, A.J. **1998**. Exhumation of the Pyrenean orogen : implications for sediment discharge. *Basin Research*, 10, 69-85

Mouchené, M. **2016**. Évolution post-orogénique du système couplé piémont/bassin versant : le méga-cône alluvial de Lannemezan et son bassin versant au Nord des Pyrénées. Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, France, 334 pp

Mouchené, M., van der Beek, P., Carretier, S., Mouthereau, F. **2017a**. Autogenic versus allogenic controls on the evolution of a coupled fluvial megafan/mountainous catchment system: numerical modelling and comparison with the Lannemezan megafan system (Northern Pyrenees, France). *Earth Surface Dynamics*, 5, 125-143

Mouchené, M., van der Beek, P., Mouthereau, F., Carcaillet, J. **2017b**. Controls on Quaternary incision of the Northern Pyrenean foreland: Chronological and geomorphological constraints from the Lannemezan megafan, SW France. *Geomorphology*, 281, 78-93

Mouthereau, F., Filleaudeau, P.Y., Vacherat, A., Pik, R., Lacombe, O., Giuditta Fellin, M., Castelltort, S., Christophoul, F. et Masini, E. **2014**. Placing limits to shortening evolution in the Pyrenees : role of margin architecture and implications for the Iberia/Europe convergence. *Tectonics,* Tectonics, 33, 2283–2314

Muñoz, J.A. **1992**. Evolution of a continental collision belt: ECORS-Pyrenees crustal balanced cross-section. In: McClay, K.R. (Ed.), Thrust Tectonics. Springer Netherlands, pp. 235–246

Muñoz, J.A., Martinez, A. et Verges, J. **1986**. Thrust sequences in the eastern Spanish Pyrenees. *Journal of Structural Geology*, 8, 399-405

Naylor, M., and Sinclair, H.D. **2008**. Pro- vs. retro-foreland basins. *Basin Research*, 20(3), 285-303.

Nivière, B., Lacan, P., Regard, V., Delmas, M., Calvet, M., Huyghe, D., and Roddaz, B. **2016**. Evolution of the Late Pleistocene Aspe River (Western Pyrenees, France). Signature of climatic events and active tectonics. *Comptes Rendus Geoscience*, 348, 203-212

Olivet, J.L. **1996**. La cinématique de la plaque Ibérique. *Bulletin des Centres de*

Recherches Exploration-Production Elf-Aquitaine, 20, 131-195

Palacios, D., Gómez-Ortiz, A., de Andrés, N., Vásquez-Selem, L., Salvador-Franch, F., Oliva, M. **2015a**. Maximum extent of Late Pleistocene glaciers and last deglaciation of La Cerdanya mountains, Southeastern Pyrenees. *Geomorphology*, 231, 116-129

Palacios, D., de Andrés, N., López-Moreno, J.I., García-Ruiz. **2015b**. Late Pleistocene deglaciation in the upper Gállego Valley, central Pyrenees. *Quaternary Research*, 83, 397-414

Pallàs, R., Rodés, A., Braucher, R., Carcaillet, J., Ortuño, M., Bordonau, J., Bourlès, D.L., Vilaplana, J.M., Masana, E., et Santanach, P. **2006**. Late Pleistocene and Holocene glaciation in the Pyrenees: a critical review and new evidence from 10Be exposure ages, south-central Pyrenees. *Quaternary Science Reviews*, 25, 2937–2963

Pallàs, R., Rodés, A., Braucher, R., Bourlès, D.L., Delmas, M., Calvet, M., Gunnell, Y. **2010**. Small isolated glacial catchments as priority targets for cosmogenic surface exposure dating of Pleistocene climate fluctuations, southeastern Pyrenees, *Geology*, 38, 891–894

Pauchet, H., Rigo, A., Rivera, L., Souriau, A. **1999**. A detailed analysis of the February 1996 aftershock sequence in the eastern Pyrenees, France, *Geophysical Journal International*, 137, 107–127

Penck, A. **1883**. La période glaciaire dans les Pyrénées. *Bulletin de la Société d'Histoire Naturelle de Toulouse*, 19, 105–200

Penck, A. **1894**. Studien über das Klima Spaniens während der Jüngeren Tertiärperiode und der Diluvialperiode. *Zeitschrift der Gesellschaft für Erdkunde zu Berlin*, 29, 109–141

Pereira, M.F., Chichorro, M., Linnemann, U., Eguiluz, L. et Silva, J.B. **2006**. Inherited ar signature in Ediacaran and Early Cambrian basins of the Ossa-Morena Zone (Iberian Massif, Portugal): Paleogeographic link with European and North African Cadomian correlatives. *Precambrian Research*, 144, 297-315

Pérez-Asensio, J.N., Aguirre, J., Jiménez-Moreno, G., Schmiedl, G. and Civis J. **2013**. Glacioeustatic control on the origin and cessation of the Messinian salinity crisis. *Global and Planetary Change*, 111, 1-8

Plaziat, J.C. **1981**. Late Cretaceous to Late Eocene paleogeographic evolution of southwest Europe. *Paleogeography, Paleoclimatology, Paleoecology*, 36, 263-320

Poujol, M., Boulvais, P. et Kosler, J. **2010**. Regional-scale Cretaceous albitization in the Pyrenees: evidence from in situ

U-Th-Pb dating of monazite, titanite and zircon. *Journal of the Geological Society, London*, 167, 751-767

Pous, J., Ledo, J., Marcuello, A., Daignières, M. **1995**. Electrical resistivity model of the crust and the upper mantle from a magnetotelluric survey through the central Pyrenees. *Geophysical Journal International,* 121, 750-762

Puigdefabregas, C. et Souquet, P. **1986**. Tecto-sedimentary cycles and depositional sequences of the Mesozoic and Tertiary from the Pyrenees. *Tectonophysics*, 129, 173-203

Rigo A., Pauchet, H. Souriau, A. Grésillaud, A. Nicolas, M. Olivera, C. Figueras, S. **1997**. The February 1996 earthquake sequence in the eastern Pyrenees: first results. *Journal of Seismology*, 1, 3-14

Rigo, A., Vernant, P., Feigl, K. L., Goula, X., Khazaradze, G., Talaya, J., Morel, L., Nicolas,J., Baize, S., Chery, J., and Sylvander, M. **2015**. Present-day deformation of the Pyrenees revealed by GPS surveying and earthquake focal mechanisms until 2011. *Geophysical Journal International*, 201(2), 947–964

Rossi, P., Cocherie, A., Fanning, C.M. et Ternet, Y. **2003**. Datation U-Pb sur zircons des dolérites tholéiitiques pyrénéennes (ophites) à la limite Trias-Jurassique et relations avec les tufs volcaniques dits « infra-liasiques » nord-pyrénéens. *Comptes rendus Geoscience*, 335, 1071-1080

Rougier, G., Ford, M., Christophoul, F., and Bader, A.-E. **2015**. Stratigraphic and tectonic studies in the central Aquitaine Basin, northern Pyrenees: Constraints on the subsidence and deformation history of a retro-foreland basin. *Comptes Rendus Geoscience*, 348(3-4), 224-235.

Roveri, M., Manzi, V., Bergamasco, A., Falcieri, F., Gennari, R., Lugli, S., et Schreiber, B. **2014**. Dense shelf water cascading and Messinian canyons: A new scenario for the Mediterranean salinity crisis. *American Journal of Science*, 314(3), 751-784.

Roveri, M., Lugli, S., Manzi, V., et Schreiber, B. C. **2008**. The Messinian Sicilian stratigraphy revisited: new insights for the Messinian salinity crisis. *Terra Nova*, 20(6), 483-488

Scott, G.R. **1975**. Cenozoic surfaces and deposits in the Southern Rocky Mountains. *Geological Society of America Memoirs*, 144, 227-248

Serrano, O., Guillocheau, F. et Leroy, E. **2001**. Évolution du basin compressif Nord-Pyrénéen au Paléogène (basin de l'Adour) : contraintes stratigraphiques. *Compte-Rendu de l'Académie des Sciences Paris, Sciences de la Terre et des planètes*, 332, 37-44

Serrat, P. **1999**. Dynamique sédimentaire actuelle d'un système fluvial méditerranéen : l'Agly (France). *Compte-Rendu de l'Académie des Sciences Paris, Sciences de la Terre et des planètes*, 329, 189-196

Serrat, P., Ludwig, W., Navarro, B., Blazi, J.L. **2001**. Variabilité spatio-temporelle des flux de matière en suspension d'un fleuve côtier méditerranéen : la Têt (France). *Compte-Rendu de l'Académie des Sciences Paris, Sciences de la Terre et des planètes*, 333, 389-397

Shaw, J., Gutierez-Alonso, G., Johnston, S.T. et Pastor-Galan, D. **2014**. Provenance variability along the Early Ordovician north Gondwana margin: Paleogeographic and tectonic implications of U-Pb detrital zircon ages from the Armorican Quartzite of the Iberian Variscan belt. *Geological Society of America Bulletin*, 126, 702-719

Sibuet, J.C., Srivastava, S.P. et Spakman, W. **2004**. Pyrenean orogeny and plate kinematics. *Journal of Geophysical Research*, 109, 18 p.

Sinclair, H.D., Gibson, M., Naylor, M. et Morris, R.G. **2005**. Asymmetric growth of the Pyrenees revealed through measurement and modeling of orogenic fluxes. *American Journal of Science*, 305, 369-406

Sinclair, H.D., Gibson, M., Lynn, G., and Stuart, F.M. **2009**. The evidence for a Pyrenean Resurrection: a response to Babault *et al.* (2008). *Basin Research*, 21, 143-145

Souriau, A. et Granet, M. **1995**. A tomographic study of the lithosphere beneath the Pyrenees from local and teleseismic data. *Journal of Geophysical Research*, 100, 18117-18134

Souriau, A. et Sylvander, M. **2004**. Les séismes dans les Pyrénées. *Nouvelles Éditions Loubatières*, *Portet-sur-Garonne*, 162 pp.

Srivastava, S.P., Sibuet, J.C., Cande, S., Roest, W.R. et Reid, I.D. **2000**. Magnetic evidence for slow seafloor spreading during the formation of the Newfoundland and Iberian margins. *Earth and Planetary Science Letters*, 182, 61-76

Stange, K.M., Van Balen, R.T., Vandenberghe, J., Peña, J.L., and Sancho, C. **2012**. External controls on Quaternary fluvial incision and terrace formation at the Segre River, Southern Pyrenees. *Tectonophysics*, 602, 316-331

Stange, K.M., Van Balen, R.T., Carcaillet, J., Vandenberghe, J. **2013**. Terrace staircase development in the southern Pyrenees foreland: inferences from 10Be terrace exposure ages at the Segre River. *Global and Planetary Change*, 101, 97–112.

Stange, K.M., Van Balen, R.T., Kasse, C., Vandenberghe, J., Carcaillet, J. **2014**.

Linking morphology across the glaciofluvial interface: a 10Be supported chronology of glacier advances and terrace formation in the Garonne River, northern Pyrenees, France. *Geomorphology*, 207, 71–95

Stange, K.M., Van Balen, R.T., Garcia-Castellanos, D., and Cloetingh, S. **2016**. Numerical modelling of Quaternary terrace staircase formation in the Ebro foreland basin, southern Pyrenees, NE Iberia. *Basin Research*, 28, 124-146

Stanistreet, I.G. et McCarthy, T.S. **1993**. The Okavango fan and the classification of subaerial fan systems. *Sedimentary Geology*, 85, 115-133

Suc, J.-P. and Fauquette, S. **2012**. The use of pollen floras as a tool to estimate palaeoaltitude of mountains: the eastern Pyrenees in the Late Neogene, a case study. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 321-322, 41-54

Taillefer, F. **1951**. Le piémont des Pyrénées françaises. Privat, Toulouse, 383 pp.

Tena, A., Batalla, R.J. **2013**. The sediment budget of a large river regulated by dams (The lower River Ebro, NE Spain). *Journal of Soil Sediments*, 13, 966-980

Turu I Michels, V., Peña Monné, J.L. **2006**. Las terrazas fluviales del sistema Segre-Valira (Andorra-La Seu d'Urgell-Organyá, Pirineos Orientales): relación con el glaciarismo y la tectónica activa. *Geomorfología y Territorio, IX Reunión Nacional de Geomorfología*, 113–128.

Tweto, O. **1975**. Laramide (Late Cretaceous Early Tertiary) orogeny in the Southern Rocky Mountains. *Geological Society of America Memoirs*, 144, 1-44

Ubide, T., Wijbrans, J.R., Gale, C., Arranz, E., Lago, M. et Larrea, P. **2014**. Age of Cretaceous alkaline magmatism in northeast Iberia : implications for the Alpine cycle in the Pyrenees. *Tectonics*, 33, 1444-1460

Vergès, J. et Garcia-Senz, J. **2001**. Mesozoic evolution and Cainozoic inversion of Pyrenean Rift. *In: Peri-Tethys Memoir 6: Peri-Tethyan Rift/Wrench Basins and Passive Margins, éditeurs Ziegler P.A., Cavazza W., Robertson A.H.F. & Crasquin-Soleau S., Mémoires du Museum national d'Histoire naturelle, Paris*, ISBN 186, 186-212

Vergès, J., Marzo, M., Santaeularia, T., Serra-Kiel, J., Burbank, D.W., Muñoz, J.A. et Giménez-Montsant, J. **1998**. Quantified vertical motions and tectonic evolution of the SE Pyrenean foreland basin. Journal of *Geological Society, Special Publications*, 134, 107-134

Vernant, P., Hivert, F., Chéry, J., Steer, P., Cattin, R., and Rigo, A. **2013**. Erosion-induced isostatic rebound triggers

extension in low convergent mountain ranges. G*eology*, 41(4), 467–470.

Vielzeuf, D. et Kornprobst, J. **1984**. Crustal splitting and the emplacement of Pyrenean lherzolites and granulites. *Earth and Planetary Science Letters*, 67, 87-96

Whitchurch, A.L., Carter, A., Sinclair, H.D., Duller, R.A., Whittaker, A.C. et Allen, P.A. **2011**. Sediment routing system evolution within a diachronously uplifting orogen: insights from detrital zircon thermochronological analyses from the South-Central Pyrenees. *American Journal of Science*, 311, 442-482

Chapitre Deux

D'un point du bassin versant au dépôt dans le karst : trajet d'un grain au fil de l'eau



Galerie des Fleurs, grotte de l'Aguzou – Photo C. Bès

« C'est près de l'eau que j'ai le mieux compris que la rêverie est un univers en émanation, un souffle odorant qui sort des choses par l'intermédiaire d'un rêveur. Si je veux étudier la vie des images de l'eau, il me faut donc rendre leur rôle dominant à la rivière et aux sources de mon pays. »

G. Bachelard – L'Eau et les Rêves – Essai sur l'Imagination de la Matière

Comme le montre le chapitre précédent, il demeure donc actuellement de nombreuses zones d'ombres concernant l'histoire post-orogénique des Pyrénées, notamment en ce qui concerne la surrection de toute ou partie de la chaîne. Afin d'apporter des éclairages à ce type de débat, il convient d'étudier l'incision, donc l'évolution du niveau de base, enregistrée par les vallées entaillant l'orogène. Classiquement, cette évolution est étudiée par le biais de marqueurs passifs du soulèvement telles les terrasses alluviales mais peu de reliques subsistent dans les domaines bordiers des piedmonts pyrénéens comme vu au cours du Chapitre 1. Par ailleurs, les procédés reposant sur l'étude de la réponse des systèmes fluviatiles aux variations du niveau de base, tels l'exploitation de profils en long des cours d'eau, ne sont pas adaptés aux échelles de temps longues que nous souhaitons étudier. Ces travaux de thèse se sont donc attachés à l'étude d'un autre marqueur passif du soulèvement en domaine carbonaté : les paléo-drains karstiques. Au fur et à mesure de l'encaissement de la vallée, différentes générations de conduits « épiphréatiques » horizontaux vont se mettre en place, les réseaux plus récents se formant en-dessous des générations précédentes (e.g. Palmer, 2007 ; Audra et al., 2013). Ces galeries étagées représentent les paléo-altitudes des paléo-niveaux de base locaux. Dès lors qu'elles piègent des alluvions fluviatiles, les galeries épiphréatiques sont assimilables à des niveaux de terrasses alluviales étagées, que l'on peut dater par diverses méthodes. Le karst est en effet un milieu très conservateur, où les reliques d'alluvions fluviatiles vont être préservées des processus de dénudation. Ces sédiments riches en quartz, produits dans la partie amont des bassins versants et piégés à la traversée des chaînons calcaires périphériques, peuvent être traités afin d'en déterminer la durée d'enfouissement.

Note to anglophone readers:

As shown in the previous chapter, there are many remaining questions concerning the post-orogenic history of the Pyrenees, in particular regarding its uplift. In order to shed light on this on-going debate, it appears relevant to study the incision, and thus the base level evolution, recorded by the valleys that cut through the orogen. Classically, these evolutions are deciphered through the studies of passive markers such as the alluvial terraces. However, as described in Chapter 1, few relics of fluvial terraces remain in the foothills of the chain. On the other hand, processes based on the study of the response of river systems to baseline variations and the exploitation of river profiles are not adapted considering the long time-scale to be investigated and the resolution to be reached by our study. Fortunately, another passive marker of deformation in carbonate domain may be used: the karstic systems. As the valley settles, different generations of horizontal "epiphreatic" conduits will be set up, with newer networks forming below the previous generations (e.g., Palmer, 2007, Audra et al. ., 2013). These horizontal "epiphreatic" conduits record the transient position of former local base levels during the process of valley deepening. Therefore, we studied alluvium-filled horizontal epiphreatic passages representing former valley floors as substitutes of fluvial terraces. The karst is indeed a very conservative environment, where the relics of fluvial alluvium will be preserved from the denudation processes. These quartz-rich sediments, produced in the upstream part of the catchment areas and trapped during their journey through the peripheral limestone massifs, can be studied to determine their burial duration.

Contenu du chapitre 2

1- Dénudation des reliefs et processus de sédimentation dans un bassin versant 80

1.1- Mécanismes de production des sédiments 80

1.1.1- Notions de dénudation, d'érosion et d'altération 80

1.1.2- Notion de bassin versant 81

1.2- Évacuation et transport des sédiments vers les chaînons périphériques et les piedmonts 82

1.3- Rivières et accommodation du niveau de base 83

1.3.1- Notion de niveaux de base, contrôles et morphologies caractéristiques 83

1.3.2- Profil d'équilibre des rivières et réponse des cours d'eau aux contraintes locales 85

2- Le karst, enregistreur de l'évolution des vallées 89

2.1- Généralités sur les systèmes karstiques et la formation des galeries horizontales 89

2.1.1- Dissolution des carbonates et fonctionnement hydrologique 89

2.1.2- Morphologies exokarstiques 93

2.1.3- Vallées karstiques 94

2.1.4- Niveaux piézométrique et potentiométrique 96

2.1.5- Rôle de la structure et de la tectonique dans la formation du karst 97

2.1.6- Le karst en France et dans les Pyrénées 98

2.2- Les systèmes horizontaux : pièges efficaces et témoins de l'évolution au cours du temps 100

2.2.1- Controverse autour du niveau piézométrique 100

2.2.2- Le Four State Model 101

2.2.3- Le modèle épiphréatique 103

2.2.4- Fluctuations du niveau de base et étagement des galeries 106

2.2.5- Cas particulier des paléokarsts méditerranéens et lien avec la crise de salinité messinienne 108

2.3- Morphologies associées aux écoulements 111

2.3.1 – Systèmes verticaux 111

2.3.2- Systèmes horizontaux 112

2.4- Archives sédimentaires et processus de sédimentation 117

2.4.1- Types de dépôts 119

2.4.2- Caractéristiques des particules, études des provenances et diagenèse 121

2.5- Position du karst relativement au piedmont et signification 122

3- Synthèse : le candidat idéal 124

Bibliographie 125

1- Dénudation des reliefs et processus de sédimentation dans un bassin versant

1.1- Mécanismes de production des sédiments

1.1.1- Notions de dénudation, d'érosion et d'altération

Il convient d'apporter quelques précisions quant au vocabulaire utilisé tout du long de ce manuscrit. Le relief désigne l'ensemble des inégalités de la topographie et est à l'interface entre les deux milieux très différents que sont l'atmosphère et la lithosphère. Les forçages internes de la lithosphère (tectonique) vont engendrer la création de reliefs, tandis que les forçages externes (processus atmosphériques) vont les démanteler.

Dans notre cas, le terme de dénudation va englober l'ensemble des phénomènes externes qui conduisent à l'ablation de tout ou partie du substrat rocheux, entraînant ainsi une modification des reliefs.

On distingue ici la désagrégation mécanique des roches avec évacuation par un fluide des débris, que nous considérons ainsi comme désignant les processus d'érosion physique. Ces processus englobent aussi bien les actions (pouvant être conjuguées) fluviatile, qu'éolienne, glaciaire ou marine. Ces phénomènes sont souvent bien plus efficaces que les processus d'altération chimiques. Ils se traduisent sous diverses formes : processus de diffusion (du fait d'impacts des gouttes, cryoclastie, haloclastie, bioturbations), fragmentation des roches par décompression, abrasion, action mécanique des racines végétales, érosion par les eaux superficielles en fines nappes, processus de solifluxion, arrachement des sols, etc.

L'altération chimique désigne la mise en solution des éléments des roches attaquées par des eaux plus ou moins acides. Le phénomène de dissolution est par exemple un des processus dominant dans les reliefs karstiques. L'altération peut également être relative au processus d'hydrolyse, c'est-à-dire au remplacement des cations solubles (*i.e.*, K^+, Na^+, Ca^{2+}) par des cations H^+ déstabilisant les structures cristallines.

Il est à noter que les roches ne présentent pas toutes la même sensibilité à la dénudation, selon les minéraux les constituant (degré de cohésion) et le degré de fracturation (failles, joints, diaclases, clivages) qu'elles présentent. La fragmentation des roches et la dissolution partielle des minéraux les constituant engendrent des vides remplis par des agents (air, eau, glace, composés biologiques) au comportement dissemblables des minéraux originels, ce qui a pour conséquence d'ameublir la roche par perte de cohésion entre les composantes.

1.1.2- Notion de bassin versant

Lorsque les précipitations atteignent la surface, une partie d'entre elles va s'évaporer, mais une autre fraction va soit percoler et s'infiltrer en profondeur, soit ruisseler en surface. Les eaux s'infiltrant dans les sols vont éventuellement rejoindre un aquifère (nappe souterraine) qui va soit emplir tous les pores du substrat (aquifère poreux), soit en occuper les fissures (aquifère fissural). Si l'intensité de l'apport en eau est supérieure au taux d'infiltration dans les sols (capacité d'infiltration), alors les eaux ruissellent en surface, contribuant à la dénudation des reliefs et modelant les versants.

Les systèmes fluviatiles font partis des agents participant à la dénudation des continents (le potentiel érosif d'un cours d'eau étant directement lié au climat et au relief), et délivrent à la fois une charge solide aux océans, et des éléments dissous. Ces systèmes s'organisent en systèmes de drainage distincts, appelés bassins versants, d'extensions variables selon les contextes. Le bassin versant d'un cours d'eau est une unité fonctionnelle correspondant à sa surface d'alimentation. Topographiquement, il est délimité par une ligne de partage des eaux se traduisant par une ligne de crête, et est parcouru par un réseau de rivières qui convergent vers un exutoire en formant un système ramifié (Figure 2-1). Les drains sont marqués par des talwegs, fonds de vallons et/ou de vallées selon le caractère permanent ou intermittent des flux hydrologiques. Deux talwegs sont séparés entre eux par un interfluve. À l'exutoire, toutes les branches du système sont ainsi réunies en un seul conduit (Figure 2-1). Le réseau hydrographique est défini comme un chevelu de drains, chaque drain participant à l'écoulement. Il peut être décrit par une métrique, comme les classifications de Strahler (1952, 1957) ou de Horton (1945).

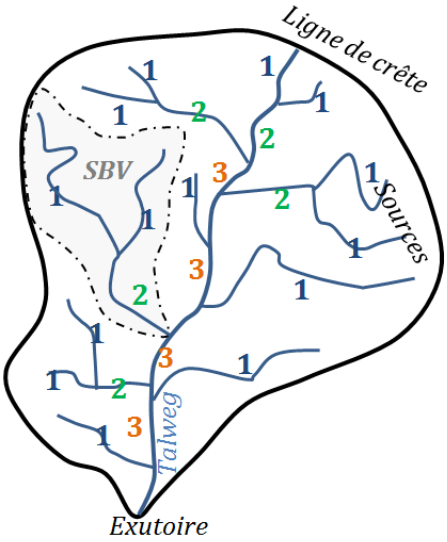


Figure 2-1 : Exemple de classification d'un réseau hydrographique, c'est-à-dire de hiérarchisation des drains du réseau selon leur importance, traduite par un nombre entier : classification selon Strahler (1952, 1957). Dans ce procédé de hiérarchisation, un drain sans affluent est affecté du

nombre 1 indépendamment de paramètres tels que le débit. Un drain d'ordre n + 1 sera issu de la confluence de deux drains d'ordre n comme le montre l'exemple fictif ci-dessus. L'ordre de Strahler du bassin versant sera l'ordre du drain principal à l'exutoire (3 dans ce cas). SBV signifie sous-bassin versant.

De manière plus générale, un bassin versant est défini par sa superficie, sa topographie, son réseau de drainage, la lithologie qui le compose, le climat qui y règne ainsi que son degré d'anthropisation et la manière dont le sol est occupé. La superficie est variable selon que l'on considère le bassin versant topographique ou le bassin versant réel, qui prend en compte les écoulements souterrains. Cette distinction est particulièrement importante en domaine karstique, car le bassin versant réel peut être bien plus grand que le bassin versant topographique.

Cette notion de bassin versant revêt un caractère important pour nos travaux, puisque les taux de dénudation considérés se rapportent à cette échelle ou bien à l'échelle de sous-bassins versants, et non à un point particulier de la topographie.

1.2- Évacuation et transport des sédiments vers les chaînons périphériques et les piedmonts

Les paysages de montagnes et ses versants peuvent être décomposés en plusieurs zones distinctes. Tout d'abord des aires constituées par les versants dominant les drains (rivières, torrents) dans lesquels les produits d'érosion des versants se déversent directement. Par ailleurs, des versants débouchant sur des têtes de réseau au niveau desquelles les produits d'érosion des versants se déposent dans des talwegs et des drains d'ordres inférieurs (1 à 2 dans la classification de Strahler). Dans ce deuxième cas, avant de déboucher sur les processus fluviaux, il existe une zone de transition où le mode de transport des produits grossiers et colluvions de pente se fait essentiellement par de petites coulées denses et autres coulées de débris (Stock & Dietrich, 2006). Les modes de transfert peuvent donc varier selon la position des roches dans le bassin versant, et la topographie de celui-ci. En contexte orogénique, les produits de l'érosion peuvent être évacués de manière non organisée, lors d'événements stochastiques comme les glissements de terrain par exemple : les roches démantelées peuvent se trouver localement en déséquilibre sur les versants et se déplacer brutalement du fait de la gravité. D'autres vecteurs organisés peuvent intervenir, tels que les glaciers, le vent, ou les cours d'eau.

Concernant le dernier cas, les produits de l'érosion sont évacués vers l'aval sous deux formes (Allen, 1997). D'une part un transport sous forme solide (charge de fond et matières en suspension) et d'autre part un transport sous forme dissoute dans l'eau. Dans les orogènes actifs, la charge solide est largement majoritaire et ce sont les processus physiques dans le lit des rivières

qui prédominent dans les phénomènes d'érosion et de transport. Cette charge solide peut voyager sous deux formes distinctes : la charge en suspension et la charge de fond. La distinction entre ces deux formes est basée essentiellement sur la taille du grain transporté, sachant que la limite va fluctuer avec la vigueur de l'écoulement et qu'il existe en fait un continuum entre ces deux modes de transport. La charge de fond (CF) est composée de particules de diamètre supérieur à 0,5 mm (sables grossiers, graviers, galets) qui progressent au fond du chenal par traction, roulement ou bien saltation. Elle se retrouve quasi-exclusivement dans les torrents montagnards et les rivières en tresses de piedmonts pro-glaciaires. Les matières en suspension (MES) désignent les particules fines (0,5 μm à 0,5 mm) progressant rapidement avec le flux, et provenant à la fois de la désagrégation des versants et de la détérioration des matériaux composant la charge de fond. Les MES peuvent selon les périodes parvenir jusqu'au domaine marin (crues), se déposer dans les plaines alluviales (crues), ou bien sédimenter dans des lacs se trouvant sur le parcours du fleuve si le débit est faible et favorable à la décantation (décrues ou étiage). On peut définir les deux extrêmes par d'un côté une particule fine qui ne toucherait jamais le fond, c'est-à-dire en suspension permanente, et de l'autre un bloc qui ne se déplacerait sur le fond que par roulement occasionnel. Entre les deux, une particule peut faire une suite de bonds (on parle de saltation) dont les trajectoires s'allongent et se rehaussent lorsque la vigueur de l'écoulement s'accroît. Enfin, la charge dissoute est formée essentiellement par des ions et des microagrégats (diamètre < 0,5 μm). Dans ce dernier cas la mise en solution des éléments se produit aussi bien au niveau des versants par les processus d'altération *in situ* que par altération de la phase solide durant le transport fluvial et les stockages temporaires associés. Cette charge suit le flux et parvient jusqu'au domaine marin.

1.3- Rivières et accommodation du niveau de base

1.3.1- Notion de niveaux de base, contrôles et morphologies caractéristiques

Les cours d'eau ont tendance à rechercher un état d'équilibre se traduisant par un profil longitudinal (profil traduisant l'évolution de l'altitude en fonction de la distance à la source) idéal concave. Le profil d'équilibre d'un cours d'eau est conditionné par le point le plus bas du bassin versant, constituant le niveau de base (Figure 2-2).

Le niveau de base d'un cours d'eau est un point théorique marquant une transition entre une zone d'aggradation des sédiments et une zone d'érosion, respectivement en-deçà et au-dessus dudit niveau. Les fleuves obéissent tout d'abord à un niveau de base global, correspond au niveau marin ou océanique selon les façades concernées. Néanmoins, les fleuves ont des longueurs variables et traversent différents types de milieux physiographiques avant de parvenir jusqu'à ces

exutoires au niveau de base global. Ainsi, des niveaux de base locaux apparaissent dans les zones de confluences, pour s'adapter au niveau d'une dépression endoréique ou bien d'un système lacustre (Figure 2-2).

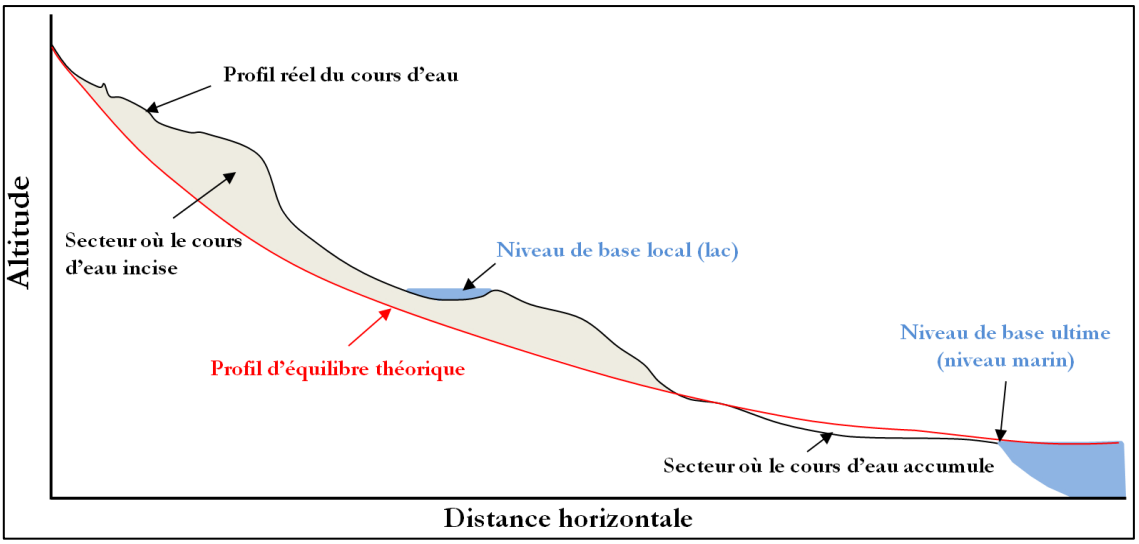


Figure 2-2 : Profil d'équilibre d'un cours d'eau. En réalité, la pente doit s'ajuster aux variations lithologiques (verrou, faille, etc.), ainsi qu'aux variations saisonnières de débit et de transport de charge solide. Le profil d'équilibre théorique n'est donc quasiment jamais atteint dans la nature.

Ainsi le niveau de base peut être modulé par trois facteurs principaux : l'eustatisme (fluctuations du niveau marin), un forçage tectonique (surrection d'un massif, manifestations en surface du jeu d'une faille) ou encore le climat (précipitations, glaciers). Les fleuves vont chercher à accommoder ces variations pour rejoindre un état d'équilibre, en tentant de rattraper les niveaux de base local ou global. En effet, les drains suivent un profil réel fonction de la topographie et recherchent leur profil d'équilibre théorique en incisant le substrat. Cette ablation du relief induit un accroissement de la pente en amont du drain et une accélération du courant. S'en suit alors un mécanisme d'érosion régressive, avec une propagation de l'érosion de proche en proche en remontant le fil du cours d'eau, de l'aval vers l'amont. Ainsi, toute variation altitudinale du niveau de base va engendrer des réajustements concernant le processus d'érosion régressive, qui va s'intensifier ou se modérer. Par exemple, si une surrection locale se produit, l'abaissement du niveau de base induit va occasionner l'encaissement de la rivière sur place, au sein du substrat rocheux. Ce type d'évènement se traduit dans les reliefs par la présence : (i) de gorges étroites pour lesquelles l'incision verticale a été très rapide et où les processus de pente sur les versants (érosion aréolaire) ont été peu marqués du fait de la rapidité de l'érosion linéaire ; (ii) de vallées en V où l'érosion verticale est accompagnée par l'érosion des versants du fait de la vitesse plus modérée du processus, avec évacuation des produits de la dénudation lorsqu'ils parviennent jusqu'aux talwegs.

Les cours d'eau peuvent également s'écouler sur leurs propres alluvions, déposés antérieurement. En effet, le lit peut être encombré ou une élévation du niveau de base peut survenir, engendrant alors un remblaiement par des alluvions fluviatiles. Les oscillations positives ou négatives du niveau de base entraînent classiquement la formation de terrasses alluviales. Ces reliques alluviales témoignent de paléo-niveaux du cours d'eau, et correspondent à des étendues planes et étroites bordant le drain, et délimitées par un talus raide. Le cours d'eau va s'enfoncer et abandonner ses propres alluvions (terrasses incisées), ce qui a pour conséquence de former des épaulements bien caractéristiques au flanc des vallées. En cas de remontée du niveau de base, une nouvelle phase d'aggradation peut avoir lieu et se répercuter sur les altitudes relatives des terrasses (terrasses construites). Les dépôts sédimentaires antérieurs peuvent également provenir d'un héritage glaciaire, tels des alluvions fluvio-glaciaires ou des cordons morainiques.

1.3.2- Profil d'équilibre des rivières et réponse des cours d'eau aux contraintes locales

Étudier la géométrie et la réponse des rivières aux forçages tectoniques revêt donc une importance toute particulière du fait de la sensibilité des versants à l'abaissement de leur niveau de base local. La morphologie de ces derniers est en effet contrôlée par l'évolution du réseau hydrographique. Les rivières constituent donc des marqueurs dynamiques du soulèvement très intéressants. Mais leur étude est compliquée en raison de vitesses d'évolution lentes à l'échelle humaine, notamment (Lavé & Lague, 2012). Néanmoins, les profils de rivière intègrent une réponse moyenne à la tectonique sur plusieurs dizaines de milliers d'années à plusieurs millions d'années.

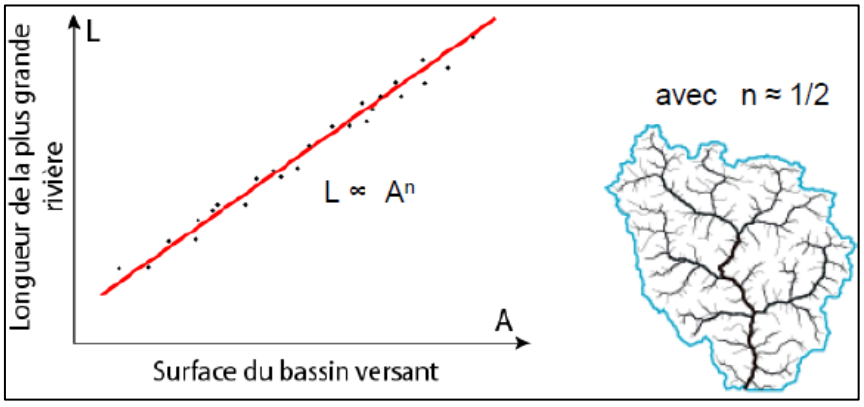


Figure 2-3 : Illustration de la loi de Hack (1973), en comparant le réseau hydrographique et la surface du bassin versant.

Afin de décrire le profil en long d'une rivière, Hack a émis une loi en 1973 (Figure 2-3) décrivant le lien entre la pente (S), l'indice de raideur (k_{SN}), l'aire drainée (A) et l'indice de concavité (θ)(θ~0,5 empiriquement) :

$$S = k_{SN} A^{-\theta}$$

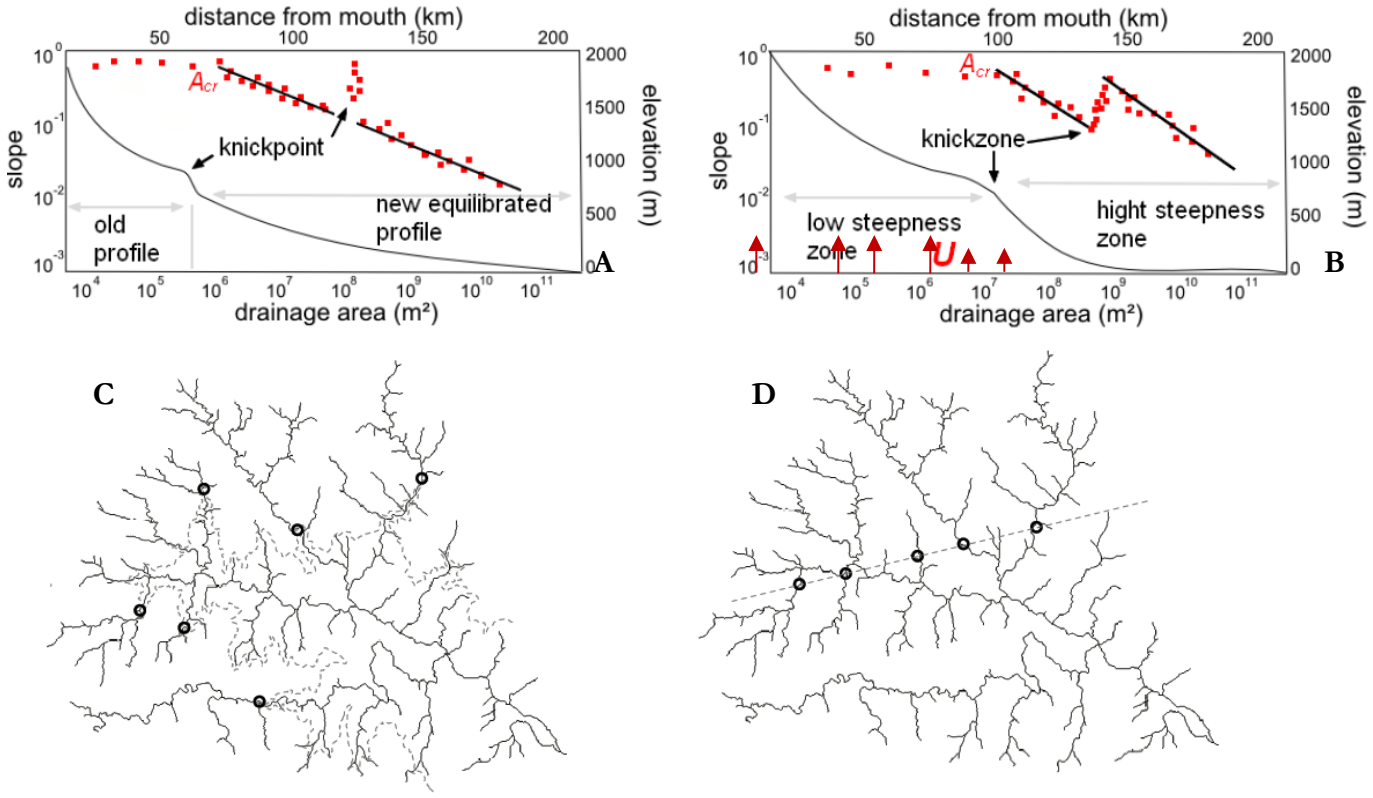


Figure 2-4 : En haut : profils de rivières schématiques (en noir – *elevation vs. distance to mouth*) comparant des états stationnaires et transitoires. En rouge : *slope vs. drainage area*. Modifiés d'après Jeandet (2014). A – Profil transitoire se rééquilibrant après une chute du niveau de base. Les knickpoints se propagent vers l'amont pendant la propagation de la vague d'érosion régressive ; B – Profil de rivière à l'état stationnaire montrant une augmentation de la raideur vers l'aval, potentiellement due à un soulèvement différentiel le long du profil. A_{CR} marque la transition à l'échelle fluviale. En bas (Wobus *et al.*, 2006) : C – Vague d'érosion régressive se propageant dans le système avec une altitude quasi-constante (les pointillés représentent une isoligne) ; D – *Knickpoints* séparant des zones de forts et faibles taux de soulèvement.

L'indice k_{sn} permet d'obtenir des informations sur la vitesse de soulèvement. Plus il est élevé, plus cette vitesse est rapide. La raideur des gradients de rivières sera donc plus marquée. Néanmoins, à cause de paramètres naturels, l'obtention directe des taux de soulèvement à partir de l'indice de raideur n'est pas possible. La forme logarithmique de l'équation est souvent utilisée afin d'obtenir les indices par le biais de régressions. Les modèles simples d'incision fluviale prévoient que, avec une répartition spatiale du soulèvement U uniforme, θ est indépendant de U

(Whipple & Tucker, 1999). En outre, k_{SN} serait contrôlé par U à travers une relation simple en loi de puissance (Howard & Kerby, 1983). Mais ces modèles ne sont adaptés qu'à des cas particuliers et ne prennent pas forcément en compte l'influence de certains paramètres climatiques ou lithologiques (Perron & Royden, 2013). En outre les liens entre certains paramètres, comme U et k_{SN}, ne sont pas très bien. La majorité des études publiées à l'heure actuelle repose donc sur la détermination des paramètres à l'échelle de la région d'étude. C'est notamment le cas pour l'indice de concavité θ_{ref}, basé sur la moyenne régionale de toutes les valeurs de concavité. Dans le cas de régions tectoniquement actives, $\theta_{ref} = 0{,}45$ (Wobus *et al.*, 2006 ; Whipple *et al.*, 2007).

Les profils de rivières ont généralement des paramètres θ et k_{SN} quasi-constants. Néanmoins de brusques variations topographiques peuvent survenir et impacter les profils : ce sont les *knickpoints*, c'est-à-dire des ruptures de pentes abruptes. Ces variations brusques peuvent avoir une origine tectonique, lithologique, voire climatique (glaciations). Pour illustrer ceci (Figure 2-4), considérons deux configurations précédemment décrites par Wobus *et al.* (2006). Le premier cas se base sur une rivière dans un stade transitoire, ré-équilibrée après un soulèvement. Le profil révèle alors un ressaut topographique, séparant l'ancien profil et le profil ré-équilibré. Les *knickpoints* considérés sur diverses rivières de la zone vont suivre cette même ligne d'altitude constante, montrant une vague d'érosion régressive. Dans le deuxième cas, la rivière traverse la limite entre deux zones soumises à des régimes de soulèvements différents. Deux segments de coefficients de raideurs différents sont alors séparés par une *knickzone* avec de fortes valeurs de $|\theta|$. Les *knickpoints* vont ici suivre la tendance de la zone d'accommodation du cisaillement.

Certains auteurs mettent en avant les limites des études basées sur les analyses aire-pente et les utilisations des équations du modèle de *stream power river incision* (Lague, 2014), car la plupart des données topographiques sont bruitées et engendrent un biais important. Actuellement, quelques nouvelles méthodes sont à l'étude comme par exemple l'intégration de la forme stationnaire de l'équation de *stream power* (Perron & Royden, 2013). D'autres travaux se tournent également vers la datation des réponses des paysages en réaction aux perturbations tectoniques (*e.g.*, Demoulin 2011, 2012, Demoulin *et al.*, 2013 ; Beckers *et al.*, 2012).

La géométrie d'un bassin versant est décrite par sa courbe hypsométrique Hb et son intégrale. Cette courbe représente la répartition de la surface du bassin versant en fonction de son altitude. Elle exprime la superficie du bassin ou le pourcentage de superficie au-delà d'une certaine altitude. Récemment, Demoulin (2011) a proposé une analyse morphométrique reposant sur le fait que $\int \mathrm{Hb}$ du cours d'eau principal, des tributaires et du bassin ont des réponses différentes face à un épisode de soulèvement. Il a identifié trois variables morphométriques à

l'échelle du bassin versant, d'où il extrait un paramètre R sensible au temps écoulé depuis le dernier événement de soulèvement :

- l'intégrale hypsométrique $\int Hr$ du drain principal (i.e l'aire sous le profil de rivière du drain principal) ;
- l'intégrale hypsométrique $\int Hn$ des tributaires ;
- l'intégrale hypsométrique $\int Hb$ du bassin.

Ces trois variables indiquent respectivement la réponse court-terme, moyen-terme et long-terme à un évènement de soulèvement caractérisé par une chute du niveau de base. R est défini de la manière suivante :

$$R = f(\ln A) = \frac{Ir}{Ib} = \frac{(\int Hn - \int Hr)dl}{(\int Hb - \int Hn)dl}$$

Avec l l'aire adimensionnelle pour Hb et une longueur adimensionnelle pour Hr et Hn. Demoulin (2011) a alors montré que R variait dans le temps (Figure 2-5), suivant différents degrés d'érosion :

- un signal de soulèvement, caractérisé par une chute du niveau de base, soit une inflation pour toutes les intégrales, ne fera pas varier R ;
- une vague d'érosion se propage principalement le long des cours d'eau, dont le profil se rééquilibre tout d'abord. Hr diminue rapidement, tandis que Hn et Hb restent quasiment constants. Cela induit une augmentation rapide de R ;
- une vague d'érosion se propage le long d'un nombre croissant de tributaires. Hn diminue fortement tandis que la diminution de Hr ralentit et que Hb reste inchangé, ce qui conduit à une lente diminution de R en fonction du temps.

Un facteur de correction doit être appliqué à R selon la forme du bassin, facteur exprimé par $\frac{1}{\sqrt{E}}$ avec $E = \frac{4A}{\pi \times L_b^2}$, A étant l'aire du bassin versant et L_b la longueur maximale de ce bassin depuis son exutoire. Cette correction est applicable pour une répartition uniforme des tributaires autour du drain central.

En outre l'évolution de R ne dépend pas seulement du temps, mais aussi de A pour des bassins avec des aires drainées supérieures à 150 km². Les travaux effectués par la suite sont donc basés sur des surfaces n'excédant pas cette valeur. La pente de $R=f(\ln A)$, S_r, peut permettre d'extraire l'âge du dernier événement de surrection (Demoulin, 2012) via la relation suivante, précise jusqu'à 10^5 ans après l'épisode de soulèvement :

$$t = 0{,}009 \times S_r^{-4}$$

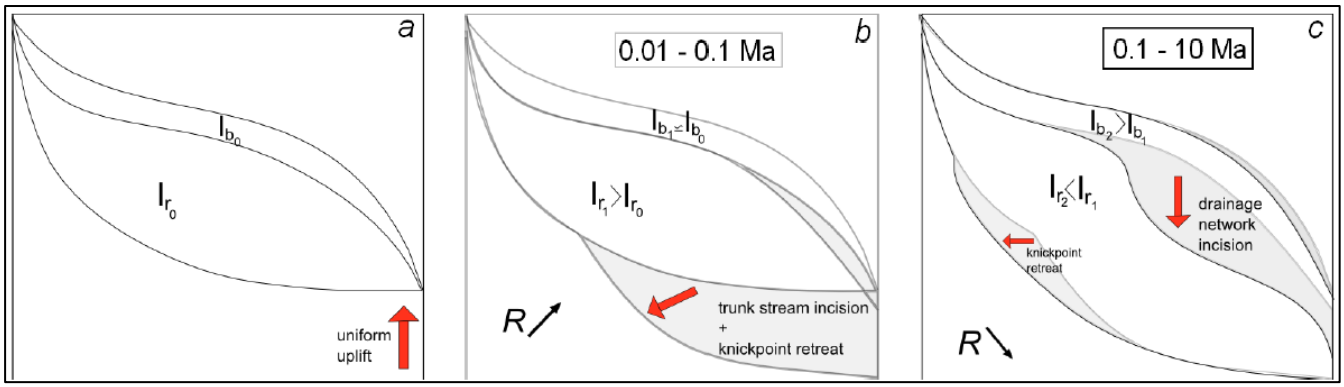


Figure 2-5 : Schéma illustrant la manière dont les différentes composantes d'un bassin versant se rééquilibrent après un soulèvement (ou une baisse du niveau de base), et leur influence sur les variations temporelles de R. Les âges représentent le laps de temps après l'événement de soulèvement (Jeandet, 2014).

2- Le karst, enregistreur de l'évolution des vallées

2.1- Généralités sur les systèmes karstiques et la formation des galeries horizontales

2.1.1- Dissolution des carbonates et fonctionnement hydrologique

Le mot « karst » est le dérivé allemand du nom d'une région slovène, Kras, fortement marquée par ce modelé et très étudiée au cours du XIX^{ème} siècle. Sa consonance a changé lors de l'incorporation de la région à l'Empire Austro-hongrois.

Le karst peut être étudié selon plusieurs visions, qu'il est souvent nécessaire de croiser afin d'en appréhender convenablement le fonctionnement. La vision du géomorphologue est basée sur des paramètres géographiques (emplacement, climat), topographiques et morphologiques, qui permettent de décrire la karstogenèse et son évolution. Cette vision est indissociable du point de vue spéléologique, où les observations diverses de l'endokarst sont effectuées. Et enfin l'approche hydrologique (aussi bien d'un point de vue fonctionnel que structural), où la karstification est étudiée au regard des transferts de flux, afin d'expliquer l'organisation et la hiérarchisation des galeries et des conduites.

Près de 12% de la surface terrestre émergée comporte des reliefs karstiques (Figure 2-14) (Ford et Williams, 2007). Ces reliefs se forment sous l'action d'eaux acides chargées en dioxyde de carbone provenant des couches atmosphériques et surtout des sols traversés (d'origine biogénique) selon la réaction suivante :

$$CO_2 + H_2O = H_2CO_3$$

Puis l'acide carbonique va se dissocier en présence d'eau tel que :

$$H_2CO_3 + H_2O = HCO_3^- + H_3O^+$$

Dans le cas de karsts dans des roches constituées de carbonates de calcium, le substrat sera donc attaqué selon la formule suivante :

$$CaCO_3 + H_3O^+ = Ca^{2+} + HCO_3^- + H_2O$$

Ces carbonates de calcium sont caractérisés par une faible porosité primaire selon la diagenèse (de 1 à 15% selon les faciès ; Burger, 1965), et une perméabilité de l'ordre de 10^{-14} m/s (Kiraly, 1975). En revanche, la porosité secondaire est assez forte (de l'ordre de 15%), donnant une perméabilité totale entre 10^{-8} et 10^{-6} m/s (Mangin, 1998). Il est à noter que la solubilité du carbonate de calcium est de l'ordre de 25 mg/L à 25°C. Les calcaires ne sont donc dissous qu'en milieu acide. Ces réactions successives sont soumises à un certain nombre de facteurs, la sous-saturation en éléments solubles et le chargement en CO_2 étant prépondérants :

- la température de l'eau (pour des arguments cinétiques) ;
- l'abondance de l'eau dans la région ;
- la nature de la roche traversée et notamment sa teneur en carbonates ;
- la concentration de l'eau en dioxyde de carbone (fonction de la pression partielle et des sols sus-jacents) ;
- le degré de fracturation du substrat (les roches carbonatées ont un comportement cassant et non ductile dans des conditions de température et de pression faibles, et présentent donc une tendance à la fracturation plutôt qu'à la déformation plastique) ;
- la durée de contact entre l'eau et la roche (le temps de résidence étant en partie conditionné par la fracturation) ;

La karstification dépend du potentiel de karstification et de la structure interne du massif (lithologie, fracturation, pososité). Bakalowicz (1986), définit le potentiel de karstification comme suit :

$$\text{Potentiel de karstification} = \text{moteur} \times \text{pouvoir de dissolution}$$

Il dépend de la pluviométrie (climat) et du couvert végétal. Le moteur, directement lié au gradient hydraulique, permet la circulation entre la zone de recharge et le niveau de base. Selon Mangin (1975), ce moteur est la gravité. Le pouvoir de dissolution correspondant à l'acidité des eaux d'infiltration. La circulation d'eaux acides est une condition nécessaire en compétition avec la rapidité de dissolution.

Ce type de modelé et la formation de réseaux souterrains sont donc dus aux infiltrations des eaux dans le sous-sols et sont soumis à plusieurs paramètres (Audra & Bigot, 2005). En outre, la circulation d'eaux par les fissures ou du fait de la perméabilité de la roche, engendre des vides qui vont faciliter le drainage. Ce même drainage avec des eaux acides va élargir les vides et les

hiérarchiser (Mangin, 1975 ; Figure 2-6) : c'est le phénomène d'auto-organisation des vides. Ce phénomène est en outre lié à la compétition entre l'acidité de l'eau et la vitesse de dissolution : il existe un besoin de renouveler l'eau, mais après qu'elle ait perdu tout son pouvoir de dissolution.

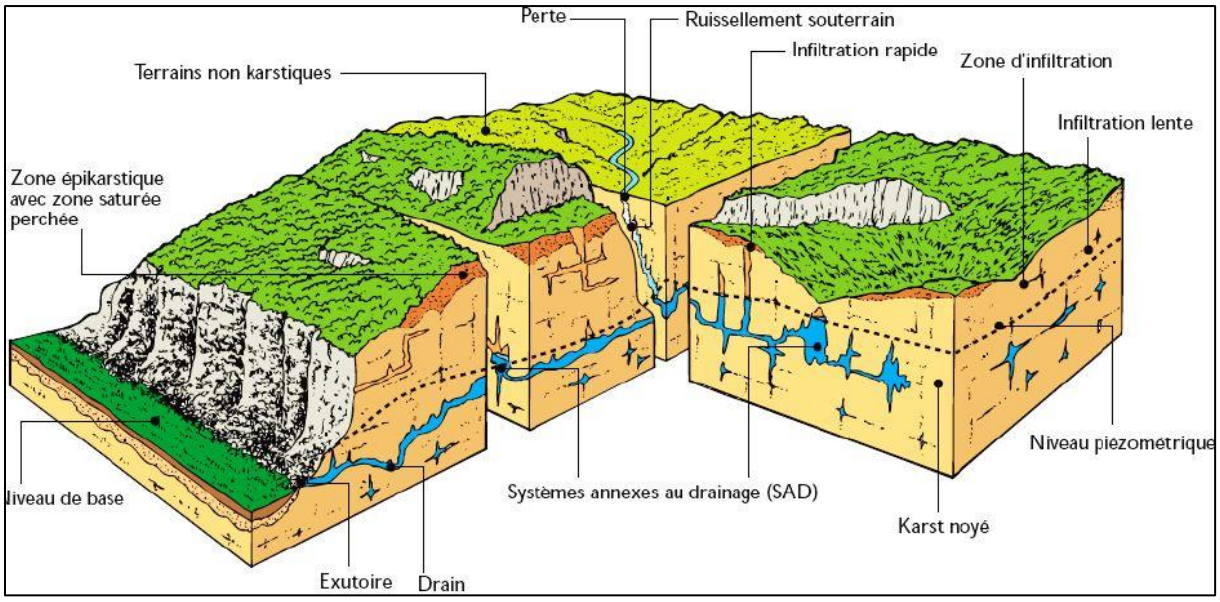


Figure 2-6 : Morphologie typique des systèmes karstiques, présentant les processus et leurs distributions spatiales (source : *A. Mangin*).

Tout d'abord, la formation des karsts est soumise au mode d'écoulement, un flux torrentiel ou noyé n'ayant pas le même impact. Seule la zone vadose, c'est-à-dire la partie supérieure du karst, est concernée par les écoulements torrentiels dans des puits et des galeries inclinées relativement vastes.

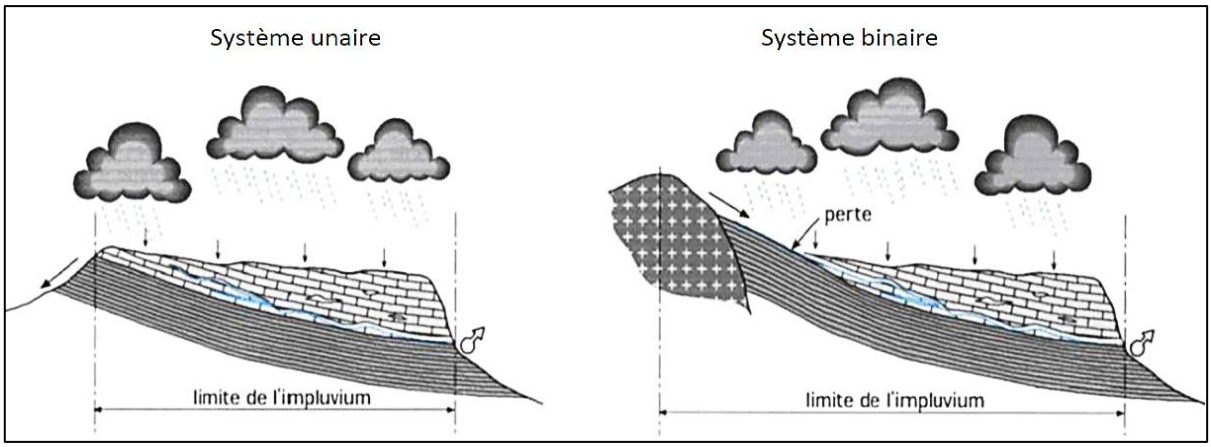


Figure 2-7 : Vision synthétique de la configuration des karsts selon la nature de l'impluvium (Marsaud, 1996).

Elle est également conditionnée par la structure géologique du matériau encaissant qui va guider les circulations selon la nature et la disposition des roches karstiques et imperméables (minéralogie, pureté de la roche, texture, perméabilité, structures plissées, zones fracturées, etc.). Ces reliefs se retrouvent principalement dans des sous-sols calcaires, dolomitiques, crayeux, dans

des marbres ou bien des travertins. Plus rarement, l'action de l'eau peut créer des karsts dans des évaporites (gypse, anhydrite, halite), voire des encaissants basaltiques.

Les aspects topographiques et géomorphologiques revêtent un grand intérêt, la topographie orientant les circulations des points hauts vers le fond des vallées, et l'évolution géomorphologique modifiant l'aspect du relief, notamment par le creusement des vallées (Figure 2-6). Enfin des paramètres tels que le climat, le niveau de base et la végétalisation des versants influencent également le développement des réseaux karstiques.

Des classifications existent concernant les karsts. Un premier type de nomenclature permet de discriminer les systèmes karstiques en deux groupes selon leur zone d'alimentation (*e.g.,* Bakalowicz, 1995 ; Figure 2-7). Si la zone d'alimentation est constituée de terrains karstifiables, l'infiltration concerne l'intégralité du massif. Il s'agit d'un karst unaire. En revanche, si l'impluvium comprend des terrains non karstifiables, le karst est dit binaire : c'est le cas des karsts pyrénéens de notre étude. Les eaux pénètrent alors dans les massifs karstiques par le biais de pertes ou forment des réseaux par auto-captures des cours d'eau.

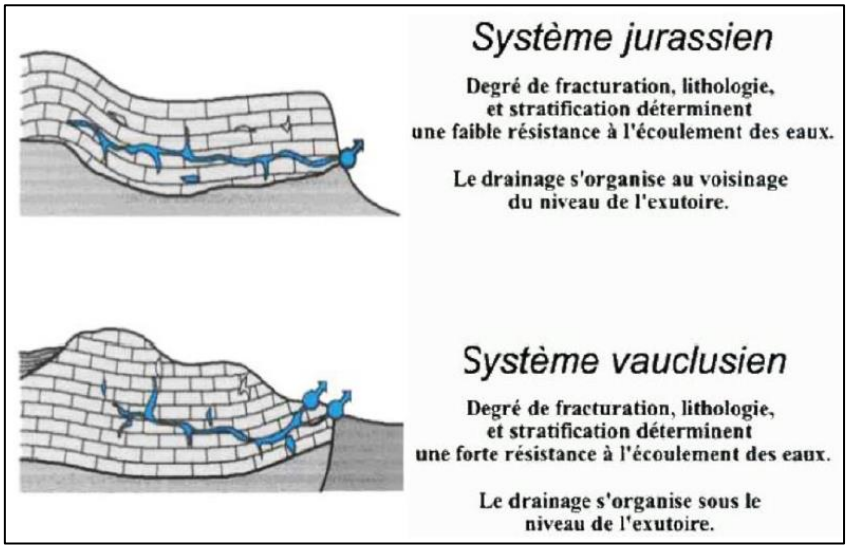


Figure 2-8 : Configuration des karsts selon la position du drain principal vis-à-vis de l'exutoire (Marsaud, 1996).

Selon l'organisation du réseau de drainage et l'aire de développement du karst, il est également possible de discriminer les systèmes karstiques (Figure 2-8). Il est ainsi possible de distinguer deux types de systèmes. Premièrement, les systèmes jurassiens dont le réseau de drainage a une organisation générale proche du niveau définit par l'exutoire. D'autre part, les systèmes pour lesquels la majorité des drains principaux se sont développés en-deçà du niveau de l'exutoire actuel, dits systèmes vauclusiens. Ces karsts sont surtout majoritairement présent sur le pourtour de la Méditerranée, consécutivement à la crise de salinité messinienne et aux importantes variations du niveau de base depuis les six derniers millions d'années (*e.g.,* Mocochain

et al., 2009). Fontaine-de-Vaucluse (Figure 2-9), la source du Lez ou encore celle de Port Miou sont des exemples typiques de ce type de système karstique.



Figure 2-9 : Illustration d'une résurgence de système vauclusien : Fontaine-de-Vaucluse. La photo de gauche été prise le 1er mai 2016 et celle de droite seulement 15 jours plus tard. La différence de niveau est notable entre ces deux dates.

2.1.2- Morphologies exokarstiques

En surface, outre l'occurrence de vallées sèches, le réseau hydrographique est souvent peu développé au contraire du réseau souterrain (Nicod, 1972 ; Figure 2-10). Les cours d'eau peuvent par ailleurs disparaître partiellement ou totalement dans les massifs, formant des pertes. Ce phénomène est favorisé dans le cas des karsts binaires, les eaux ruisselant sur l'impluvium non karstifiables. À l'opposé, des résurgences apparaissent en contrebas dans les massifs, sources peu nombreuses mais puissantes.

Les lapiaz (ou lapiés) sont des figures de dissolution centimétriques à plurimétriques en forme de cannelures, s'observant sur la roche nue. Leur forme et leur taille varient selon la dénivelée, la lithologie du carbonate, la structure, la texture de la roche, l'intensité des précipitations, la couverture végétale et sa nature. Ce type de morphologie exokarstique est assez présent dans les zones montagneuses européennes du fait de la neige et des eaux de fonte qui en résultent, ainsi que des abondantes précipitations sur certaines façades. Ces formes de corrosion se traduisent par des reliefs ruiniformes.

Les morphologies exokarstiques concernent également des dépressions fermées, qui peuvent être de dimensions variées. Elles peuvent concentrer en partie les eaux météoriques, qui se stockent plus ou moins longtemps dans des lacs temporaires puis pénètrent dans l'aquifère via un aven ou une faille.

Les dolines (mot d'origine slave) sont des dépressions fermées plus ou moins circulaires, de taille réduite, ponctuant la surface des reliefs carbonatés. Ces dépressions constituent des

petits bassins formant des entonnoirs naturels qui recueillent et concentrent les précipitations. Ces eaux ruissellent et agrandissent l'édifice naturel par dissolution, allant jusqu'à former des drains verticaux. La coalescence de plusieurs dolines initialement proches (phénomène rare) permet la formation d'ouvalas, dépressions fermées plus vastes, de forme plus elliptique et à fond relativement plat.

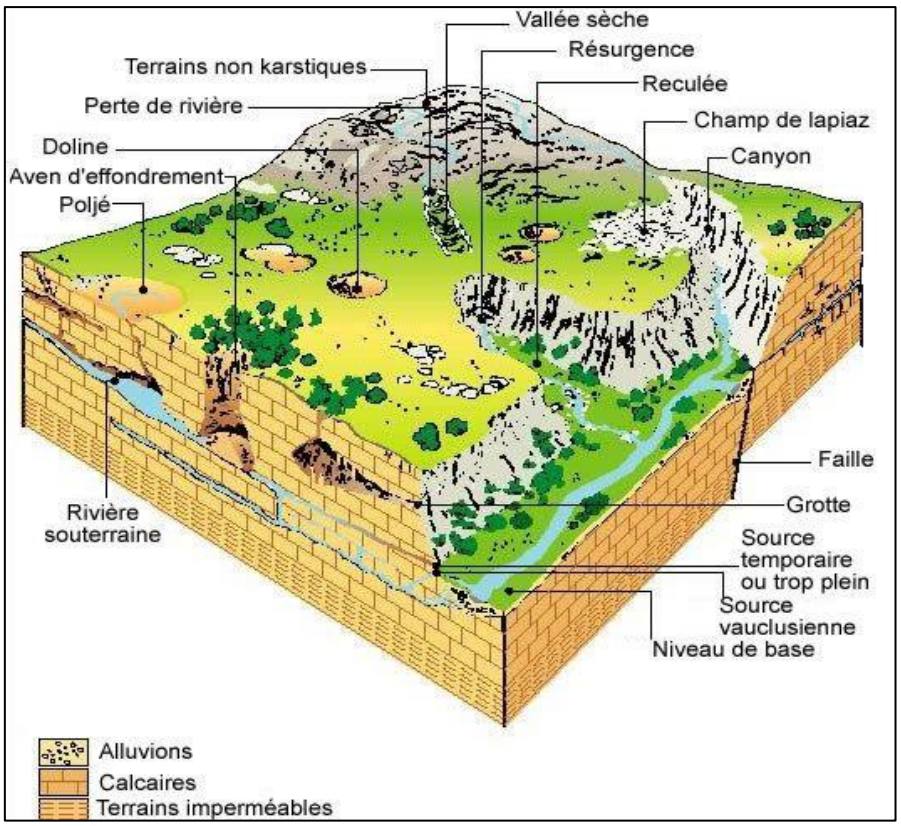


Figure 2-10 : En surface, les paysages sont principalement des dépressions fermées type poljés ou dolines, tandis que l'espace souterrain est parcourus de drains et de cavités (figure Bakalowicz, 1999 – SDAGE Rhône – Méditerranée – Corse).

Les poljés sont des dépressions plus grandes, formant des bassins, où les écoulements de surface disparaissent au sein de la masse calcaire dans des grottes ou des gouffres.

Les avens sont des cavités plus ou moins en forme de puits, formés par des failles, des effondrements, ou la dissolution à la verticale d'une doline ou d'un poljé.

2.1.3- Vallées karstiques

Les fleuves ou torrents circulant dans les massifs calcaires forment des vallées aux morphologies singulières (Palmer, 2007).

Les vallées allogènes ont des morphologies assez classiques et typiques du karst binaire. Le bassin d'alimentation est constitué en amont de roches cristallines, avant que les cours d'eau ne se perdent dans les massifs calcaires et/ou ne les creusent. Un canyon est une vallée en forme

de gorge profonde dont la morphologie est due à la vitesse du courant (régime torrentiel). Dans ce cas de figure, le phénomène de dénudation des versants n'a pas été capable de suivre le processus d'incision (Godard *et al.*, 2016). Les gorges de la Carança ou de la Pierre-Lys dans notre étude en sont un très bon exemple. Les gorges du Verdon (Provence), de la Jonte ou du Tarn (Causses), sont également représentatives de ces morphologies. Comme cela sera explicité dans le paragraphe 2.2.3, des encoches de corrosion et des baumes de méandres se forment en paroi, voire quelques porches, l'érosion mécanique et la dissolution étant des processus aussi importants l'un que l'autre. Le développement de méandres lors du creusement de la vallée et des divagations du drain engendrent parfois des morphologies singulières, les recoupements de méandres. Un exemple particulièrement connu est celui du Vallon – Pont de l'Arc en Ardèche (Bigot, 2010a). Certaines cavités étudiées au cours de ma thèse présentent aussi ces caractéristiques, telles la grotte du TM 71, ou encore celle de l'Aguzou dans l'Aude (Bigot, 2010b). Il est également possible de voir dans le système de Niaux-Lombrives-Sabart des caractéristiques de mise en place similaires (Bigot, 2010b ; Sorriaux, 1982).

Au contraire, une vallée est en « V » lorsque la dénudation des versants est suffisamment efficace pour suivre un processus d'incision relativement lent. Les eaux au pouvoir érosif moindre creusent davantage la vallée en largeur, voire peuvent divaguer dans une plaine d'inondation.

Une vallée est dite sèche ou morte si elle a perdu ses eaux au profit d'une vallée voisine dont les rives sont plus basses, soit par capture tectonique, soit par piratage. L'écoulement peut cependant être intermittent. Ces morphologies sont très répandues quel que soit le type de karst étudié. Elles sont accentuées dans les zones en altitude ou anciennement glacées (dépôts de neige, glaciations, etc.) et peuvent constituer les prémisses d'une doline.

Dans certaines zones à faible relief, les eaux sont aisément absorbées par les défauts litho-structuraux du massif. Dans le cas où l'alimentation s'affaiblit, les cours d'eau traversent quelque peu le massif calcaire avant de se tarir en surface. Les petites vallées, faiblement profondes, s'assèchent alors progressivement et deviennent des vallées dites aveugles. Une vallée est qualifiée d'aveugle s'il s'agit d'une vallée sèche fermée dans la partie inférieure par un verrou calcaire que l'eau traverse par une perte (disparition totale des eaux du drain de surface). En surface, les phénomènes de dissolution et d'érosion agissent conjointement. Dès lors que la rivière se perd, la dissolution devient prépondérante. Si l'absorption de l'eau n'est pas totale en un point, la vallée est qualifiée de vallée demi-fermée.

Enfin, dans les Causses et le Jura, des petits cirques d'origine karstique sont décelables dans le paysage. Ces reculées constituent la terminaison de vallées très encaissées suivant des discontinuités structurales.

2.1.4- Niveaux piézométrique, potentiométrique et partitionnement du karst

La limite entre zones noyée et vadose est une surface horizontale légèrement inclinée vers l'exutoire, la surface piézométrique (Figure 2-11).

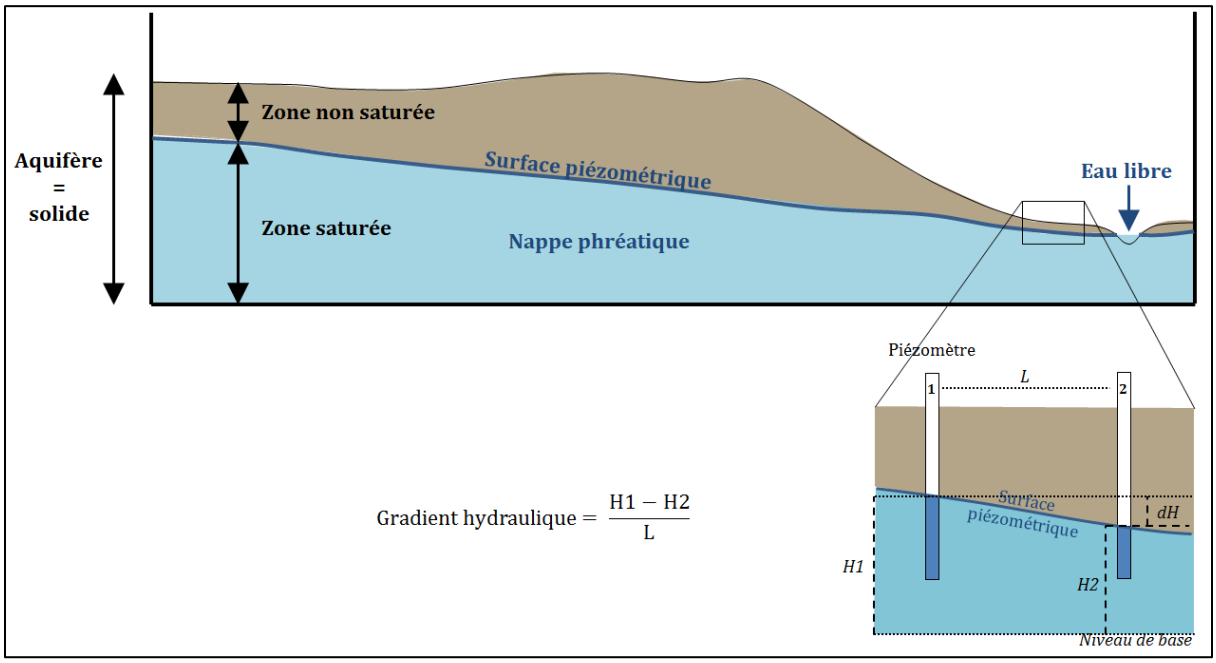


Figure 2-11 : Illustration des concepts de surface piézométrique et de gradient hydraulique. Ce gradient est obtenu en plaçant deux piézomètres distants de *L* mètres. Il correspond au rapport entre la différence de niveau d'eau *dH* dans les piézomètres et la distance *L*. L'interface entre les deux ensembles est une surface phréatique libre, c'est-à-dire mobile. C'est entre ces deux zones que les processus de karstification sont les plus importants.

Dans les zones noyées, les conduits vont se développer et s'organiser indifféremment dans l'espace selon des lignes de flux potentielles et remonter pour se raccorder à l'émergence. Ces zones vont ainsi comporter des siphons et des conduits ascendants. L'eau se concentre à la base du karst dans un drain principal circulant vers l'émergence. Ce drain peut s'établir dans la zone noyée et se trouver sous la surface piézométrique. Dans ce cas, la galerie principale sera partiellement inondée et une rivière y circulera. La zone inondable du karst constitue la zone épinoyée et est une zone des plus actives en termes de spéléogenèse du fait des phénomènes de battement de nappes, de crues, de décantation du CO_2 lors du dénoyage, ou d'érosion par le flux d'eau (formation de *scallops* ou cannelures verticales sur les parois des tubes). En effet, les phases de crues engendrent une montée de la zone noyée et les périodes de décrues provoquent une

descente de cette zone. L'aire épinoyée est donc caractérisée par des écoulements noyés ou torrentiels, à l'image tantôt de la zone noyée et tantôt de la zone torrentielle.

La zone non saturée, ou vadose, est caractérisée par des flux biphasiques (liquide et/ou gazeux), et par la présence de cavités aériennes. Elle comprend l'épikarst et la zone de transmission. L'épikarst correspond à la partie supérieure de l'aquifère karstique. Il se forme par décompression lithostatique, ainsi que par dénudation (érosions physique et chimique), processus qui augmentent la fracturation et la porosité de la roche. Ces contrastes dans les caractéristiques physiques de la roche engendrent d'ailleurs de potentiels aquifères épikarstiques. La limite entre l'épikarst et la zone de transmission est plutôt discontinue. Les eaux sont conduites jusqu'à la zone saturée dans cette zone de transmission, majoritairement selon des flux verticaux.

Les zones vadoses des cavités ont un fonctionnement équivalent aux fleuves (*e.g.*, White & White, 1969), à ceci près que la largeur du chenal peut être considérée comme fixe et qu'elles ne drainent pas vers des plaines d'inondation.

2.1.5- Rôle de la structure et de la tectonique dans la formation du karst

Plusieurs types de karsts sont à distinguer selon le contexte structural :

- le karst perché (Figure 2-12) où le réseau (toit du soubassement) est à une altitude supérieure ou égale à celle du niveau de base (fond de vallée). Dans ce cas la galerie vadose ouvre sur le versant d'une vallée et la rivière va atteindre la surface via une émergence (Figure 2-13) et rejoindre le drain principal en fond de vallée. L'eau est drainée verticalement dans le massif, cheminant par des puits et des méandres, puis rejoins un collecteur subhorizontal au niveau de l'aquiclude ;
- le karst barré (Figure 2-12), pour lequel l'écoulement est bloqué par un obstacle. Le réseau descend en-dessous du niveau de base (cours d'eau ou mer), ou fluctue dans la zone épinoyée selon les discontinuités structurales du massif, dans le cas d'une recharge concentrée et irrégulière. Tous les vides sont saturés d'eau, constituant la zone noyée. Dans ce cas de figure, les sources sont des sources de débordement et les mises en charge sont fréquentes (Figure 2-13). Cependant, la recharge peut être diffuse et régulée si la couverture est semi-perméable. Le drain collecteur s'établira au contact de la surface piézométrique.

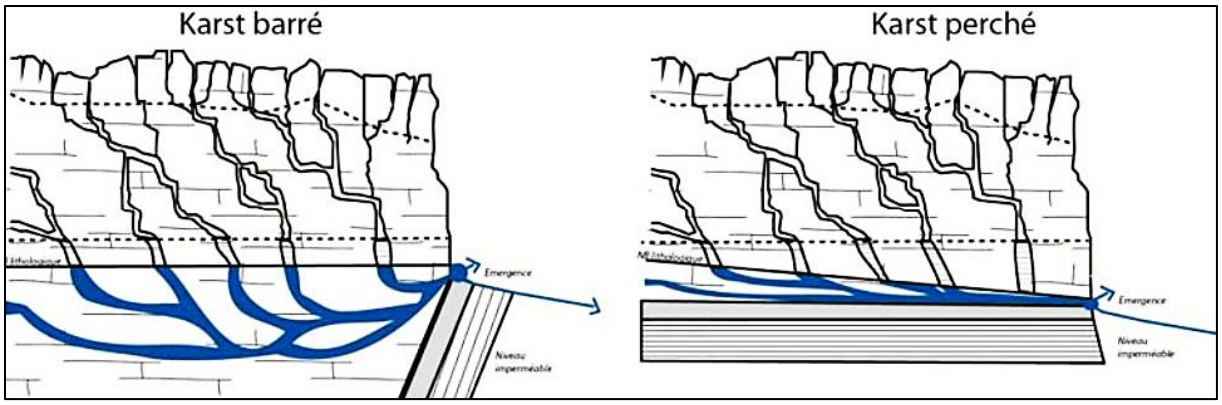


Figure 2-12 : Les types de karsts et leurs niveaux de base respectifs, selon la position de l'écran imperméable vis-à-vis du massif carbonaté (Nehme, 2013).

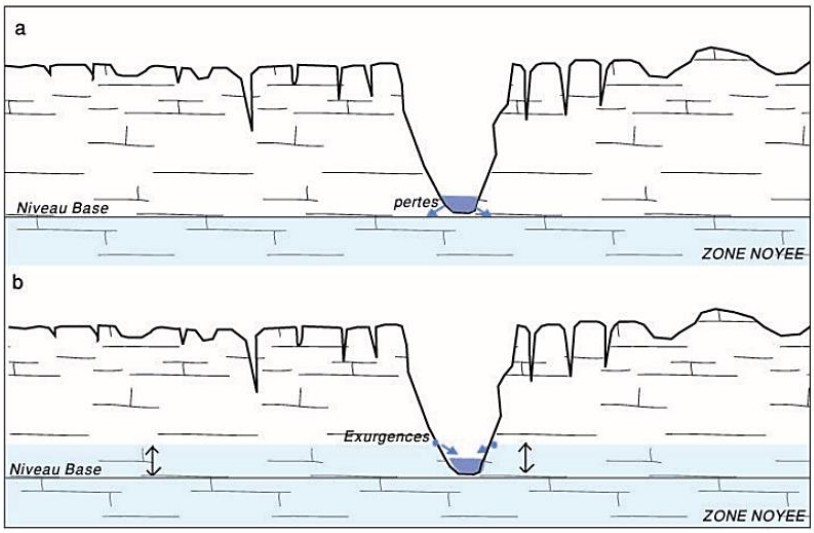


Figure 2-13 : Deux types de relations entre écoulements subaérien et souterrain dans un canyon karstique (Nicod, 1997).

2.1.6- Le karst en France et dans les Pyrénées

En France, l'étendue des surfaces carbonatées est estimée à près de 35% de la superficie du territoire (Figure 2-14). Ces paysages sont très divers en raison de la géologie locale, de l'histoire géodynamique de chaque région (forçages internes) et des influences climatiques diverses selon les altitudes, la proximité des façades maritimes, etc.

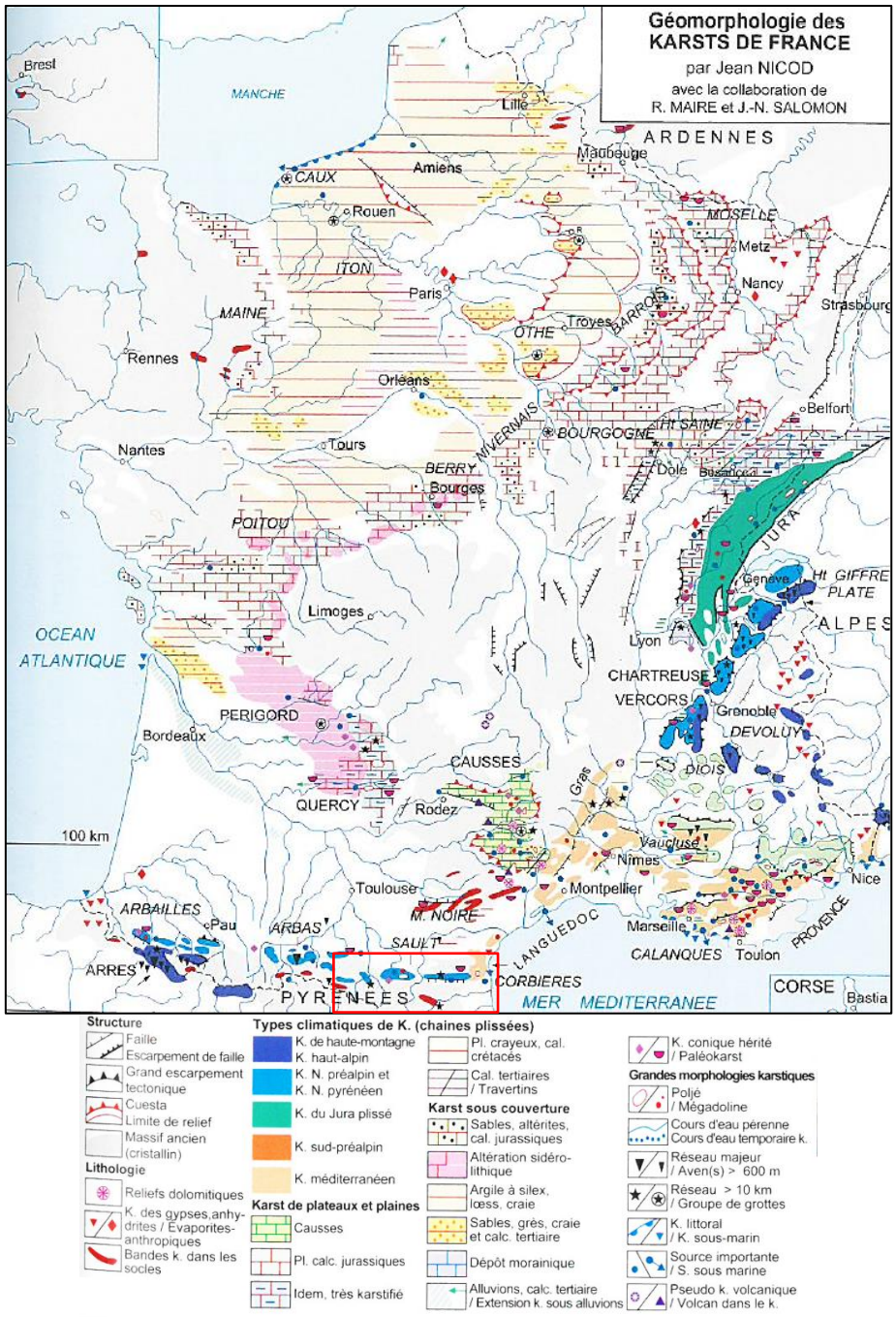


Figure 2-14 : Carte géomorphologique des karsts de France (Nicod, 1995). Nous étudions les karsts de montagnes figurés en bleu clair sur la carte, ainsi que certains karsts figurés en rouge et correspondant aux bandes karstiques dans les socles (karst de Villefranche dans le Dévonien par exemple).

Il est ainsi possible de distinguer les karsts établis (Mercier, 2013 ; Nicod, 1995) :

- dans des bassins sédimentaires, comme c'est le cas pour la bordure orientale du Bassin Parisien (Meuse, Moselle), ou pour les Charentes. Ces reliefs sont souvent marqués par des cuestas et de petites vallées ;

- dans les grands plateaux calcaires (Grands Causses, Jura, Périgord, Quercy), qui sont de parfaits laboratoires d'observation des morphologies exokarstiques, composées de vallées encaissées, de dolines, de poljés, de reliefs ruiniformes, etc. ;
- sur le pourtour méditerranéen. Ils sont marqués par des phases d'altération prononcée. Ces karsts ont été fortement impactés par la crise de salinité messinienne (voir chapitre 1), donnant lieu à des karsts typiques, de type vauclusien, comme Fontaine-de-Vaucluse (Figure 2-8 et Figure 2-9). Cette question est traitée par la suite (§2.2.5) ;
- dans les massifs montagneux. Ils sont souvent établis dans les contreforts plissés des orogènes, en bordure de piedmont. Il est possible d'y distinguer trois types de karts (Mercier, 2013). Tout d'abord, les karsts haut-alpins marqués par de vastes superficies dénudées et caractéristiques d'impacts glaciaires (désert de Platé, Dévoluy, arres d'Anie, Chambeyron, Vanoise, etc.). Les karsts du Vercors, des Bauges ou encore des Arbailles sont des karsts caractéristiques de climats nivaux et de couverts forestiers importants, avec une prépondérance du phénomène de dissolution. Enfin, les karsts jurassiens constituent un cas à part du fait de la structure particulière des massifs et de l'impact morpho-climatique des glaciers quaternaires.

2.2- Les systèmes horizontaux : pièges efficaces et témoins de l'évolution au cours du temps

À mesure que le système karstique évolue, un réseau de conduits et de fissures hiérarchisés déterminés par les différents facteurs et procédés présentés auparavant se met en place. Du fait de processus climatiques et/ou tectoniques, des variations eustatiques et/ou de la tectogenèse modifiant l'altitude du niveau de base peuvent se produire. Ainsi, les anciens drains ou conduits perdent leur fonction et intègrent la zone non saturée de l'aquifère, formant des grottes.

Pour Camus (2003), la notion de paléokarst fait référence aux formes ou à tous types de sédiments scellés au sein des couches géologiques. Un paléokarst se forme donc lors du comblement et de l'abandon d'un système karstique, qui dès lors n'abritera plus de circulations d'eaux.

2.2.1- Controverse autour du niveau piézométrique

En milieu karstique, le niveau de base peut être défini de plusieurs manières, comme très bien résumé par Husson (2013). En effet, les hydrogéologues définissent le niveau de base karstique comme le lieu d'émergence du système de plus basse altitude (*e.g.,* Bakalowicz, 1996). Les géographes physiques, quant à eux, considèrent le niveau de base hydrodynamique du

système karstique (Fabre et Nicod, 1978). D'autres géographes physiques ou géomorphologues comme Choppy (2008) désignent le niveau de base fluviatile, référence pour le chevelu de drains du bassin versant étudié. Cette complexité est inhérente aux avancées, aussi bien du point de vue des observations, des modélisations et des concepts, de la large discipline qu'est la karstologie.

Il convient de préciser que cette notion même de niveau piézométrique a été et est toujours débattue au sein même de la communauté des karstologues, comme le montreront les deux sous-parties suivantes. En effet, les premières propositions avancées par Martel (1921) prévoyaient un développement maximal des réseaux dans une tranche altimétrique sensiblement identique à celle du niveau piézométrique. Pour Davis (1930 ; Figure 2-15A), le rôle des flux ascendants est prépondérant, et les réseaux se développent majoritairement selon les lignes de flux définies par la loi de Darcy. Ainsi, le développement de sections en-deçà du niveau piézométrique karstique stable pouvait être expliqué. Swinnerton (1932 ; Figure 2-15B) considère ce même niveau de base stable, mais y adjoint le rôle majeur du CO_2 apporté par les sols. Son modèle propose que le développement préférentiel du réseau s'effectue dans la zone piézométrique, ouvrant la porte à la mise en place de réseaux secondaires suivant d'autres lignes de flux. Par la suite, Rhoades et Sinacori (1941 ; Figure 2-15C) prennent pleinement conscience du rôle du CO_2 des sols et du rôle parfois prépondérant du phénomène de dissolution pouvant notamment affecter la position du niveau piézométrique. Ils proposent alors une accommodation du réseau se propageant telle une vague jusqu'à l'émergence, permettant l'abaissement progressif du niveau de base. Ces différentes visions ont été synthétisées et critiquées pour donner naissance au modèle de Ford (1971) et Ford et Ewers (1978) : le *Four State Model.*

Il convient également de préciser que mes travaux de thèse se basent sur une surface piézométrique théorique correspondant au niveau de base local des vallées étudiées, tel que décrit dans la première partie de ce chapitre. Par ailleurs, mes travaux de thèse ne proposent aucun jugement de valeur sur les modèles qui y sont présentés.

2.2.2- Le Four State Model

Il apparaît important de signaler que l'altitude actuelle de la galerie donne avec plus ou moins de précision la position réelle du paléo-niveau de base. En effet, la question de la mise en place des réseaux horizontaux au niveau ou bien en-dessous du niveau piézométrique a longtemps prêté à débat avant que Ford (1971) ne propose le *four state model* (Figure 2-15) qui lie la fréquence de fissuration à la forme de la cavité (longueur, profondeur). Ce modèle de spéléogenèse initial va évoluer (Ford & Ewers, 1978 ; Ford & Williams, 1989) jusqu'à faire

consensus. Il prévoit notamment que l'augmentation de la fréquence de fissuration au cours du temps va engendrer une évolution du stade 1 vers le stade 4 (Figure 2-15, encadré de droite). Par ailleurs, ces réseaux se mettant en place au niveau piézométrique seraient « communs » dans les zones avec un fort potentiel de fracturation.

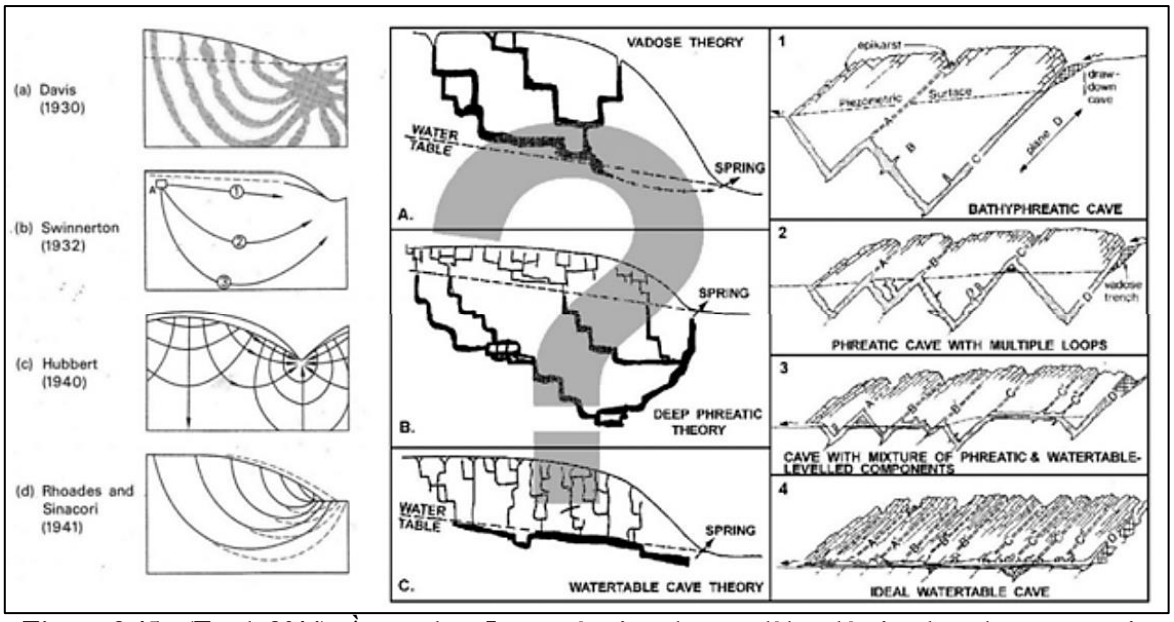


Figure 2-15 : (Ford, 2014). À gauche : Interprétation des modèles décrits dans la sous-partie précédente concernant les flux souterrains réalisée par John Thraikill (1968). À droite : Modèles de spéléogenèse dits *vadose*, *deep phreatic* et *water table* comparé au *Four State model* (Ford & Williams, 2007). Ce modèle propose, selon la fréquence et la distribution initiale des fissures pénétrables par les eaux de ruissellement, quatre configurations possibles de spéléogenèse verticale autour d'une surface piézométrique stable.

Le modèle se base sur le postulat selon lequel la fréquence de connexion des fissures initiales qui sont pénétrables par l'eau est fortement variable selon les couches géologiques du karst. La variation réelle serait continue, mais a pour effet de permettre le développement des réseaux selon quatre stades distincts.

Avant ces quatre stades, il est nécessaire de considérer comme base du modèle une proto-cavité et de supposer que la nappe phréatique est proche de la surface. En effet, la porosité efficace serait trop faible pour trouver cette nappe plus basse.

Le premier stade, ou « grotte bathyphréatique » ne fait qu'un seul passage sous le niveau piézométrique car la fréquence des fissures disponibles est trop faible pour toute autre alternative. Ce drain a la résistance hydraulique la plus élevée. Dans la figure, le drain est complexe et les conduits successifs se sont propagés dans les plans (A à D) et ensuite connectés entre eux. Avant que l'un d'entre eux n'ait développé plus de quelques centimètres, le tube dans le plan C a capturé les infiltrations (perte), ce qui a entraîné une augmentation de sa taille intrinsèque.

Le deuxième stade prévoit la formation des drains phréatiques à multiples *loopings*. Ces réseaux sont créés là où la fréquence de fissures est importante. L'altitude maximale de ces *loopings* définit la position stable du niveau piézométrique. Ce niveau demeure entre la surface et le réseau jusqu'à ce que le système soit assez développé. Son altitude se stabilise au sommet des *loopings* au fur et à mesure du développement et de l'élargissement des conduits.

Un troisième stade, pour lequel la fréquence de fissures est supérieure et la résistance plus faible, peut être modélisé par des réseaux présentant à la fois des *loopings* moins développées (plus courtes et peu profondes) et des drains subhorizontaux proches du niveau piézométrique. Les segments horizontaux exploitent les faiblesses géologiques et structurales du massif.

Dans un quatrième stade, la fréquence de fissuration est si élevée ou la résistance si faible que des drains suivant les lignes à faible gradient et les plus directes se mettent en place pour permettre l'écoulement des flux jusqu'aux émergences. Une galerie drainant tout le réseau se met en place progressivement. Le niveau piézométrique tend alors vers l'altitude de ce drain principal. Ce stade atteint, le réseau devient alors un parfait exemple de *watertable cave* selon la définition de Ford & Williams (2007).

Les auteurs du modèle précise bien que cet outil proposé pour différencier les cavités « phréatiques » des *watertable caves* est simplifié et idéalisé. Pour eux des types intermédiaires sont tout à fait identifiables. Les passages vraiment subhorizontaux dans la zone piézométrique s'étendent rarement pendant plus de 1 à 2 km et sont interrompus par des *loopings* peu profonds lors de transitions lithologiques et/ou structurales. Une cavité peut être attribuée à une catégorie ou à l'autre selon ses caractéristiques prédominantes.

2.2.3- La remise en cause du Four State Model et le modèle épiphréatique

Toutefois, des travaux menés par Audra (1994) ou encore Worthington (2004, 2005), vont permettre de le nuancer. Ce dernier a notamment mis en évidence la présence de réseaux horizontaux à près de 100 m en deçà du niveau piézométrique, ainsi que la formation de boucles (*loopings*) en-deçà de cette limite pour des raisons de cinétique de dissolution. Par ailleurs, Worthington (2004) a noté que les eaux circulant en profondeur peuvent être réchauffées, probablement par géothermie. Leur viscosité est plus faible ce qui assure une diffusion des fluides plus lente avant qu'une cinétique de dissolution plus rapide ne commence à inhiber le développement de la proto-cavité. Pour cet auteur, les réseaux profonds sont favorisés dans des zones où les lignes de flux sont plus longues que 3 km.

Cette vision est remise en question par certains auteurs (*e.g.*, Audra & Palmer, 2013). Ces auteurs considèrent que le profil des réseaux reflète le niveau de base et ses variations, et qu'il est

contrôlé par trois facteurs prépondérants : la durée, la structure litho-structurale du massif, et le mode de recharge de l'aquifère. Pour Audra (1994) ou encore Audra et Palmer (2011), le développement se produit initialement dans la zone piézométrique, les boucles se mettant en place le long d'accidents locaux (fractures, failles) permettant au drain de descendre dans la zone noyée. Par la suite, un réseau dit « juvénile » se développe, majoritairement constitué de drains vadoses inclinés. Pour comprendre ce modèle, il convient de définir une zone entre la zone noyée et la zone vadose, la zone épinoyée (Figure 2-16). Cette aire est définie comme la zone de battement de cette surface piézométrique, où les drains sont façonnés par des crues. Cette transition entre zones est caractérisée par des changements de morphologies marqués. Contrairement au *Four State Model*, il semblerait selon ces auteurs que l'élargissement se produirait au niveau des fissures les plus développées et les plus larges, propices à un écoulement turbulent. Dreybodt *et al.* (2005) ont pour leur part défini numériquement la durée nécessaire à l'apparition d'un écoulement turbulent au sein d'une fissure, et corroboré le fait que les cheminements prépondérants se faisaient selon le plus fort gradient hydraulique et les distances les plus restreintes. L'ensemble de ces observations induit donc une mise en place des drains essentiellement au niveau de la surface piézométrique, avec de potentielles larges fractures induisant la formation de boucles noyées en profondeur (Figure 2-16).

Suivant ce modèle, la mise en place de niveaux de cavité requiert une stabilité du niveau de base suffisamment conséquente pour permettre le développement de conduites de larges dimensions. La migration des conduits à des niveaux plus bas en termes d'altitude suit l'enfoncement de la surface piézométrique, comme prôné par le *Four State Model*. Cette approche est particulièrement originale pour la prépondérance donnée aux phénomènes tectoniques (subsidence ou surrection), climatiques et eustatiques. Ainsi, ces auteurs mettent en avant l'importance des phénomènes de mise en charge durant les crues. Dans ce modèle, la formation de boucles profondes n'est possible que dans le cas d'ennoiements eustatiques exceptionnels (*i.e.* Messinien), accidentels (vallée glaciaire barrant le karst par exemple), voire en contextes hydrothermaux. Par ailleurs, les karsts alpins sont fortement influencés par l'incision fluviatile, la surrection des massifs et des recharges irrégulières (Gabrovsek *et al.*, 2014).

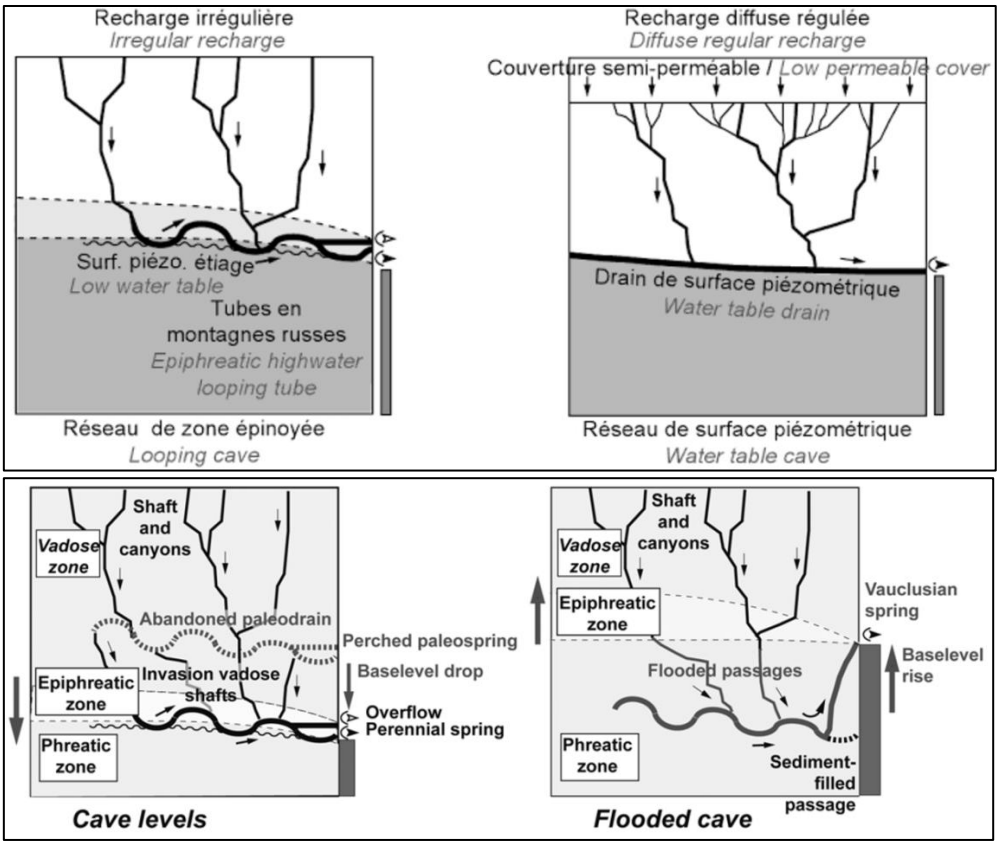


Figure 2-16 : Structure et mise en place des réseaux karstiques selon Audra et Palmer (2011). En haut : contrôle de la spéléogenèse par la recharge. Une alimentation irrégulière (à gauche) du système induit des mises en charge fréquentes et le développement de collecteurs en montagnes russes dans la zone épinoyée, en fonction des discontinuités structurales. Si l'écoulement est diffus et régulier (à droite), la surface piézométrique varie peu en termes d'altitude. Le drain se développe donc le long de cette surface piézométrique.
En bas : influence des variations du niveau de base. À mesure que le niveau de base s'abaisse, les conduits migrent à des niveaux plus bas (à gauche). Les drains supérieurs sont abandonnés et perchés. En revanche, le niveau de base peut également remonter du fait de divers phénomènes (à droite). Les réseaux les plus bas sont ennoyés et les écoulements remontent par des puits-cheminées pour parvenir en surface *via* une exsurgence vauclusienne.

Dans les Pyrénées, il apparaît que le modèle épiphréatique proposé par Audra & Palmer (2013) serait le plus adapté du fait des morphologies subhorizontales des systèmes. Ce modèle prévoit donc la superposition de galeries au fonctionnement synchrone, l'une d'elle fonctionnant en régime phréatique tandis que l'autre fonctionnerait en régime épiphréatique. Dans ce cas, les prélèvements doivent s'effectuer dans le niveau épiphréatique, qu'il convient d'identifier *via* des marqueurs morphologiques caractéristiques assignés pour certains auteurs au régime d'écoulement noyé (chenal de voûte, coups de gouges, lapiaz de voûte, etc.). Les deux sous-parties suivantes développeront donc les cas de figures selon le modèle épiphréatique.

Cependant, il convient de préciser que ce modèle ne fait pas l'unanimité et que le débat entourant la spéléogenèse est toujours d'actualité (Ford, 2014 ; Gabrovsek et al., 2014). Les discussions permettent de nuancer aussi bien le modèle épiphréatique que le *Four State Model*.

Ainsi, Ford (2014) propose quelques modifications du *Four State Model* : en termes de spéléogenèse, six états pourraient être distingués dans les roches karstiques. L'état 0 est celui où la fréquence de fissure et/ou la porosité efficace sont trop faibles pour que les systèmes de grotte non confinés se propagent dans le temps géologique imparti. L'état 5 se produit lorsque la fréquence des fissures est trop élevée. Ainsi, la dissolution se produit dans d'innombrables proto-cavités. L'amalgame pour créer des systèmes de grottes ne se produit pas.

2.2.4- Fluctuations du niveau de base et étagement des galeries

Comme énoncé précédemment, la karstification nécessite un gradient d'énergie potentielle, une certaine dénivelée, et un volume d'eau acide transitant au travers du massif calcaire, dans la zone non saturée (Palmer, 2007).

Le karst est un enregistreur géodynamique exceptionnel car le développement des réseaux est supposée très rapide (10 – 40 ka ; Audra, 1994) et les dépôts et les formes y sont conservés sur plusieurs millions d'années. Par ailleurs, les grandes galeries épiphréatiques, façonnées en régime noyé indiquent la proximité du toit de la nappe, et donc la position contemporaine du niveau de base local dans les vallées. Des réseaux sub-verticaux à creusement vadose s'établissent, tout comme des réseaux sub-horizontaux phréatiques établis en fonction du niveau de base local.

Suivant l'influence de facteurs climatiques, eustatiques ou bien tectoniques, la position et les variations du niveau de base sont variables. Leurs fluctuations spatio-temporelles vont jouer un rôle majeur dans la mise en place de nouveaux drains, ou dans les changements d'organisation des drains préexistants (connexions, colmatages, etc.). Une vallée s'encaissant va engendrer l'assèchement des niveaux les plus élevés, accompagnée d'une migration des drains à un niveau inférieur dépendant du nouveau niveau de base. En fait, les variations du niveau de base (=plancher de la vallée) vont occasionner la formation des paléokarsts (notion relative au comblement et à l'abandon d'un système karstique, qui dès lors n'abritera plus de circulations d'eaux). Dans le cas des systèmes karstiques, ce niveau de base est corrélé avec le point topographique le plus bas sur lequel se cale l'exutoire du massif et va conditionner le fonctionnement, l'état énergétique et la structure du système karstique (Camus, 2003). Lorsque ce niveau va chuter, le phénomène de karstification va s'encaisser plus profondément dans le massif. Un massif comptera ainsi autant de paléo-niveaux abandonnés que de stades d'encaissement (Figure 2-17). Dans le cas d'un modèle *per descensum*, comme décrit dans ce paragraphe, les niveaux les plus élevés sont donc les plus anciens.

Les cavités néoformées peuvent être ré-ennoyées lors des épisodes de remontées du niveau de base. Dans le cas de variations eustatiques, le niveau de base accommodant les mouvements verticaux, il va chuter et s'encaisser dans le massif vers un nouvel équilibre lors d'une régression marine, et remonter vers un nouvel équilibre lors d'une transgression marine.

Il convient de préciser qu'un creusement rapide de la vallée ne laisse pas le temps au karst de développer les niveaux de cavités, de nombreuses reliques de brefs transits de flux restant alors perchés au-dessus du niveau de base. Afin qu'une conduite soit un véritable niveau ajusté selon le niveau de base fluvial, il est nécessaire que les drains aient le temps d'acquérir une section transversale relativement large. Il est dès lors nécessaire que l'encaissement de la vallée soit lent, voire en pause. L'identification *via* des marqueurs morphologiques de la transition vadose-phréatique est primordiale (Audra et Palmer, 2011). Son altitude à laquelle sont présents aussi bien un collecteur que des conduites adjacentes est alors caractéristique du niveau de base fluvial.

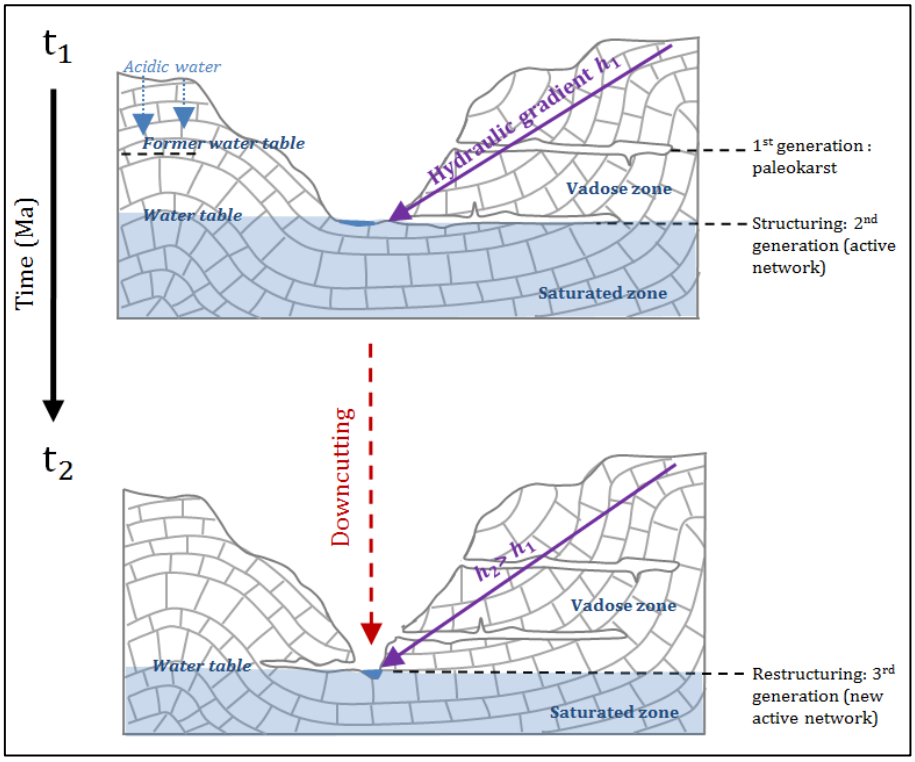


Figure 2-17 : Lecture du vecteur temps dans le système karstique. L'évolution du système s'effectue généralement en plusieurs phases successives. Les parties non-fonctionnelles déconnectées du drainage actif deviennent alors un paléokarst, et les remplissages qui s'y trouvent constituent des dépôts hérités d'anciennes phases de fonctionnement du système. Taux d'incision = (altitude paléoniveau de base – altitude niveau de base actuel)/durée d'enfouissement déterminée dans le paléo-niveau.

Le remplissage sédimentaire des boyaux va dépendre de la position du massif par rapport au niveau de base local. Il convient de rappeler que le niveau de base est une notion relative à une surface dynamique contrôlée par l'interaction de l'eustatisme et de la tectonique locale (mouvements verticaux du massif, surrection ou subsidence). Ce niveau contrôle notamment les profils d'équilibre des cours d'eau et a donc une influence non négligeable sur la boucle de rétroaction entre dénudation, transport et dépôt. Dans le karst, l'altitude du niveau de base va conditionner la répartition des faciès de remplissages : au-dessus de ce niveau, les réseaux sont colmatés par des écoulements torrentiels tandis qu'en-dessous ils sont ennoyés par inondation. Des faciès grossiers typiques des écoulements de haute énergie seront alors décelés au-delà du niveau de base, au contraire de sédiments fins laminés en-deçà de cette limite.

Les systèmes karstiques étagés, de par le caractère conservateur du karst, peuvent dès lors être des marqueurs pertinents pour reconstituer l'évolution d'une vallée donnée. Mais, sous réserve que le milieu étudié soit relativement stable, certains indicateurs exokarstiques de paléo-niveaux de base peuvent subsister à l'instar des terrasses alluviales, telles des paléo-vallées abandonnées, des paléo-surfaces aplanies, des canyons, voire des paléo-rivages marins, etc. Ces reliques sont fortement dépendantes du type de milieu (karst de montagne, karst côtier, etc.).

2.2.5- Cas particulier des paléokarsts périméditerranéens et lien avec la crise de salinité messinienne

Les karsts du pourtour méditerranéens présentent des particularités liées à sa végétation, à ses sols caractéristiques du climat y régnant, à ses épaisses formations carbonatées du Mésozoïque déformées et fracturées, et aux conséquences à la fois des interactions tectonique/dénudation/paléoclimats et des variations eustatiques.

Les plateaux karstiques péri-méditerranéens auraient été formés du fait de phases tectoniques post-Éocène, tandis que la mise en place de certains réseaux côtiers (calanques marseillaises) serait liée à la tectonique extensive oligocène. Les événements tectoniques tardi-Miocène, voire des rejeux plio-quaternaires, ont entraîné un encaissement prononcé du Verdon et des modifications structurelles des réseaux des massifs provençaux. Toutefois, un événement important va marquer les paysages karstiques du Miocène supérieur : la crise de salinité messinienne (MSC), explicitée au chapitre 1. Cette baisse drastique du niveau de base va engendrer la mise en place de karsts profonds (Figure 2-18 haut) comme la fontaine de Vaucluse (évoquée précédemment), ou les exsurgences de la calanque de Port-Miou et de Bestouan (Figure 2-18 bas).

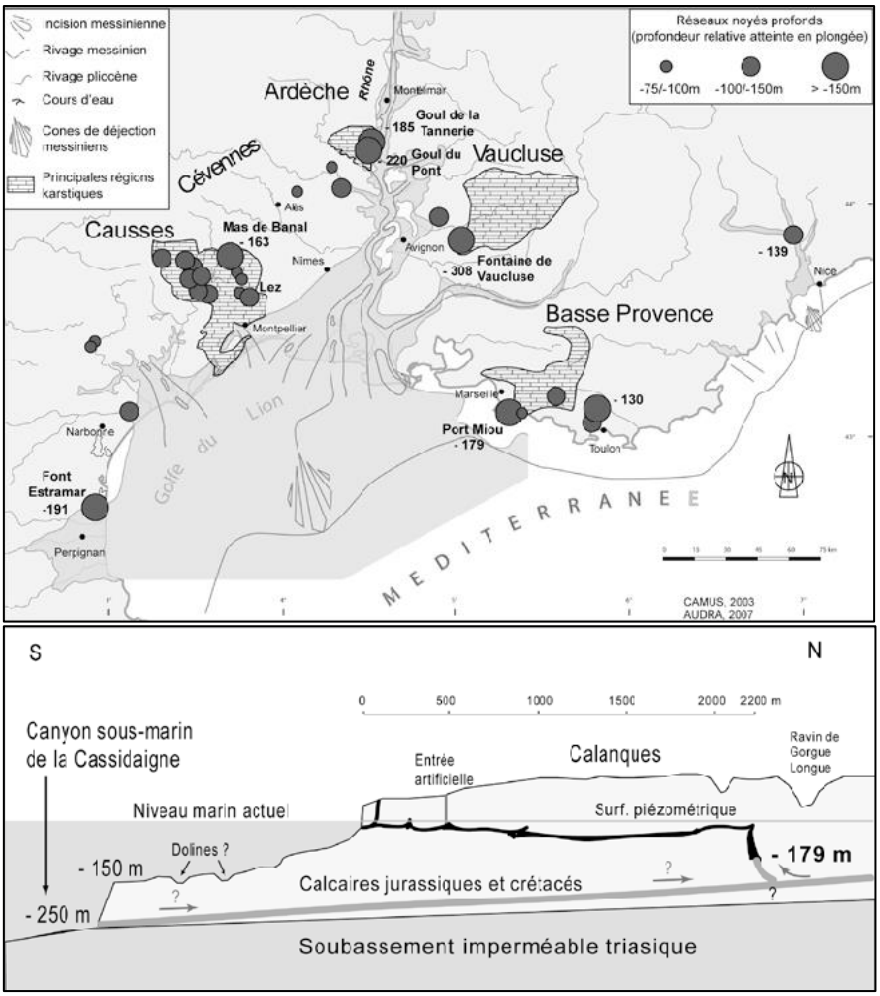


Figure 2-18 : En haut : localisation des réseaux karstiques noyés profonds péri-méditerranéens, en relation avec le niveau de base global ou les rias pliocènes (Audra *et al.*, 2009 et références associées). En bas : Coupe schématique du réseau de Port-Miou (Audra *et al.*, 2009) et relation avec la surface piézométrique. Le canyon sous-marin de la Cassidaigne s'est formé en réponse à la MSC. Une conduite quasi-verticale permet de raccorder les deux niveaux.

Mais un point particulièrement important concerne les remontées du niveau de base consécutives à la MSC et les remplissages induits des canyons du Messinien, ainsi que leur relation avec le karst. Ce problème a été soulevé par les travaux de Mocochain (2007) sur le karst ardéchois. La MSC, occasionnant une baisse drastique du niveau de base, a ainsi induit un encaissement important des cours d'eau (Figure 2-19A). Les drains karstiques s'enfoncent dès lors en profondeur dans le massif et s'écoule avec une pente leur permettant de répondre à la rapidité du phénomène. Au Pliocène, les canyons formés durant le Messinien sont ennoyés du fait de la remontée du niveau de base marin, puis colmatés par des alluvions fluviatiles (Figure 2-19B). En réponse à ces phénomènes, les drains opèrent une restructuration pour permettre l'émergence des flux en surface, engendrant la mise en place de conduits ascendants de type « puits-cheminées » ou exsurgences vauclusiennes. L'ennoyage induit en outre le colmatage des

conduits. Les sédiments argileux insolubles transportés induisent une dissolution préférentielle du toit du conduit, appelée paragenèse (chenal de voûte paragénétique).

Ces observations ont permis d'expliquer la probable origine des réseaux noyés profonds drainés par des conduits remontants vers des sources vauclusiennes. Ce type de spéléogenèse *per ascensum* peut donc trouver une origine eustatique, mais peut également se manifester suite à un alluvionnement intense au sein d'une vallée modifiant le niveau de base local (quelle qu'en soit l'origine), ou bien une subsidence continentale (Audra *et al.*, 2009 ; Audra et Palmer, 2011). Dans ce cas de figure, les niveaux les plus élevés ne sont donc pas nécessairement les plus anciens.

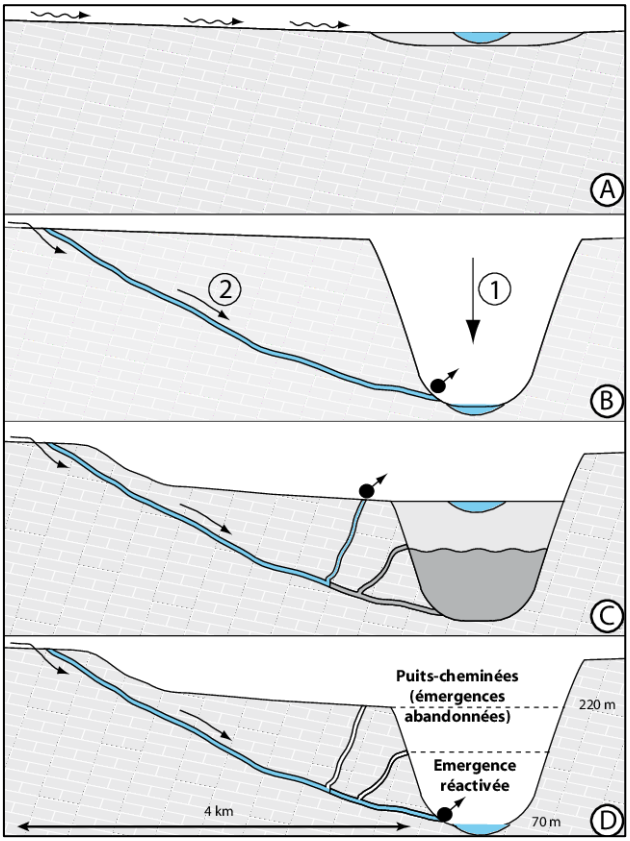


Figure 2-19 : Modèle général de spéléogenèse *per ascensum* élaboré par Audra *et al.* (2007) en réponse aux cycles eustatiques du Messinien et du Pliocène. A – Écoulement superficiel. B – En réponse à la rapide chute du niveau de base, le canyon est sur-creusé et un drain en pente se met en place dans le massif. C – Au Pliocène, les canyons du Messinien sont ennoyés selon deux processus : par ingression marine en ria d'une part (en gris foncé), suivie d'une phase d'aggradation fluviatile (en gris clair). En réponse à ces phénomènes de surface, les écoulements karstiques parcourent des conduites remontantes en régime noyé. Des sources vauclusiennes se mettent en place, dont les altitudes témoignent des paléo-niveaux de base. D – Si le canyon messinien est au-dessus du niveau piézométrique actuel, il est exondé et le karst s'assèche. Ces conduites abandonnées deviennent fossiles, tout comme les conduits remontants du Pliocène, et les drains actuels parcourent et sur-creusent les « paléodrains » du Messinien. Dans le cas des calanques pour lesquelles le canyon messinien est sous le niveau piézométrique actuel, le karst demeure noyé et est drainé par une exsurgence vauclusienne.

Cependant, cette dernière assertion n'a rien d'évident. Ainsi, la datation d'alluvions fluviatiles par utilisation combinée des âges d'enfouissement cosmogéniques et déduits de la magnétostratigraphie au sein des massifs ardéchois a donné des résultats peu probants au premiers abords, mais finalement parfaitement exploitable en considérant le modèle *per ascensum* (Tassy *et al.*, 2013). Cette étude se focalise sur le canyon de l'Ardèche (affluent du Rhône) s'encaissant dans le massif crétacé du Saint-Remèze. Le système karstique étagé de la zone est particulièrement étudiée du fait de la présence d'artéfacts archéologiques d'importance dans la grotte Chauvet, ou encore pour le très beau réseau de Saint-Marcel. Les alluvions prélevés à chaque niveau, ont démontré que l'établissement de cet étagement était lié à la MSC et au comblement de la ria pliocène. Le modèle *per ascendum* s'en trouvait ainsi conforté par des datations absolues et des contraintes en termes de taux d'incision et d'évolution du système ont été obtenues. Ainsi, Tassy *et al.* (2013) ont établi que le niveau de base de l'Ardèche était 40 mètres plus haut que la surface d'abandon pliocène (datée entre 1,94 et 1,77 Ma aux incertitudes près) et ont permis de dater les épisodes d'alluvionnement au sein des cavités et notamment au sein de la grotte Chauvet (2,96 à 2,18 Ma aux incertitudes près). Enfin, ces travaux ont mis en lumière un probable forçage tectonique post-Pliocène occasionnant un encaissement de l'Ardèche à des taux avoisinants les 30 m/Ma depuis 1,77 Ma.

2.3- Morphologies associées aux écoulements

Les circulations d'eaux dans les massifs induisent le creusement de galeries horizontales et de puits verticaux pouvant les relier.

2.3.1 – Systèmes verticaux

Les eaux d'infiltration vont pénétrer au sein du substrat rocheux et circuler dans le massif au moyen des fractures et des fissures, le plus souvent en empruntant un trajet vertical. De par leurs propriétés acides notamment, elles vont agrandir petit à petit ces voies, allant jusqu'à former des puits (Figure 2-20) et méandres où il est possible d'observer des cascades. Selon la géologie locale, les eaux peuvent finir par rencontrer des lithologies quasi-imperméables qui les vont concentrer et les canaliser. Des ruissellements plus ou moins conséquents vont ainsi s'écouler creusant des galeries horizontales.

Les puits autorisant souvent l'accès aux grands réseaux souterrains se mettent généralement en place le long de fractures ou de failles permettant une circulation d'eau relativement intense pouvant s'effectuer en cascades (zone vadose du karst, prédominance de l'érosion mécanique). Ils relient également dans de nombreux cas des niveaux de galeries

horizontales entre elles. Généralement, ce type de morphologies nécessitant des eaux courantes à forte énergie cinétique (régime torrentiel) se met en place dans des zones à reliefs. Le phénomène peut ainsi être accentué par les chutes de neige qui s'accumulent au fond de dolines. Les réseaux reliés par des conduites verticales ont en général été évités afin de réduire de potentiels échanges de sédiments entre niveaux du fait de ruissellements.

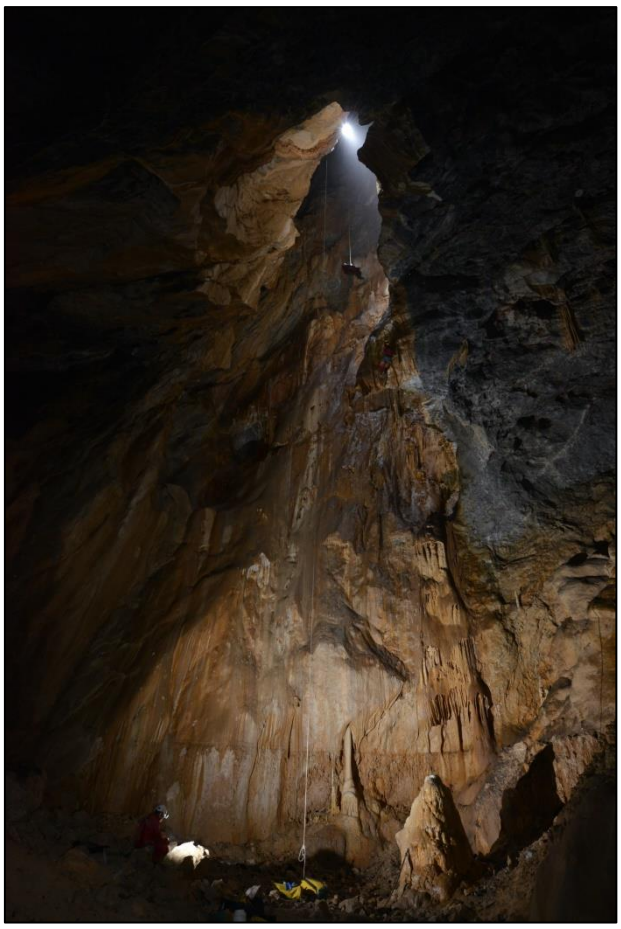


Figure 2-20 : Puits permettant de passer de Lombrives supérieure à Lombrives inférieure (Ph. V. Guinot, 18 avril 2015).

2.3.2- Systèmes horizontaux

Nos travaux se sont essentiellement focalisés sur les conduites sub-horizontales de deux types : les galeries actives et les conduites fossiles. Les galeries étudiées varient en largeurs et en longueurs du fait des caractéristiques du massif, et sont organisées au sein du karst. En effet, ce mode de creusement est privilégié par les joints de strates, les diaclases ou bien les failles (tout type de discontinuité propice à l'écoulement). Une faible dénivelée des couches géologiques favorise donc l'établissement de ce type de galerie. En outre, un drain principal, ou drain collecteur, est utilisé par les eaux qu'il évacue vers l'exutoire principal. Ce collecteur est connecté à des galeries annexes secondaires en amont dont il reçoit les eaux. Les mécanismes de

creusement des drains vont différer selon le degré de saturation de la roche en eau (zones noyée, épinoyée et vadose). De nombreuses morphologies sont identifiables, aussi bien au niveau des galeries dans leur intégralité (Figure 2-21 et Figure 2-23), que dans le détail (Figure 2-22 ; Figure 2-25). Ces marqueurs sont d'une utilité cruciale afin d'identifier le régime de creusement et d'établir la chronologie de celui-ci, voire l'histoire de la cavité ou du réseau. De nombreuses morphologies ont été introduites dans les paragraphes précédents. Elles sont détaillées dans celui-ci sur la base de la terminologie définie par Renault (1967).

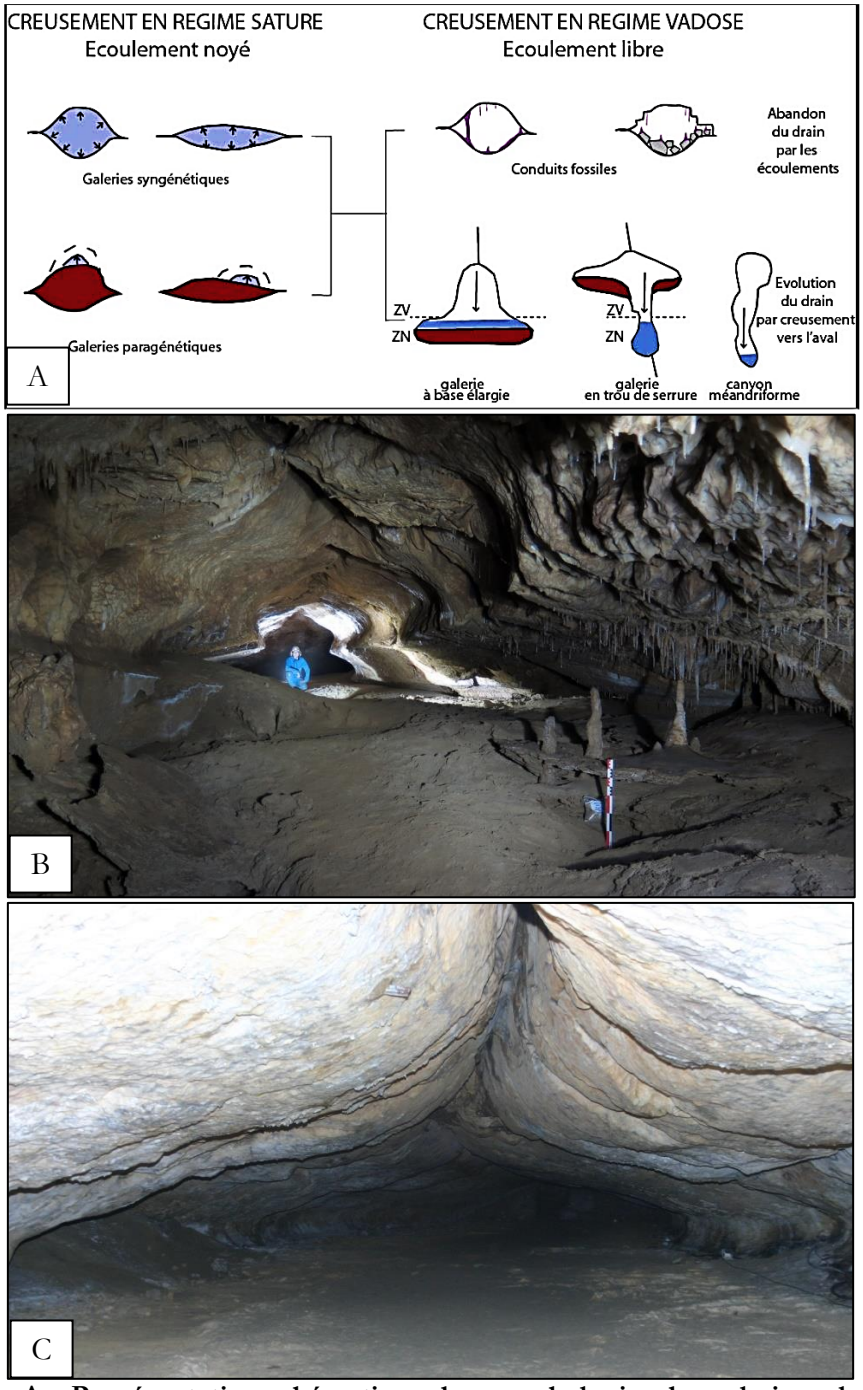


Figure 2-21 : A – Représentation schématique des morphologies des galeries selon le régime d'écoulement (Nehme, 2013 d'après Renault, 1967 & Delannoy, 1997) ; B – Galerie de la Porte de

Fer du réseau d'En Gorner (Hez *et al.*, 2015 ; Sartégou *et al.*, 2016). Il est possible d'observer un lambeau de banquette limite et une morphologie typique de creusement paragénétique *per ascendum* ; C – Galerie de la Carène de Lombrives (Ph. P. Sorriaux, 18 avril 2015). Le creusement s'y déroulé selon toute vraisemblance selon les plans de fragilité, notamment la faille au toit de la galerie.

En zone vadose, le régime torrentiel favorise la mise en place de galeries étroites et profondes (canyons), avec des flux abondants chargés en particules à fort potentiel abrasif (granulométries des blocs aux sables). Les marmites ou les banquettes limites (encoches marquant la limite entre le sommet du remplissage alluvial et la paroi et typique d'une phase d'aggradation) sont des morphologies typiques de cette zone (Figure 2-23).

FORMES	NOM	DIMENSION	INFORMATION PALEOGEOGRPHIQUE
	Banquette-Limite	Longueurs plurimétriques	Encoches de paroi situées entre le sommet du remplissage et la paroi. Engendrées à chaque phase d'aggradation des dépots de la galerie paragénétique.
	Chenal de voute	Longueurs métriques à plurimétriques	Forme semi-circulaire en tube engendrée par la dissolution des ecoulements rapides et sous pression (Régime noyé)
	Coupole de dissolution	Diamètre pluri-centimétriques à métriques	Dissolution par des écoulements ascendants, rapides et sous-pression (syngénétisme, paragénétisme) par effet de tourbillon engendrée sur hétérogéneité de la roche.
	Lapiaz de voute et de paroi	Longueurs métriques	Forme de dissolution engendrée l'ennoyage/dé-noyage du drain par les écoulements
	Coups de gouges	Longueur et largeur pluricentimétrique	Pour des galeries creusés en regime noyé, indication du sens et de la vitesse d'écoulement
	Stries ou flutes	Longueurs pluricentimétriques	Dissolution prolongée des parois (allongmement des formes) à vitesse régulière
	Chenaux anastomosés ou en sillon	Longueur pluri-centimétrique largeurs centimétriques	Dissolution par des écoulements sous pression et rapides pour les plafonds et parois

Figure 2-22 : Tableau récapitulatif des diverses morphologies de zones noyées / épinoyées, de leurs dimensions et des informations paléogéographiques qui leur sont associées (Nehme, 2013 et références associées).

Par ailleurs, les anciennes conduites abandonnées au profit d'un niveau de base inférieur connaissent également des évolutions morphologiques caractéristiques. Des réajustements

mécaniques peuvent survenir, notamment au niveau des zones de faiblesse de l'encaissant. Ils se traduisent souvent sous la forme d'éboulements plus ou moins conséquents masquant les morphologies pré-existantes. Par ailleurs, les concrétionnements ultérieurs peuvent également recouvrir ces formes passées.

En zone épiphréatique, les galeries sont façonnées par l'érosion mécanique et la corrosion chimique. Dans la zone noyée en permanence, c'est la corrosion qui domine et le creusement peut s'effectuer de deux manières : les galeries sont alors de types syngénétique ou paragénétique.

Le creusement syngénétique se caractérise par l'établissement d'une conduite forcée, avec un écoulement trop rapide pour permettre une quelconque forme de sédimentation selon Hjulström (1935). Ces galeries sont souvent circulaires ou elliptiques, selon les discontinuités de la roche (Figure 2-21). Des morphologies en « trou de serrure » ou méandriformes peuvent survenir lorsque la partie inférieure de la galerie est creusée en régime vadose. Les parois en sont lisses, signant un courant très rapide, ou bien marquées par des coups de gouge, des vagues d'érosion ou bien des cupules du fait des turbulences et de l'eau sous-pression. Les coups de gouge ou *scallops* sont des morphologies associées à la conjonction de la transition entre des flux laminaires et turbulents au niveau des parois et des phénomènes de dissolution (Lismonde & Lagmani, 1987 ; Slabe, 1995). Ces morphologies renseignent à la fois sur les paléo-sens d'écoulement et sur les paléo-débits (*e.g.*, Curl, 1966, 1974). Le plancher quant à lui peut être marqué par des formes de type « marmites de géant » ou des surcreusements du fait de la vitesse importante des courants.



Figure 2-23 : Encoche dans la galerie de Marde du réseau Lachambre (Ph. M. Calvet, 15 octobre 2014). Théoriquement, cette morphologie se situe entre le toit du remplissage et la paroi du conduit et est associée à une phase d'aggradation. Les banquettes – limites témoignent des

différents niveaux occupés par les remplissages et permettent d'obtenir leur géométrie relativement au conduit.



Figure 2-24 : Coups de gouges décimétriques (Ph. M. Protin, 9 juin 2016) dans une petite galerie annexe de la grotte de Pérouge donnant sur un siphon (massif des Bauges).

Une augmentation du niveau de base s'accompagne généralement de remplissages de sédiments dans les vallées jusqu'à ce nouveau niveau. Les sections de collecteurs situés en-dessous de ce niveau sont inondées. Ils peuvent éventuellement être colmatés par des sédiments, surtout si le débit est faible ou est détourné vers des passages autrefois abandonnés à un niveau supérieur. La paragénèse est la dissolution ascendante de la voûte dans une portion remplie d'eau en raison de l'accumulation de sédiments sur le sol de la conduite. Le sédiment protège le sol de l'abrasion mécanique, laissant seulement les portions supérieures exposées à la dissolution. Lorsque la voûte se corrode, davantage de sédiments s'accumulent au sol pour maintenir l'équilibre entre l'érosion, le dépôt et la vitesse de l'eau. La migration ascendante s'arrête lorsque le tube atteint la nappe phréatique. Ultérieurement, à mesure que la nappe d'eau descend, la conduite est soit abandonnée, soit ses sédiments sont creusés par de nouveaux écoulements. Le creusement paragénétique est donc dû à des écoulements permettant de corroder la voûte (pendants, lapiaz, chenaux, anastomoses ; Figure 2-25) et les parois selon l'intensité du colmatage. Ce phénomène est souvent causée par des eaux de crue, très agressives, chargées de sédiments et donc abrasives.

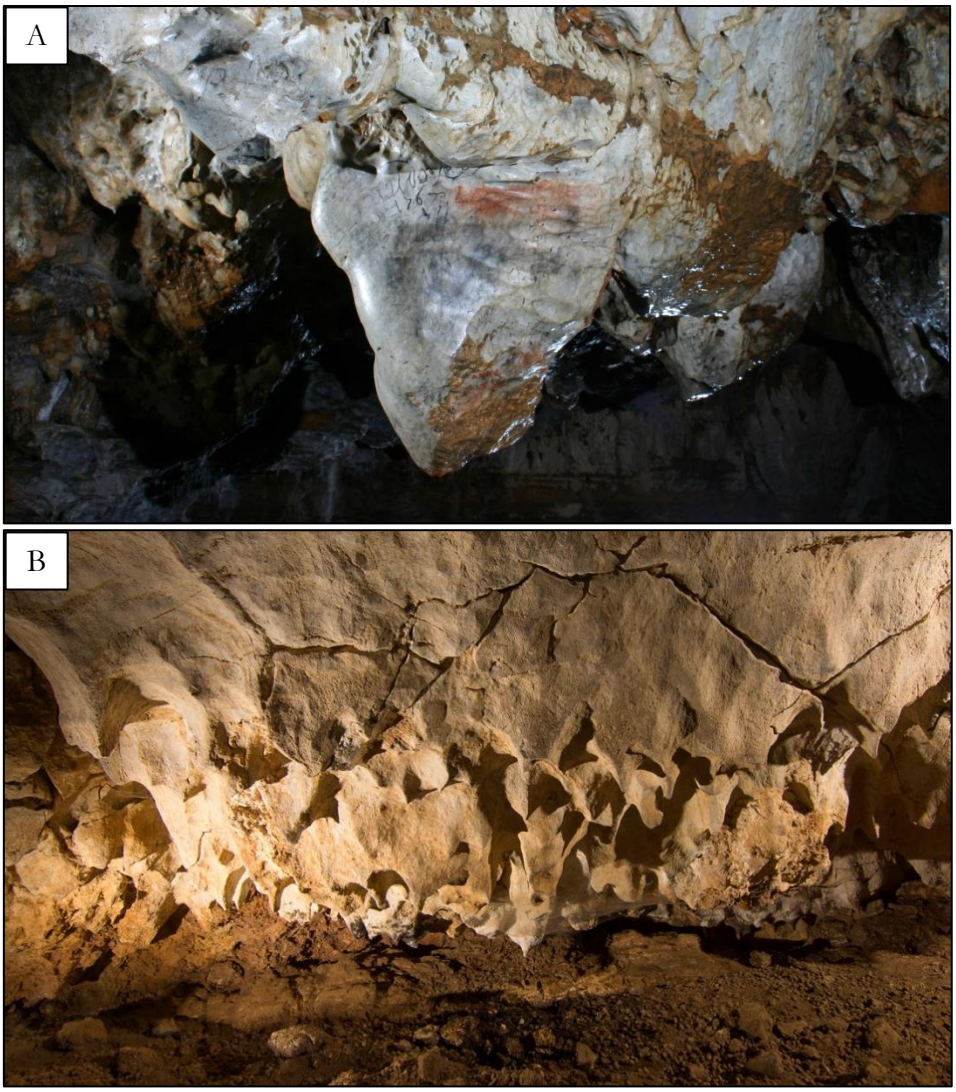


Figure 2-25 : A – Pendant de voûte dans la galerie du Lion de Lombrives (19 avril 2016 – Ph. P. Sorriaux). B – Lapiaz de voûte dans la grotte des Coumes (30 mars 2015 – Ph. C. Bès).

2.4- <u>Archives sédimentaires et processus de sédimentation</u>

Deux types de remplissages karstiques peuvent être distingués (Figure 2-26). Premièrement, les dépôts karstiques *sensu stricto* liés au fonctionnement hydrodynamique du réseau. Cette catégorie va aussi bien englober les produits de la dénudation des versants que ceux issus de la dissolution du massif sus-jacent (*e.g.*, Camus, 2003 ; Husson, 2013). Ces processus concernent:

- les remplissages détritiques argileux, en particulier les argiles dites de décantation ;
- les remplissages clastiques allochtones, souvent d'origines fluviatiles et dont les provenances peuvent être déterminées ;
- les spéléothèmes et les ciments calciques.

Par ailleurs les massifs karstifiés comportent des remplissages intra-karstiques dont le dépôt n'est pas dû au fonctionnement hydrodynamique. C'est le cas des dépôts volcano-sédimentaires, éoliens, etc.

Il apparaît important d'étudier les remplissages paléo-karstiques qui sont des enregistrements sédimentaires de l'histoire géologique du massif. En effet, les sédiments piégés dans les cavités sont protégés et confinés dans le massif alors que les équivalents en surface peuvent être altérés ou érodés. Ainsi ils constituent des marqueurs d'événements sédimentaires ou tectoniques particulièrement intéressants. En conséquence, une étude fine des sédiments est nécessaire : types de dépôts, morphologies, granulométries, faciès et datations s'avèrent être des investigations prépondérantes pour tenter de déterminer l'évolution des massifs. De même, les sédiments peuvent conserver des vestiges de faunes et de flores du Quaternaire et du Tertiaire. Par ailleurs, les spéléothèmes se formant dans l'endokarst sont des témoins des conditions climatiques à l'instant de la formation. Leur étude minéralogique, leur composition (y compris en éléments traces), leurs morphologies, leurs cassures, etc. renseignent quant aux paléoclimats, aux conditions de formations des spéléothèmes, et parfois même témoignent d'anciens événements tectoniques.

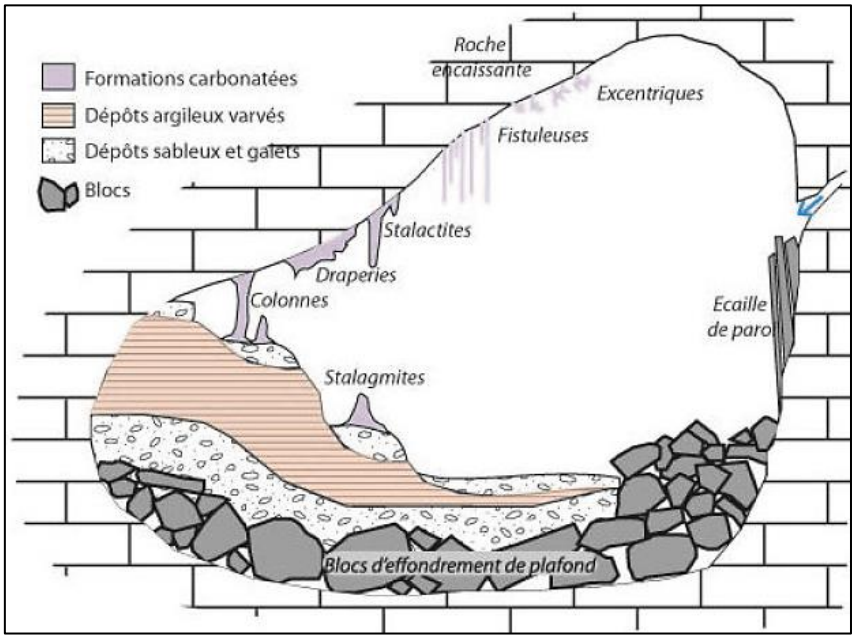


Figure 2-26 : Illustration de la diversité des dépôts carbonatés et détritiques au sein d'un drain (Nehme, 2013).

Il est bon de noter qu'une galerie creusée en régime paragénétique, et en partie colmatée par des dépôts, va connaître des surcreusements *via* les flux provenant de la zone vadose. Ainsi, des terrasses étagées peuvent apparaître dans les galeries. Les sédiments sont remobilisés en partie

ou en totalité et les courants tractifs peuvent éventuellement araser les morphologies préexistantes.

2.4.1- Types de dépôts

Les systèmes karstiques fonctionnent comme d'énormes pièges à sédiments, accumulant des dépôts clastiques, des débris chimiques et organiques mobiles dans l'environnement proche du karst. L'environnement karstique offre des conditions de préservation particulièrement efficace, notamment des conditions de température et de pression peu variable, permettant de conserver ces sédiments sur des plages de temps relativement longues. Ces sédiments peuvent provenir de l'environnement extérieur et être transportés dans le réseau (origine allochtone ou allogène), ou bien être créé dans les cavités (origine autochtone ou authigénétique). Seuls les sédiments allogènes revêtent de l'intérêt pour nos études. Ces dépôts clastiques allochtones peuvent avoir plusieurs origines d'après une classification opérée par Ford & Williams (2007) :

- Fluviale, qui est en règle générale le faciès prépondérant ;
- Filtrats, provenant de suintements et plus modestement présents ;
- Lacustres, qui est un faciès assez rare ;
- Marins pour des faciès de plages, supposant un environnement de dépôt très particulier ;
- Éoliens, modestement présents à l'exception des entrées ;
- Injecta glaciaires et fluvioglaciaires, qui sont des faciès assez communs en environnements glaciaires ;
- Dejecta, colluvions et glissements de terrain, faciès restreints aux entrées des cavités ;
- Téphritiques dans les zones volcaniques, il s'agit de cendres et de ponces non-lessivées.

Lors du dépôt des sédiments, la forme du remplissage est contrôlée par la forme de la cavité, des facteurs hydrodynamiques, les propriétés intrinsèques du sédiment ainsi que le soutirage karstique.

Il convient de préciser que des processus peuvent venir remanier ces sédiments et que l'interprétation d'un ensemble stratifié peut être sujette à caution. En effet des processus tels que le tassement (*shrinkage*), des glissements syn-sédimentaires (*slumping*), la formation de spéléothèmes ou de travertins (*flowstone intrusion*), ou encore le fouissage par des organismes vivants (*burrowing*), peuvent se produire et interférer avec la stratigraphie initiale, ainsi que causer des variations latérales d'épaisseurs. En outre, le soutirage affecte le sédiment jusqu'à sa

lithification après compaction et cimentation. Un remodelage tectonique peut également avoir lieu de par l'action de failles, de plis, d'effondrements, etc.

En règle générale, la charge de fond typique des régions karstiques jouxtant des chaînes de montagnes est composée de granulométries allant des graviers aux blocs. Ce type de matériel va donc pénétrer dans les cavités dans les régions englacées. Les graviers et les blocs peuvent rouler et glisser dans les conduits ouverts de certaines cavités. Ils se déposent sous formes de bancs bien à moyennement bien triés avec des variations d'épaisseurs, les galets étant souvent bien imbriqués. Il est possible de rencontrer des cycles granocroissants ou granodécroissants.

Un faciès distinct peut être visible lorsqu'un passage est progressivement obstrué. En effet, la zone est alors réduite, conduisant à une augmentation de la vitesse dans la section concernée (effet Venturi). Les dépôts deviennent grossiers vers le haut, et il est alors possible de trouver des blocs ou des galets bloqués au toit de la coupe.

Ce type de dépôts peut également provenir des glaciers et des faciès d'injection seront alors visibles.

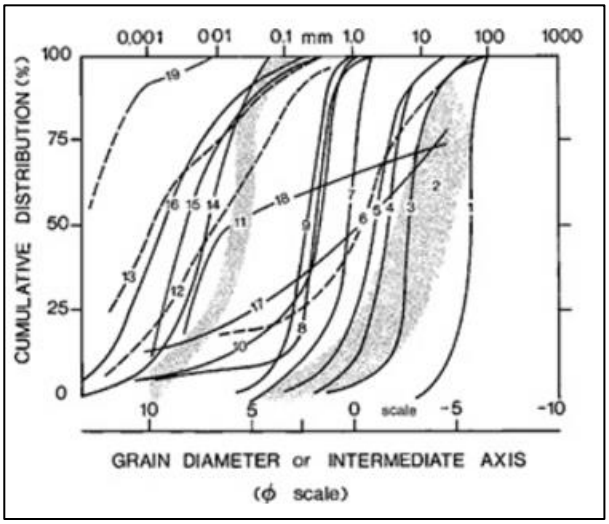


Figure 2-27 : Courbes de distribution cumulative des tailles de grains pour 18 dépôts et 6 échantillons d'eskers (Ford & Williams, 2007).

Les sables allochtones sont les dépôts les plus abondants du fait du dépôt conjoint de calcaires et de sables dans les bassins. Les structures sableuses typiques des torrents et des fleuves décrites par de nombreux auteurs (*e.g.*, Middleton, 2003 ; Allen, 1977) ont été relevées de nombreuses fois au sein des cavités (Ford & Williams, 2007). Les dépôts présentent communément des granoclassements. Il est à noter que les bancs sableux comportent fréquemment des interbancs silteux ou argileux. Par exemple la courbe 9 sur la Figure 2-27 décrit

les dépôts analysés par Sorriaux (1982) au sein du système de Niaux, épandages fluvio-glaciaires piégés au sein des sections massives du réseau.

Les silts et les argiles sont les dépôts clastiques les plus répandus dans les réseaux karstiques de par leur facilité de transport. Ils peuvent tapisser les parois, voire même les plafonds, bien que la plupart se soient initialement accumulés sur les planchers. Ces dépôts présentent souvent des lamines millimétriques à pluri-millimétriques ou bien des faciès de ruissellement dendritiques (voire des formes de vermiculations). Dans certaines zones protégées du courant, il est possible de trouver d'épaisses couches argilo-silteuses.

Leur provenance est plus diverse que dans les cas précédemment évoqués : les sédiments allogènes peuvent s'être déposés en milieux fluvial ou lacustre, ou bien être filtrés depuis les sols ou les dépôts éoliens sus-jacents. Cependant la composante authigénétique n'est pas négligeable du fait de l'altération des parois, le vannage ou encore la désagrégation des sédiments plus vieux. Les sédiments allochtones et autochtones peuvent également être mélangés.

En dehors des zones sous emprise glaciaire, ce type de sédiment est composé de minéraux argileux et de quartz. Dans les zones englacées, ils peuvent comporter de 20 à 80% de grains carbonatés du fait de l'érosion sous-glaciaire remaniant la « farine glaciaire ».

De nombreux cônes de dejecta accumulés à la fois par des éboulements décousus et des dépôts gadoueux provenant de gouffres sont visibles à l'affleurement. Des débris de nature « matrice-support » avec des taux élevés de matière organique sont aussi visibles dans des faciès de colluvions.

Quelles que soient les granulométries évoquées ci-dessus, elles sont toutes présentes dans des cavités phréatiques. Ces dépôts peuvent parfois être retrouvés très loin dans les réseaux et avoir être les témoins d'abandons de certains passages.

2.4.2- Caractéristiques des particules, études des provenances et diagenèse

Les particules sont décrites en termes de forme (aplatissement, lamelles, etc.), sphéricité, description des coins. Les variations de ces paramètres sont à relier à la variété des processus fluviatiles possibles du fait de l'étendue des boyaux et de leurs gradients de pente qui offrent la possibilité aux processus d'abrasion de survenir. Elles sont par ailleurs fortement corrélées à la lithologie des matériaux. En contexte aérien, de nombreux facteurs sont en prendre en compte pour quantifier l'abrasion (Attal, 2003), parmi lesquels la lithologie, la vitesse des particules, la proportion de galets et de sédiments ou encore la taille des particules.

Les réseaux karstiques vont renfermer des matériaux allogènes siliceux produits dans la partie amont des bassins versants et piégés à la traversée des chaînons calcaires périphériques. L'abondance en minéraux lourds dans les fractions fines peut permettre de distinguer les sources. La teneur en minéraux argileux peut également apporter des indications sur les environnements de dépôts. Par exemple, d'importantes teneurs en kaolinites tendent à indiquer des conditions atmosphériques chaudes ou des conditions d'altération chaudes. Dans des régions englacées, les sédiments contiendront plutôt de fortes teneurs en illites ou en chlorites. Ou encore des concentrations importantes en montmorillonites sont synonymes de climats secs.

Le processus de diagenèse est moindre dans les cavités que celui subit par le calcaire encaissant. Des marques de charges ou des déformations sont parfois visibles, les sédiments peuvent être asséchés, brutalement ré-humidifiés, etc. Des traces de bioturbations ou des remaniements par la faune peuvent aussi être des facteurs physiques expliquant les phénomènes diagénétiques. Enfin des processus chimiques, notamment des précipitations, peuvent causer la diagenèse des sédiments.

2.5- Position du karst relativement au piedmont et signification

Peu de travaux ont exploré la relation entre la position du karst relativement au piedmont et les processus géologiques impliqués. Une synthèse en est néanmoins proposée dans Calvet *et al.* (2015). Les paléo-profils en long des cours d'eau sont directement contrôlés par les forçages internes dans le cas de l'exokarst. En revanche, l'endokarst est directement contrôlé par l'incision de la vallée principale à laquelle il est lié, phénomène intervenant potentiellement en réponse aux forçages internes ainsi qu'aux forçages externes et à l'eustatisme. Ainsi, ces deux systèmes ne se raccordent pas nécessairement aux mêmes niveaux de base, l'incision de la vallée suivant avec un retard relatif les signaux induits par les forçages tels que notamment un abaissement du niveau de base dû à la surrection.

Les karsts bordant les bassins d'avant-pays enregistrent donc plusieurs signaux potentiels (Calvet *et al.*, 2015), tandis que les karsts en position internes reflètent les variations d'intensité de l'incision et/ou des forçages externes interagissant avec les forçages internes.

Le calage altitudinal des différents niveaux d'un karst est réalisé relativement au niveau de base local, traduisant l'incision des vallées. L'étagement des galeries qui serait alors contrôlé par le taux d'incision de la vallée incriminée pouvant être « retardée » du fait de forçages externes n'est donc pas un marqueur univoque et direct de la tectonique dans le cas d'un karst situé en position interne dans la chaîne (Figure 2-28). . Toutefois, dans le cas d'un système karstique

bordant le bassin d'avant-chaîne, un étagement avec des âges de plus en plus récents vers le niveau de base ne peut, selon Calvet *et al.* (2015), s'expliquer que par une surrection progressive. L'argumentation se fonde sur le fait que la formation d'un réseau est de l'ordre de 10^1 ka en considérant niveau piézométrique subhorizontal (pente faible au regard du profil d'un cours d'eau subaérien). Les forçages externes ne peuvent aboutir à un résultat semblable, le départ en solution étant le phénomène majoritaire de la dénudation karstique, au contraire des cours d'eau subaériens pour lesquels le creusement est limité par la masse de matériaux à transporter et/ou l'aptitude au détachement. Cette vision occulte en revanche l'interaction avec le niveau global, notamment pour les fleuves à proximité des domaines marins. Les karsts bordiers pourraient alors être très sensibles aux variations globales de ce niveau de base (Figure 2-28).

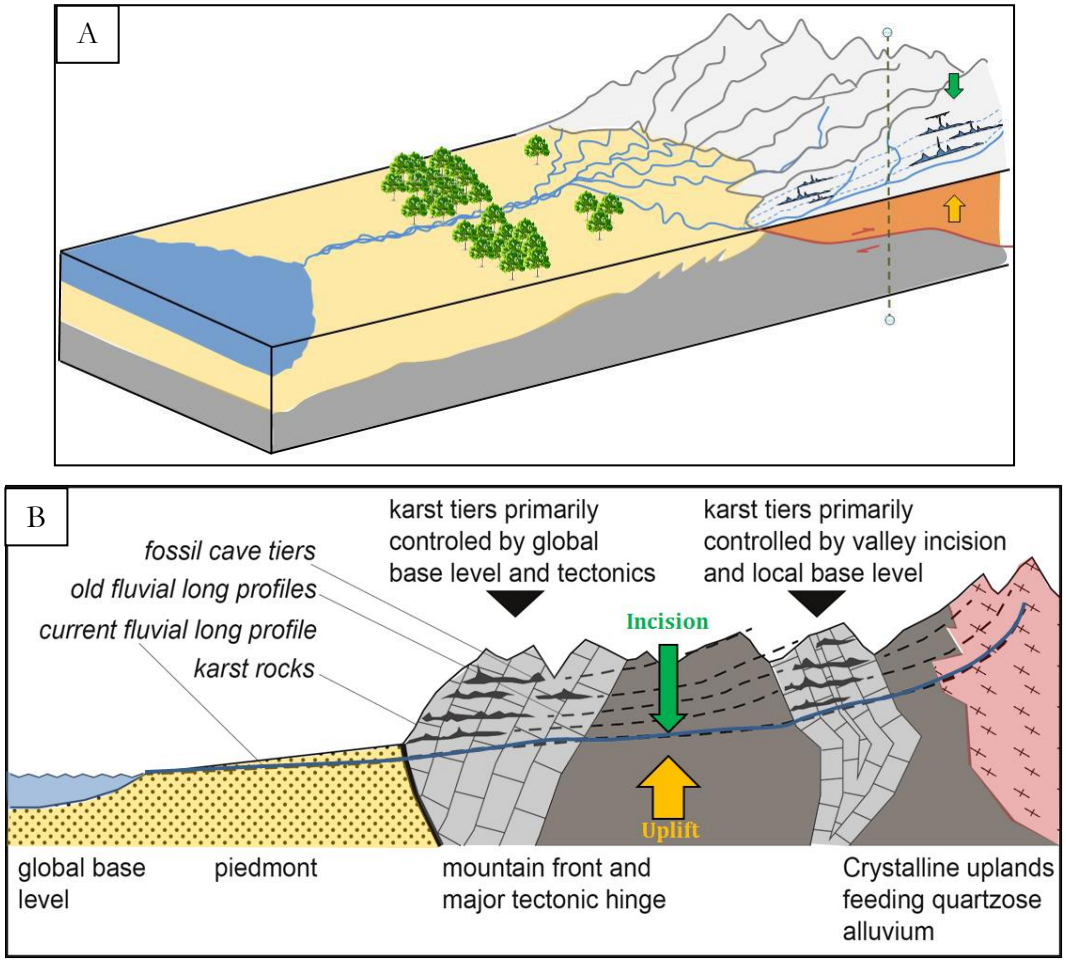


Figure 2-28 : L'utilisation de niveaux karstiques étagés afin d'enregistrer d'éventuelles réponses aux forçages internes est plus cohérente dans le cas d'un karst bordant le piedmont que d'un karst en position interne. En effet, le niveau piézométrique du système reflète alors le niveau de base induit par l'incision de la vallée et est également corrélé aux variations du niveau de base global.

Des cas particuliers peuvent être considérés pour les Pyrénées et des bassins intra-montagneux. En effet, si les bassins internes n'ont pas été vidangés, les étagements éventuels des massifs bordiers pourraient refléter les déformations de la chaîne et leur accommodation par leur(s) piedmont(s) durant la sédimentation. Dans le cas de bassins intra-montagneux vidangés, comme c'est le cas pour la Cerdagne, il est envisageable que les systèmes karstiques bordiers enregistrent à la fois, la déformation syn-sédimentation, la déformation post-sédimentation, et l'incision liée au retour de l'exoréisme.

3- Synthèse : le candidat idéal

Le contexte idéal pour l'enregistrement de la surrection enregistrée *via* l'incision des vallées dans les Pyrénées serait donc :

- Un système karstique bordant le piedmont (graben du Roussillon, bassin Aquitain) ;
- Un système karstique comportant des niveaux subhorizontaux étagés ;
- Des galeries présentant des indices de circulation en régime phréatique et/ou épiphréatique (indices de fonctionnement en conduite forcée et/ou paragenèse des conduits), ce dernier mode étant privilégié ;
- Un éventuel niveau actif à la base de l'étagement, rendant compte du fonctionnement du système ;
- La présence de remplissages pouvant être datés par les techniques actuelles, ce qui suppose également que le bassin versant soit suffisamment haut en altitude dans notre cas de figure, et comporte des lithologies quartzeuses.

Ma thèse s'est donc appuyée sur des systèmes karstiques répondant au mieux à ces critères de sélection, même s'il est difficile de pouvoir satisfaire l'intégralité de ces conditions.

Bibliographie

Allen, J.R.L. **1977**. Physical Processes of Sedimentation, 4th impression, George Allen & Unwin, London, 248 pp.

Allen, P.A. **1997**. Earth Surface Processes, Oxford: Blackwell Science. 404 pp. Print ISBN: 9780632035076

Attal, M. **2003**. Érosion des galets des rivières de montagne au cours du transport fluvial : étude expérimentale et application aux réseaux hydrographiques d'orogènes actifs. Université Grenoble I – Joseph Fourier, France, 288 pp.

Audra, P. **1994**. Karsts alpins – Genèse de grands réseaux souterrains. Exemples : le Tennengebirge (Autriche), l'Île de Crémieu, la Chartreuse et le Vercors (France). *Karstologia Mémoires*, 5, 280 pp.

Audra, P., et Bigot, J.-Y. **2005**. Processus de spéléogenèse : réseaux de contact et épinoyés. *In Méailles et la région d'Annot*, 53-59

Audra, P., Mocochain, L., et Bigot, J.-Y. **2009**. Spéléogenèse *per ascensum* par remontée du niveau de base. Interprétation des réseaux ennoyés, dénoyés, des sources vauclusiennes et des puits-cheminées. *Karstologia Mémoires*, 17, 164-175.

Audra P., Palmer A.N. **2011**. The pattern of caves: controls of epigenic speleogenesis. *Géomorphologie : relief, processus, environnement*, 4, 359-378

Audra P., Palmer A.N. **2013**. The Vertical Dimension of Karst: Controls of Vertical Cave Pattern. *In*: John F. Shroder (Editor-in-chief), Frumkin, A. (Volume Editor) *Treatise on Geomorphology*, Vol 6, *Karst Geomorphology*, San Diego, Academic Press, p. 186-206.

Bakalowicz, M. **1986**. De l'hydrogéochimie en karstologie. *Karst Euskadi*, 105-129.

Bakalowicz, M. **1995**. La zone d'infiltration des aquifères karstiques Méthodes d'études. Structure et fonctionnement. *Hydrogéologie*, 4, 3-21.

Bakalowicz, M. **1996**. Les processus de karstification et les différents types de karsts associés. *Mémoires société géologique de France,* 169, 363-371.

Beckers, A., Bovy, B. & Demoulin, A. **2012**. Factors of knickpoint migration on the moderately uplifted Ardennes Plateau, Western Europe. *Geophysical Research Abstracts*, 14, EGU2012-4641

Bigot, J.-Y. **2010a**. Imaginer…La Paléo-rivière souterraine de Saint-Remèze (Ardèche). *Actes de la 20e Rencontre d'Octobre - Labastide-Murat 2010*, 19-28.

Bigot, J.-Y. **2010b**. Les captures karstiques subverticales et subhoizontales, quelques exemples. *Actes de la 20e*

Rencontre d'Octobre - Labastide-Murat 2010, 35-44.

Burger, A. **1983**. Prospection et captage des eaux souterraines des roches carbonatées du Jura. *Société Suisse de l'Industrie du Gaz et des Eaux, Zurich*, 533-583.

Calvet, M., Gunnell, Y., Braucher, R., Hez, G., Bourles, D., Guillou, V., Delmas, M. & ASTER Team. **2015**. Cave levels as proxies for measuring post-orogenic uplift: Evidence from cosmogenic dating of alluvium-filled caves in the French Pyrenees. *Geomorphology*, 246, 617-633. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2015.07.013

Camus, H. **2003**. Vallée et réseaux karstiques de la bordure carbonatée sud cévenole. Relations avec la surrection, le volcanisme et les paléoclimats. Thèse de doctorat. Université Michel Montaigne – Bordeaux III. 675 pp.

Choppy, J. **2008**. Pourquoi se creusent les grottes ? *Karstologia mémoires*, n°16, 200 pages

Curl, R.L., **1966**. Scallops and flutes. *Trans. Cave Research*, Great Britain, 7, 121-160.

Curl, R.L., **1974**. Deducing flow velocity in cave conduits from scallops. *The NSS Bulletin*, 36(2), 1-5.

Davis, W.M. **1930**. Origin of limestone caves. *Geological Society of America Bulletin*, 41, 475-628.

Delannoy, J.-J., **1997**. Recherches géomorphologiques sur les massifs karstiques du Vercors et de la transversale de Ronda (Andalousie). Les apports morphogéniques du karst. Septentrion, Université Joseph Fourier – Grenoble I, France, 678 pp.

Demoulin, A. **2011**. Basin and river profile morphometry: A new index with a high potential for relative dating of tectonic uplift. *Geomorphology*, 126, 97–107.

Demoulin, A. **2012**. Morphometric dating of the fluvial landscape response to a tectonic perturbation. *Geophysical Research Letters*, 39, L15402, doi : 10.1029/2012GL052201.

Demoulin, A., Altin, T.B. & Beckers, A. **2013**. Morphometric age estimate of the last phase of accelerated uplift in the Kazdag area (Biga peninsula, NW Turkey). *Tectonophysics*, 608, 1380–1393.

Dreybrodt, W., Gabrovsek, F., Romanov, D. **2005**. Processes of speleogenesis: A modeling approach. *ZRC Publishing, Carsologica, Ljubljana*. 376 pp.

Fabre, G. et Nicod, J. **1978** : Niveaux de base actuels dans les principaux du Languedoc oriental et des plans de Provence. *International Journal of*

Speleology, I. 10), Bologna (Italy), 279-290.

Ford, D.C. **1971**. Geologic structure and a new explanation of limestone cavern genesis. *Trans. Cave Res. Group Great Brit.* 13, 81-94

Ford, D.C & Ewers, R.O. **1978**. The development of limestone cave systems in the dimensions of length and depth. *Canadian Journal of Earth Science*. 15, 1783-1798

Ford, D.C. & Williams, P. **2007**. Karst Geomorphology and Hydrology. *Chapman & Hall, London*.

Ford, D.C. **2014**. Perspectives on the 'four-state model' of cave genesis in the dimensions of length and depth, and a critique of 'looping caves' versus 'water table caves': the role of base-level changes and recharge variations in cave development.' (Gabrovsek, Häuselmann and Audra, 2014). [en ligne] (8 juin 2014). Disponible sur : http://speleogenesis.info/community/blog/post/?id=Perspectives-on-the-Four-State-Model-of-cave-genesis

Gabrovsek, F., Häuselmann, P. & Audra, P. **2014**. 'Looping caves' versus 'water table caves': The role of base-level changes and recharge variations in cave development. *Geomorphology*, 204, 683-691.

Godard V., Ollivier V., Bellier O., Miramont C., Shabanian E., Fleury J., Benedetti L. and Guillou V. **2016**. Weathering-limited hillslope evolution in carbonate landscapes. *Earth & Planetary Science Letters*, 446, 10–20.

Hack, J. **1973**. Stream profile analysis and stream gradient index. *Journal of Research of US Geological Survey*, 1(4), 421-429.

Hez, G., Jaillet, S., Calvet, M., and Delannoy, J.-J. **2015**. Un enregistreur exceptionnel de l'incision de la vallée de la Têt : le karst de Villefranche-de-Conflent (Pyrénées-Orientales), France. *Karstologia*, 65, 9-32.

Hjulström, F., **1935**. Studies of the morphological activity of rivers as illustrated by the river Fyris. *B.Geol.Inst.* Uppsala, 221-527.

Horton, R.E. **1945**. Erosional development of streams and their drainage basins; hydrophysical approach to quantitative morphology. *Bulletin of the Geological Society of America*, 56, 275-370.

Howard, A.D. & Kerby, G. **1983**. Channel changes in badlands. *Geological Society of America Bulletin*, 94(6), 739–752.

Husson, E. **2013**. Interaction géodynamique/karstification et modélisation géologique 3D des massifs carbonatés : Implication sur la distribution prévisionnelle de la karstification. Exemple des paléokarts crétacés à néogènes du Languedoc

montpelliérain. Thèse de doctorat. Université de Montpellier II, Sciences et techniques du Languedoc.

Jeandet, L. **2014**. Assessing dynamic topography from rivers characteristics in Patagonia forelands – 30 pages – Mémoire de Master 2. Université Claude Bernard Lyon I – ENS Lyon, France.

Kiraly, L. **1975**. Rapport sur l'état actuel des connaissances dans le domaine des caractères physiques des roches karstiques. *Int. Union Geol. Sci., Hydrogeology of karstic terrains*, 3(B): 53-67.

Lague, D. **2014**. The stream power river incision model: evidence, theory and beyond. *Earth and Surface Processes and Landforms*, 39, 38-61. doi: 10.1002/esp.3462.

Lavé, J. & Lague, D. **2012**. L'incision fluviale des orogènes actifs. *Géochronique*, 124, 30–32.

Lismonde, B. et Lagmani, A. **1987.** Les vagues d'érosion. *Karstologia* n°10, p. 37-44.

Mangin, A. **1975**. Contribution à l'étude hydrodynamique des aquifères karstiques – 3ème Partie – Constitution et fonctionnement des aquifères karstiques. Thèse in *Ann. Speleol.*, 29(3, 4) ; 30(1).

Mangin, **1998**. L'approche hydrogéologique des karsts. *Spéléochronos*, 9, 3-26.

Marsaud, B. **1996**. Structure et fonctionnement de la zone noyée des karsts à partir des résultats expérimentaux. *Document BRGM Thesis*, Paris XI Orsay, 303 pp.

Mercier, D. (sous la direction de.) **2013**. Géomorphologie de la France. Dunod, Sciences Sup, 320 pp. EAN 9782100588046

Middleton, G.V. (ed.) **2003**. Encyclopedia of Sediments and Sedimentary Rocks. Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, 821 pp.

Mocochain, L. **2007**. Les manifestations géodynamiques -externes et internes- de la crise de salinité messinienne sur une plateforme carbonatée péri-méditerranéenne : le karst de la Basse Ardèche (Moyenne vallée du Rhône; France). Thèse de doctorat. Université d'Aix-Marseille.

Mocochain, L., Audra, P., Clauzon, G., Bellier, O., Bigot, J.-Y., Parize, O., Monteil, P. **2009**. The effect of river dynamics induced by the Messinian Salinity Crisis on karst landscape and caves: Example of the Lower Ardèche river (mid Rhône valley). *Geomorphology*, 106, 46–61.

Nehme, C. **2013**. Apport de l'endokarst dans la reconstitution des paléogéographies et des environnements passés du Mont Liban : application aux vallées de

Nahr Antelias et de Nahr el-Kelb. Thèse de 3ème cycle. Université de Grenoble; Université Saint-Joseph (Beyrouth). Département de géographie. pp.468.

Nicod, J. **1972**. Pays et paysages du calcaire. *Coll. Sup*., PUF, 244 pp.

Nicod, J. **1995**. Carte géomorphologique des karsts de France. *Karstologia*, 25, 21-34.

Nicod, J. **1997**. Barrages en terrain karstiques, problèmes géomorphologiques et géotechniques dans le domaine méditerranéen. *Géo-Méditer, Geogr. Phys. Et Méditerranée*, 185-200.

Palmer A.N. **2007**. Cave Geology, *Cave Books, Cave Research Foundation*, Dayton, 454 p.

Perron, J.T. & Royden, L. **2013**. An integral approach to bedrock river profile analysis. *Earth and Surface Processes and Landforms*, 38, 570-576. Doi: 10.1002/esp.3302

Renault, P. **1967**. Contribution à l'étude des actions mécaniques et sédimentologiques dans la spéléogénèse. *Annales de Spéléo*, 22(2), 5- 17.

Rhoades, R. and Sinacori, N.M. **1941**. Patterns of groundwater flow and solution. *Journal of Geology*, 49, 785-794.

Sartégou, A., Blard, P.-H., Braucher, R., Bourlès, D.L., Calvet, M., Zimmermann, L., Tibari, B., Hez, G., Gunnell, Y. and ASTER Team. **2016**. Morphogenetic evolution of the Têt river valley (eastern Pyrenees) using $^{10}Be/^{21}Ne$ cosmogenic burial dating, *European Geosciences Union (EGU), General Assembly 2016, 17-22 April 2016, Geophysical Research Abstracts, Vol. 18, EGU2016-8385*. Poster.

Slabe, T. **1995**. *Cave rocky relief and its speleogenetical significance*. Znanstvenoraziskovalni center Sazu, Ljubljana, 128 pp.

Sorriaux, P. **1982**. Contribution à l'étude de la sédimentation en milieu karstique. Le système de Niaux – Lombrives – Sabart (Pyrénées ariégeoises). Thèse de 3ème cycle, Université Paul Sabatier, Toulouse. French. 255 pp.

Strahler, A.N. **1957**. Quantitative analysis of watershed geomorphology. *Transactions, American Geophysical Union*, 38(6), 913-920.

Strahler, A.N. **1952**. Hypsometric (area-altitude) analysis of erosional topography. *Geological Society of America Bulletin*, 63, 1117–1142.

Stock, J.D. and Dietrich, W.E. **2006**. Erosion of steepland valleys by debris flows. *Geological Society of America Bulletin*, 118(9-10), 1125-1148.

Swinnerton, A.C. **1932**. Origin of limestone caverns. *Geological Society of America Bulletin*, 43, 662-693.

Tassy A., Mocochain L., Bellier O., Braucher R., Gattacceca J., Bourlès D. **2013** - Coupling cosmogenic dating and magnetostratigraphy to constrain the chronological evolution of peri-Mediterranean karsts during the Messinian and the Pliocene: Example of Ardèche Valley, Southern France, *Geomorphology* 189, 81–92.

Whipple, K.X. & Tucker, G.E. **1999**. Dynamics of the stream-power river incision model: Implications for height limits of mountain ranges, landscape response timescales, and research needs. *Journal of Geophysical Research,* 104(B8), 17661–17674.

Whipple, K., Wobus, C., Crosby, B., Kirby, E. & Sheehan, D. **2007**. New tools for quantitative geomorphology: Extraction and interpretation of stream profiles from digital topographic data. *Geological Society of America Annual Meeting, Denver, Short Course Guide.*

White, E.L., and White, W.B. **1969**. Processes of cavern breakdown. *Bulletin of the National Speleological Society*, 31, 83-96.

Wobus, C., Whipple, K.X., Kirby, E., Snyder, N., Johnson, J., Spyropolou, K., Crosby, B. & Sheehan, D. **2006**. Tectonics from topography: Procedures, promise, and pitfalls. *In* Willett, S.D., Hovius, N., Brandon, M.T. & Fisher, D.M., *eds., Tectonics, Climate, and Landscape Evolution: Geological Society of America – Special Papers,* 398, Penrose Conference Series, 55-74, doi: 10.1130/2006.2398(04).

Worthington, S.R.H. **2004**. Hydraulic and geological factors influencing conduit flow depth. *Cave and Karst Science*, 31, 123-134.

Worthington, S.R.H. **2005**. Evolution of caves in response to base-level lowering. *Cave and Karst Science*, 32, 3-12.

Chapitre Trois

Quantification de l'évolution des paysages par les nucléides cosmogéniques ^{10}Be, ^{26}Al et ^{21}Ne



Le Pic du Midi de Bigorre (Hautes-Pyrénées), un des berceaux de l'étude du rayonnement cosmique – Photo M. Roubinet

« Chaque fois que la science avance d'un pas, c'est qu'un imbécile la pousse, sans le faire exprès. »

« Savoir où l'on veut aller c'est très bien : mais il faut encore montrer qu'on y va »

É. Zola – respectivement La Joie et Vivre et L'Argent

Les travaux effectués jusqu'à présent sur les grottes étudiées s'attachaient à des datations relatives basées sur des corrélations entre les niveaux étagés et les terrasses extérieures. Établir la chronologie de la genèse d'une grotte est une entreprise complexe. Néanmoins il reste possible de dater les remplissages sédimentaires qui y sont piégés et les spéléothèmes. Plusieurs approches ont été utilisées à cette fin depuis les travaux initiés par D. Granger et son équipe en Virginie (1997) afin de circonvenir au mieux la période de fonctionnement d'une cavité (e.g., Granger et al., 2001 ; Anthony & Granger, 2004, 2007 ; Stock et al., 2004, 2005a,b,c ; Häuselmann et al., 2005, 2007a,b, 2015 ; Refsnider, 2010 ; Wagner et al., 2010, 2011 ; Hobléa et al., 2011 ; Liu et al., 2013 ; Tassy et al., 2013 ; Calvet et al., 2015).

Pour ce faire les équipes impliquées ont utilisé des déterminations de durées d'enfouissement en employant les nucléides cosmogéniques ^{10}Be et ^{26}Al, le paléomagnétisme et les datations uranium – thorium sur spéléothèmes. Ces techniques sont depuis lors devenues usuelles mais se heurtent à des limites, notamment analytiques, auxquelles nous avons tenté, tout comme d'autres équipes internationales (e.g., Granger et al., 2015 ; Laureano et al., 2016 ; McPhilipps et al., 2016), de remédier au cours des travaux présentés. Ainsi, une partie de ma thèse s'est concentrée sur l'application des âges d'enfouissement cosmogéniques ^{10}Be/^{21}Ne (Balco & Shuster, 2009) aux alluvions intrakarstiques.

Note to anglophone readers:

Into the studied caves, the available dating works are relative dating based on correlations between the staged levels and the external terraces. Establishing the chronology of the genesis of a cave is complex. Nevertheless, it is still possible to date the trapped sedimentary fills and speleothems. Several approaches have been used for this purpose since the work initiated by D. Granger and his team in Virginia (1997) to better circumvent the formation period of a cavity (e.g., Granger et al., 2001; Anthony & Granger, 2004, 2007; Stock et al., 2004, 2005a,b,c; Häuselmann et al., 2005, 2007a,b, 2015; Refsnider, 2010; Wagner et al., 2010, 2011; Hobléa et al., 2011; Liu et al., 2013; Tassy et al., 2013; Calvet et al., 2015).

Thus, the involved teams determined burial durations using terrestrial cosmogenic nuclides (^{10}Be and ^{26}Al), paleomagnetism, and uranium - thorium dating on speleothems. These techniques have since become usual, but have encountered limitations, in particular analytical ones, which we have attempted, like other international teams (e.g., Granger et al., 2015, Laureano et al., 2016, McPhilipps et al. 2016), to remedy. Thus, part of my work is focusing on the application of cosmogenic ^{10}Be/^{21}Ne burial durations systematics (Balco & Shuster, 2009) on intrakarstic alluvium.

Contenu du chapitre 3

1- Origine et formation des nucléides cosmogéniques....136

2- Taux de production et facteurs d'influence....140

2.1- Influence de la profondeur de l'échantillon et de la densité des roches traversées....141

2.2- Influence en fonction du lieu étudié : effets de la latitude, de l'altitude et de l'écrantage topographique....143

3- Âges d'enfouissement cosmogéniques....146

3.1- Principe....146

3.2- Mise en évidence d'histoires complexes....149

3.3- Méthode isochrone....150

3.4- Gammes temporelles....152

4- Paléotaux de dénudation....153

4.1- Principe théorique....153

4.2- Quelle granulométrie adopter et quelle influence sur les concentrations déterminées ?...154

5- Choix et traitement des échantillons....156

5.1- Stratégie d'échantillonnage....156

5.2- Séparation des minéraux et purification du quartz....159

5.2.1- Séparations physiques....159

5.2.2- Séparations chimiques....161

5.2.3- Adaptations du protocole suite aux difficultés rencontrées sur les échantillons de grottes pyrénéennes....162

5.2.4- Cas du néon cosmogénique....165

5.2.5- Cas du béryllium (^{10}Be) et de l'aluminium (^{26}Al) cosmogéniques....171

Références bibliographiques associées à la partie....183

1- Origine et formation des nucléides cosmogéniques

L'atmosphère terrestre est perpétuellement et isotropiquement bombardée par des particules très énergétiques (protons et noyaux d'hélium essentiellement) constituant le rayonnement cosmique galactique primaire. Ce rayonnement serait dû à l'accélération par des ondes de choc de gaz ionisés interstellaires (pouvant résulter de l'explosion d'étoiles massives (supernovæ), par exemple). Les ondes électromagnétiques caractéristiques qu'il engendre sont observées aussi bien dans le disque et le halo de la Voie lactée que dans ceux d'autres galaxies. Alors que les particules les plus énergétiques du rayonnement cosmique primaire seraient donc d'origine galactique (hors Système solaire), la composante la moins énergétique est d'origine solaire. *In fine*, le rayonnement cosmique primaire atteignant le sommet de l'atmosphère se compose à 83% de protons, 13% de particules α et 3% d'électrons (Gosse & Phillips, 2001). Étant donné qu'il est constitué de particules chargées, l'intensité de son flux est inversement proportionnelle à l'intensité des champs magnétiques terrestre et solaire (force de Lorentz). Seules les particules cosmiques ayant une énergie suffisante pour passer la barrière de ces champs magnétiques pénètrent dans l'atmosphère. En conséquence, l'intensité du flux cosmique est plus faible à l'Équateur d'environ 40% par rapport aux pôles.

L'énergie de ces particules primaires est dissipée au cours de réactions nucléaires induites par leur interactions avec les atomes constituant l'atmosphère terrestre (Figure 3-1), laissant comme résidus des noyaux résiduels chargés désignés sous le terme de nucléides cosmogéniques atmosphériques, et provoquant la formation de nucléons secondaires suffisamment énergétiques pour induire de nouvelles réactions nucléaires. La majorité des réactions nucléaires se déroule dans la haute atmosphère (produisant notamment du ^{14}C). Cependant, environ 0,1 % des particules secondaires engendrées (neutrons, protons et muons) dans les cascades atmosphériques atteint le sol avec suffisamment d'énergie pour entraîner à leur tour des réactions nucléaires dans les minéraux des roches de surface et former des nucléides cosmogéniques produits *in situ* (par exemple : ^{10}Be, ^{26}Al, ^{36}Cl, ^{3}He, ^{21}Ne).

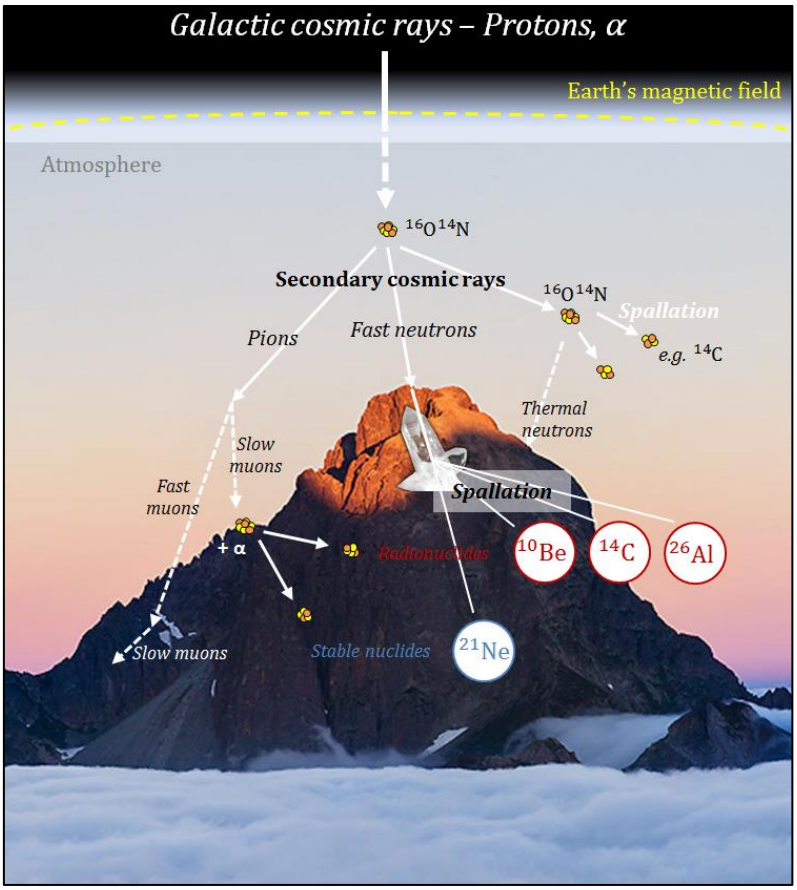


Figure 3-1 : Les particules cosmiques primaires de haute énergie résultant de l'explosion supernovæ interagissent avec des atomes de l'atmosphère, essentiellement l'azote et l'oxygène, ce qui induit l'apparition d'un noyau résiduel plus léger appelé nucléide cosmogénique atmosphérique et l'éjection de particules cosmogéniques secondaires (majoritairement des neutrons). Ce type de réaction nucléaire est appelé spallation. Si ces particules ont une énergie suffisante, elles provoquent à leur tour une réaction nucléaire avec production de nouveaux noyaux et nucléons. Ces réactions en chaîne finissent par atténuer le flux de particules cosmogéniques secondaires. Ainsi l'atmosphère est le lieu d'une atténuation significative de flux et de l'énergie des particules incidentes, ce qui implique qu'au niveau de la mer le flux cosmique résiduel ne représente plus que quelques ppm du flux observé dans l'espace.

- Béryllium-10

L'élément béryllium possède trois isotopes : l'isotope stable ^{9}Be et deux isotopes radioactifs qui sont des nucléides cosmogéniques, le ^{7}Be ($T_{1/2}$ = 53 jours) et le ^{10}Be ($T_{1/2}$ = 1,387 ± 0,012 Ma ; Chmeleff *et al.*, 2010 ; Korchinek *et al*, 2009, 2010). Le béryllium-10 étant produit dans deux compartiments différents de l'environnement terrestre, on distingue l'espèce atmosphérique de l'espèce produite dans la croûte terrestre, dite espèce produite *in-situ*. L'espèce atmosphérique, après avoir résidé environ trois ans dans l'atmosphère (Baroni *et al.*, 2011), est transférée à la surface de la planète où elle est précipitée et/ou adsorbée à la surface des

minéraux, voire stockée dans leurs anfractuosités. Dans le minéral quartz des roches, le ^{10}Be est majoritairement produit par spallation (Figure 3-2A) sur les éléments les plus abondants dans l'atmosphère, l'azote-14 et l'oxygène-16 :

$$^{14}_{7}\mathrm{N}(\mathrm{n},3\mathrm{pn})^{10}_{4}\mathrm{Be}$$

$$^{16}_{8}\mathrm{O}(\mathrm{n},4\mathrm{p3n})^{10}_{4}\mathrm{Be}$$

Il est plus rarement produit par interactions muoniques (Figure 3-2B ; 3,6 % de la production au niveau de la mer et aux hautes latitudes –SLHL– ; Heisinger *et al.*, 2002a).

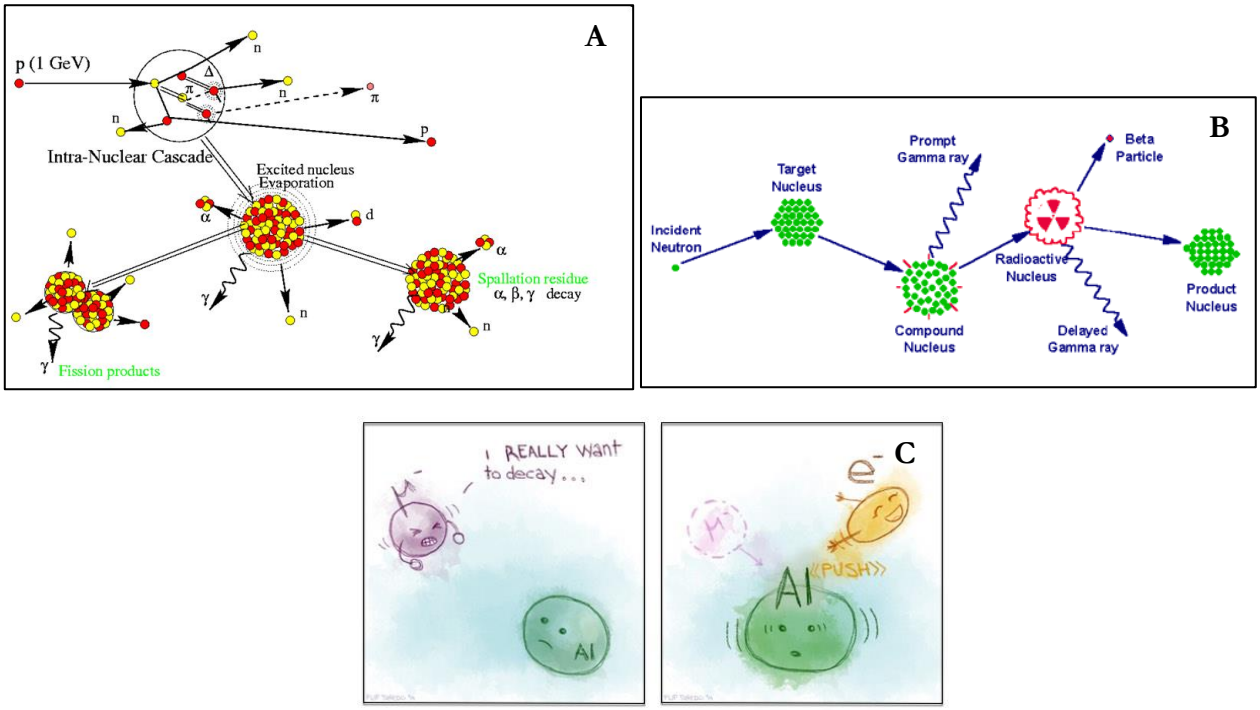


Figure 3-2 : Modes de production des nucléides cosmogéniques. A) la réaction la plus fréquente est la spallation dans laquelle un noyau atomique est frappé par une particule incidente (proton, particule α, neutron,) de grande énergie (50 MeV à plusieurs GeV). Cette collision engendre une décomposition du noyau cible percuté en un noyau de masse inférieure (le nucléide cosmogénique), et des particules secondaires (essentiellement des neutrons) moins énergétiques (figure irfu.cea.fr). B) capture de neutrons (fig. archaeometry.missouri.edu). C) capture de muons (fig. particlebites.com).

- Aluminium-26

L'aluminium est présent en très grande quantité sur Terre et possède deux isotopes : l'isotope stable ^{27}Al, et le radionucléide cosmogénique ^{26}Al ($T_{1/2}$ = 0,717 ± 0,017 Ma ; Samworth *et al.*, 1972 ; Granger, 2006). La relative abondance de cet élément dans l'ensemble des minéraux

constitutifs de lithosphère implique la nécessité de bien contraindre la concentration de l'isotope stable dans le seul minéral quartz. En effet, le taux de production du nucléide cosmogénique ^{26}Al est bien maîtrisé dans ce minéral et permet donc de pouvoir mesurer par spectrométrie de masse par accélérateur des rapports ^{26}Al/^{27}Al naturels justes, et d'aboutir à des déterminations de durées d'enfouissement correctes. En outre, si le minéral quartz constitutif de l'échantillon à analyser est riche en ^{27}Al, le rapport ^{26}Al/^{27}Al naturel associé pourra être trop proche de la limite de détection pour en permettre la détermination. Il convient donc de purifier minéralogiquement et chimiquement au maximum les échantillons, et de ne pas sélectionner des quartz potentiellement riches en aluminium (variétés fumée, prase et rose) pour les applications *in situ*.

L'aluminium-26 est principalement issu de la spallation du silicium-28 :

$$^{28}_{14}\mathrm{Si(n, 2n1p)}^{26}_{13}\mathrm{Al}$$

$$^{28}_{14}\mathrm{Si(p, 1n2p)}^{26}_{13}\mathrm{Al}$$

Il provient plus rarement de la capture de muons aux conditions SLHL, avec une contribution de 4,5 % environ (Heisinger *et al.*, 2002).

- Néon-21

Le néon, élément abondant dans l'atmosphère (18,2 ppm ; Eberhardt *et al.*, 1965), possède trois isotopes stables : le ^{20}Ne, le ^{21}Ne et le ^{22}Ne. Le ^{20}Ne est de loin le plus abondant (90,5 %). Ces trois isotopes sont produits par spallation à des taux similaires dans les minéraux impactés (Niedermann, 2002). Généralement, parce qu'il est très bien retenu dans le quartz ou les sanidines, c'est le néon-21 qui est utilisé pour les applications à des fins géochronologiques. . Le néon d'origine atmosphérique et celui d'origine cosmogénique sont tous deux présents dans tous les échantillons exposés. Cependant d'autres composantes d'origines mantellique et/ou crustale piégées dans les inclusions viennent s'y surimposer. Par ailleurs, d'autres réactions nucléaires impliquant l'oxygène, le fluor ou le magnésium peuvent également conduire à la production de néon dans les minéraux. Afin de déconvoluer la part des diverses composantes, un diagramme liant les trois isotopes à travers leurs droites de mélanges est utilisé (Figure 3-3). Classiquement, les contaminations résultent de circulations de fluides.

La production muonique est assez faible, de l'ordre de 3,6 % (Balco & Schuster, 2009) aux conditions SLHL.

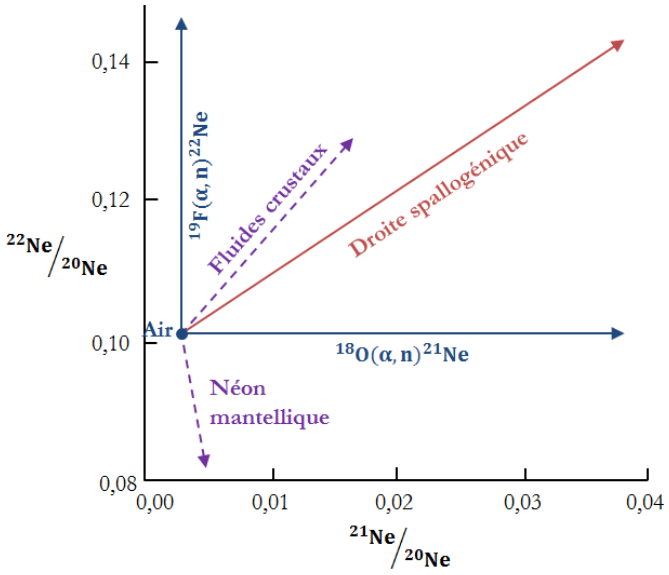


Figure 3-3 : Diagramme liant les trois isotopes du néon. La droite spallogénique donne les proportions du mélange entre l'atmosphère et le gaz enrichi en cosmogéniques. La pente de cette droite donne le rapport $^{22}Ne/^{21}Ne$, c'est-à-dire la production cosmogénique.

➢ Carbone-14

Le carbone possède deux isotopes stables, le ^{12}C et le ^{13}C, et le radionucléide cosmogénique ^{14}C ($T_{1/2}$ = 5730 ± 30 ans ; Lederer *et al.*, 1978). Les applications les plus connues du ^{14}C reposent sur l'incorporation de sa variété atmosphérique par les organismes. Néanmoins, des applications sur la variété *in situ* sont en développement depuis les travaux de Jull *et al.*, (1992). Dans le minéral quartz, le ^{14}C est lui aussi majoritairement produit par spallation (14% de production muonique SLHL) :

$$^{16}_{8}O(n, {}^{3}He)^{14}_{6}C$$

2- Taux de production et facteurs d'influence

Une surface ou un objet exposé au rayonnement cosmique accumule au sein des minéraux constitutifs des nucléides cosmogéniques produits *in situ*. Les concentrations ainsi accumulées s'expriment en at/g et représentent le nombre d'atomes mesuré dans un gramme de la fraction minérale cible pour l'échantillon considéré. Cette valeur dépend de la durée d'exposition au rayonnement, de l'intensité du rayonnement cosmique reçu par l'objet, du taux de dénudation moyen subi par cet objet (fonction de forçages externes), et enfin de la décroissance radioactive du nucléide mesuré si celui-ci est radioactif. Il apparaît donc que l'intensité du

rayonnement cosmique perçu par l'objet étudié à laquelle correspond un taux de production cosmogénique doit être convenablement contrainte pour pouvoir justement convertir la concentration mesurée en durée d'exposition au rayonnement cosmique de l'échantillon étudié. Ce taux de production représente le nombre d'atomes produits durant une année dans un gramme de la fraction minérale cible et s'exprime en atome/g/an (Lebatard & Bourlès, 2015).

Il dépend de plusieurs paramètres : l'intensité du rayonnement cosmique à la latitude et à l'altitude d'échantillonnage, la profondeur de l'échantillon par rapport à la surface, la densité des roches traversées, l'écrantage topographique ou encore l'enneigement et le recouvrement par la glace.

Pour un taux de dénudation constant $\varepsilon(t) = \varepsilon$ et une intensité du rayonnement cosmique constante P(z,t) = P(z) :

$$N(z,t) = N(z,0)e^{-\lambda t} + \frac{P(0,t)}{\lambda + \mu\varepsilon}e^{-\mu z}(1 - e^{-(\lambda+\mu z)t})$$

Avec N(z,t) = nombre d'atomes par gramme, à la profondeur z, après une durée d'exposition t ; N(z,0) = nombre initial d'atomes par gramme à la profondeur z ; P(0,t) = taux de production à la surface dans la cible (at/g/an) ; λ = constante de désintégration (an^{-1}) ; ε = taux de dénudation (cm/an) ; $\mu = \rho/\Lambda$ coefficient d'absorption (cm^{-1}).

Il est possible de simplifier cette équation de production selon quelques cas de figures extrêmes :

- Si ε = 0 cm/an alors l'équation devient : $N(t) = N(0)e^{-\lambda t} + \frac{P(0)}{\lambda}(1 - e^{-\lambda t})$
- Si la dénudation est non nulle, et la durée d'exposition considérée est longue ($t \gg \frac{1}{\lambda+\mu\varepsilon}$), l'équation devient : $N(t) = \frac{P(0)}{\lambda+\mu\varepsilon}$

2.1- Influence de la profondeur de l'échantillon et de la densité des roches traversées

La production *in situ* est limitée à la sub-surface en raison de l'efficacité avec laquelle la matière dense de la croûte terrestre absorbe l'énergie des particules impactantes (Figure 3-4). La production des nucléides cosmogéniques décroît exponentiellement avec la profondeur (Lal, 1991), tel que :

$$P(z) = P_0 e^{(-\frac{z\rho}{\Lambda})}$$

Le taux de production des nucléides dépend donc de la profondeur (z en at/g/an), de la densité du matériel (ϱ en g/cm^3) sus-jacent et de la longueur d'atténuation des neutrons et des muons (Λ en g/cm^2).

Les nucléides cosmogéniques accumulés dans les trois premiers mètres sous la surface sont essentiellement d'origine neutronique (droite « spallation » sur la Figure 3-4). Au-delà de trois mètres de profondeur, une faible quantité de nucléides est produite via la capture de muons. Cela s'explique par la différence de longueur d'atténuation des neutrons et des muons : 150 g/cm^2 pour les neutrons, 1 500 g/cm^2 pour les muons négatifs et 4 320 g/cm^2 pour les muons rapides (Braucher *et al.*, 2003). Ainsi, à une profondeur de trois mètres, la production de ^{10}Be muonique dépasse la production spallogénique. À plus grande profondeur, seules les réactions muoniques produisent des nucléides cosmogéniques, mais en quantité relativement faible. Qui plus est, le flux de particules cosmiques a la particularité d'être également variable dans le temps et dans l'espace (Gosse & Phillips, 2001).

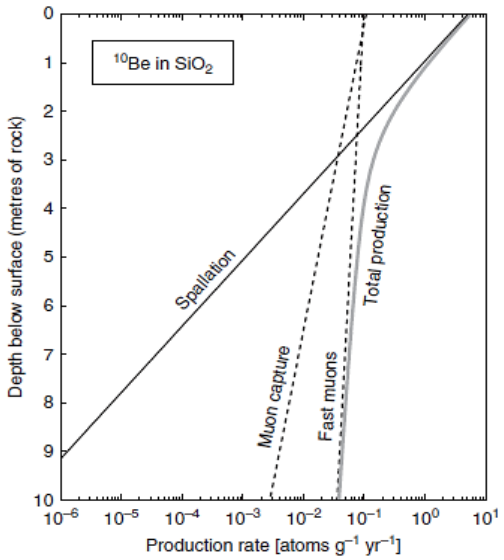


Figure 3-4 : Taux de production du ^{10}Be en fonction de la profondeur par spallation ou par capture des muons (Heisinger *et al.*, 2002a et b). Les calculs sont effectués en utilisant une roche de densité 2,7 g.cm^{-3}, d'après Braucher *et al.* (2003, 2011).

En prenant en compte toutes les particules participant à la production totale, et moyennant la connaissance de leurs contributions relatives, la concentration en nucléide cosmogénique d'un échantillon s'exprime comme suit (Braucher *el al.*, 2003) :

$$C(x,\varepsilon,t) = C(x,0).e^{-\lambda t} + \frac{P_n.e^{\frac{-x}{\Lambda_n}}.\left(1-e^{-\left(\lambda+\frac{\varepsilon}{\Lambda_n}\right)t}\right)}{\frac{\varepsilon}{\Lambda_n}+\lambda} + \frac{P_{\mu sl}.e^{\frac{-x}{\Lambda_{\mu sl}}}.\left(1-e^{-\left(\lambda+\frac{\varepsilon}{\Lambda_{\mu sl}}\right)t}\right)}{\frac{\varepsilon}{\Lambda_{\mu sl}}+\lambda} + \frac{P_{\mu ft}.e^{\frac{-x}{\Lambda_{\mu ft}}}.\left(1-e^{-\left(\lambda+\frac{\varepsilon}{\Lambda_{\mu ft}}\right)t}\right)}{\frac{\varepsilon}{\Lambda_{\mu ft}}+\lambda}$$

Avec P_n, taux de production par spallation liée aux neutrons ; $P_{\mu sl}$ et $P_{\mu ft}$, les taux de production liés aux muons lents et rapides ; Λ_n, la longueur d'atténuation des neutrons, et $\Lambda_{\mu sl}$ et $\Lambda_{\mu ft}$, les longueurs d'atténuation des muons lents et rapides, respectivement.

2.2- Influence en fonction du lieu étudié : effets de la latitude, de l'altitude et de l'écrantage topographique

Les particules du rayonnement cosmique primaire chargées électriquement sont sensibles aux champs électromagnétiques et sont donc déviées sous l'action de la force de Lorentz lorsqu'elles interagissent avec les lignes du champ magnétique terrestre (Bourlès, 2008). Cette force étant inversement proportionnelle à l'intensité du champ géomagnétique qui est maximal à l'Équateur et minimal aux pôles, le flux de particules cosmiques est minimal à l'Équateur et croît régulièrement vers les pôles avant de se stabiliser entre 50° et 90° de latitude (Figure 3-5). Le taux de production des nucléides cosmogéniques produits *in-situ* dépend donc de la latitude.

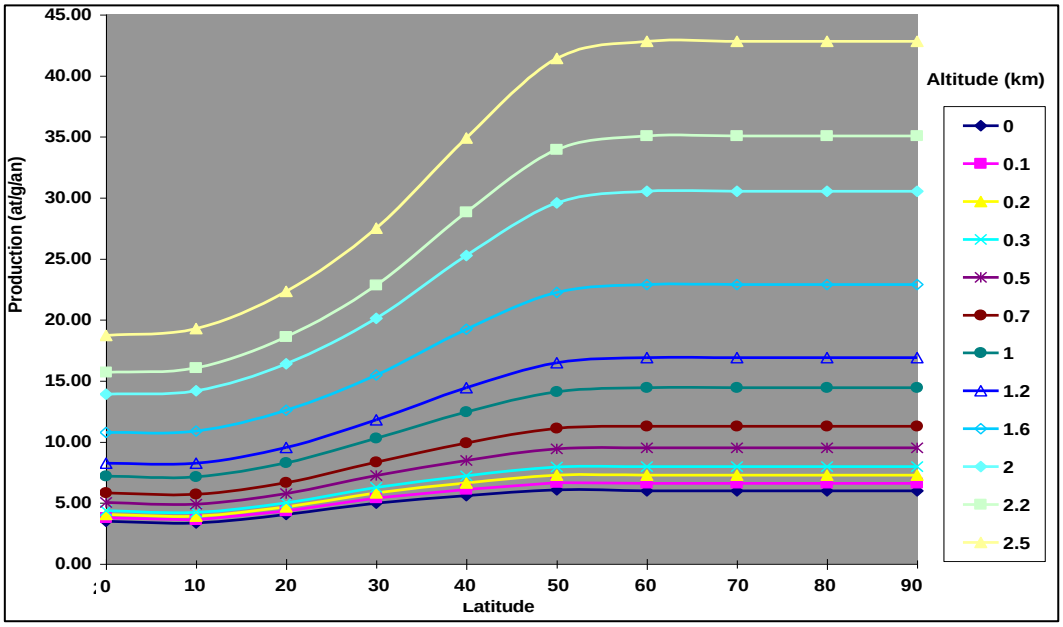


Figure 3-5 : Graphique présentant l'évolution de la production de nucléides cosmogéniques *in situ* en fonction de la latitude et de l'altitude (Braucher, comm. pers). Les rayons cosmiques ont une plus grande longueur d'atténuation à l'Équateur (150 g/cm²) qu'aux pôles (130 g/cm²). De l'Équateur vers les pôles, de plus en plus de particules cosmiques ayant une rigidité de plus en plus faible peuvent parvenir au sommet de l'atmosphère. Le taux de production augmente donc avec la latitude et l'altitude. Ainsi, elle est faible au niveau de l'Équateur et augmente jusqu'à environ 50° de latitude avant de se stabiliser. La production augmente également avec l'altitude.

Par ailleurs, les particules du rayonnement cosmique dissipent efficacement leur énergie dans l'atmosphère. Ainsi, plus l'épaisseur d'atmosphère traversée est importante, plus le nombre de particules disposant de l'énergie nécessaire pour initier une réaction nucléaire dans les surfaces rocheuses est faible. Par conséquent, le taux de production des nucléides cosmogéniques *in situ* est significativement inférieur sur les surfaces rocheuses situées au niveau de la mer que sur celles situées à haute altitude (Figure 3-5. À titre d'exemple, à 19 km d'altitude seuls 37% des protons primaires subsistent, à 12 km d'altitude il n'en reste que 5%, et seuls 0,00003% d'entre eux atteignent la surface. Seulement 0,1% des particules secondaires atteignent la surface avec suffisamment d'énergie pour induire des réactions nucléaires.

Le taux de production varie de manière exponentielle avec l'altitude selon la formule :

$$P(h) = P(0)e^{\left[\frac{-(J(h)-J(0))}{\Lambda}\right]}$$

Avec $P(h)$,le taux de production à l'altitude h ; $P(0)$, le taux de production au niveau de la mer (at/g/an) ; $J(h)$, la pression atmosphérique à l'altitude h ; $J(0)$, la pression atmosphérique au niveau de la mer (g/cm²) ; et ; Λ = 150 g/cm², la longueur d'atténuation. Pour des altitudes moyennes, J augmente d'un facteur ~2,2 par km d'altitude.

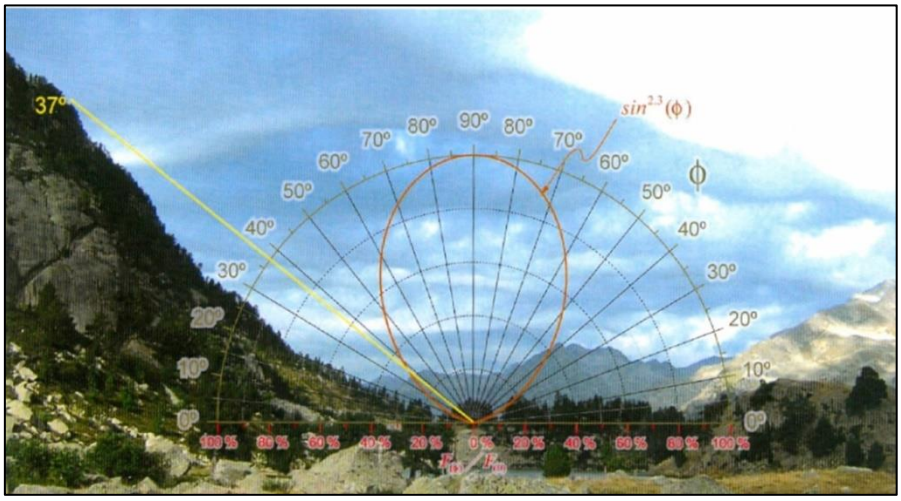


Figure 3-6 : Relation entre le taux de production et l'écrantage topographique (Rodes Bolumburu, 2008). Dans l'exemple, le versant bloque le flux secondaire d'un angle de 37°, diminuant ainsi d'environ 30% le taux de production local.

Par ailleurs, si la surface est plate et qu'il n'y a pas d'obstacle obstruant le rayonnement cosmique sur l'horizon, le bombardement par les particules cosmiques sera optimal car s'effectuant sur 2π stéradian (Gosse & Phillips, 2001). Néanmoins, si un échantillon est dans une

configuration telle qu'une fraction du rayonnement cosmique est obstruée par un obstacle topographique ou qu'il se trouve sur une pente, l'écrantage topographique induit doit être mesuré afin de de corriger les taux de production au lieu de l'échantillonnage de l'effet de site. L'écrantage topographique est alors déterminé en mesurant l'angle entre l'horizon et l'horizontale ainsi que l'orientation à l'aide d'un clinomètre et d'une boussole. Un facteur topographique, f_{topo}, est ainsi établi, sa valeur étant comprise entre 0 (écrantage total) et 1 (aucun écrantage). Il est à noter que les pentes inférieures à 30° entravent de moins de 5% le bombardement par le rayonnement cosmique (Figure 3-6 ; Rodés Bolumburu, 2008), et qu'un masque sur l'horizon inférieur à 20° est négligeable. En revanche, tout masque sur l'horizon supérieur à 20° est susceptible d'influencer le taux de production local.

Enfin, se situant à haute altitude, les bassins versants étudiés au cours de ce travail n'ont pas toujours été exposés de manière directe au rayonnement cosmique incident. En effet, ces surfaces ont pu être soumises de manière plus ou moins prolongée à un écrantage nival ou bien par un glacier. Cet enfouissement transitoire inconnu va avoir pour conséquence une réduction plus ou moins significative du flux de rayonnement cosmique parvenant à impacter la surface, et donc du taux de production en cosmonucléides *in situ* (Figure 3-7).

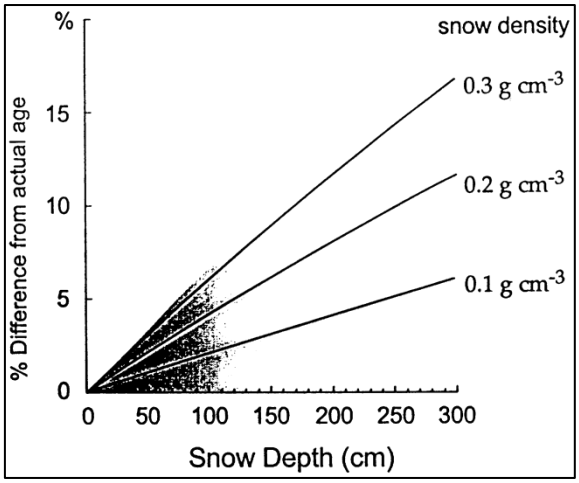


Figure 3-7 : Influence de l'écrantage nival sur le taux de production de ^{10}Be (Gosse & Phillips, 2001). Un manteau neigeux d'un mètre d'épaisseur présent durant 4 mois peut perturber le taux de production local d'environ 5%.

Il est à noter que les effets sont similaires en cas de présence de végétation luxuriante, de tourbe, de sols particulièrement développés ou de dépôts superficiels variés (cendres, lœss, etc). Les taux de production actualisés sont donnés à titre indicatif (Figure 3-8).

Nucléide	Taux de production spallogénique SLHL (at/g)	Références
^{10}Be	3,94±0,20 (*)	Heyman (2014)
^{14}C	17±xx	Dugan *et al.* (2008)
^{21}Ne	18,4 à 20	Niedermann (2000) ; Balco & Schuster (2009) ; Goethals *et al.* (2009)
^{26}Al	26,46±0,97	Balco *et al.* (2008)

Figure 3-8 : Taux de production des nucléides cosmogéniques utilisés au cours de ce travail. (*) : Ces taux de production sont une moyenne pondérée des taux de production récemment calibrés dans l'hémisphère nord (nord-est de l'Amérique du Nord : Balco *et al.*, 2009 ; nord de la Norvège : Fenton *et al.*,2011 ; sud de la Norvège : Goehring *et al.*, 2012 ; Groenland : Briner *et al.*, 2012).

3- Âges d'enfouissement cosmogéniques

3.1- Principe

Connaissant le taux de production d'un nucléide cosmogénique et sa période de décroissance radioactive lorsqu'il est radiogénique (cas du ^{10}Be, du ^{14}C et du ^{26}Al), la concentration de cet élément accumulée dans une roche donnée permet d'accéder à la durée d'exposition au rayonnement cosmique du claste analysé (Figure 3-9).

Cependant, l'historique d'un échantillon peut être complexe, des modifications environnementales pouvant induire l'enfouissement de surfaces préalablement sous régime érosif. Dans certaines conditions, l'utilisation conjointe du ^{10}Be et de l'^{26}Al peut permettre de le préciser. Du fait de leurs périodes de désintégrations radioactives respectives, ^{26}Al ($T_{1/2}$ = 0,717 ± 0,017 Ma ; Samworth *et al.*, 1972 ; Granger, 2006) et ^{10}Be ($T_{1/2}$ = 1,387 ± 0,012 Ma ; Chmeleff *et al.*, 2010 ; Korchinek *et al*, 2009, 2010), ces nucléides cosmogéniques sont en effet particulièrement intéressants car ils permettent d'appréhender des gammes temporelles autrement difficiles à investiguer. Lors de l'enfouissement des substrats étudiés, et en supposant que l'épaisseur des couches sus-jacentes ait été suffisante pour bloquer le passage des particules issues du rayonnement cosmique, la production *in situ* liée aux réactions nucléaires induites par ces dernières et les pertes dues à la dénudation subaérienne s'arrêtent. En deçà d'une profondeur limite, seules subsistent donc les pertes dues aux décroissances radioactives qui impliquent une décroissance en fonction du temps à la fois du rapport ^{26}Al/^{10}Be du fait de la décroissance

radioactive environ 2 fois plus rapide de l'^{26}Al relativement au ^{10}Be et des concentrations en ^{10}Be, et ce selon des périodes de décroissances radioactives apparentes et réelles bien contraintes :

$$^{10}\mathrm{Be}(t) = {}^{10}\mathrm{Be}(0) \times e^{-\lambda_{10} t} \text{ et } {}^{26}\mathrm{Al}(t) = {}^{26}\mathrm{Al}(0) \times e^{-\lambda_{26} t}$$

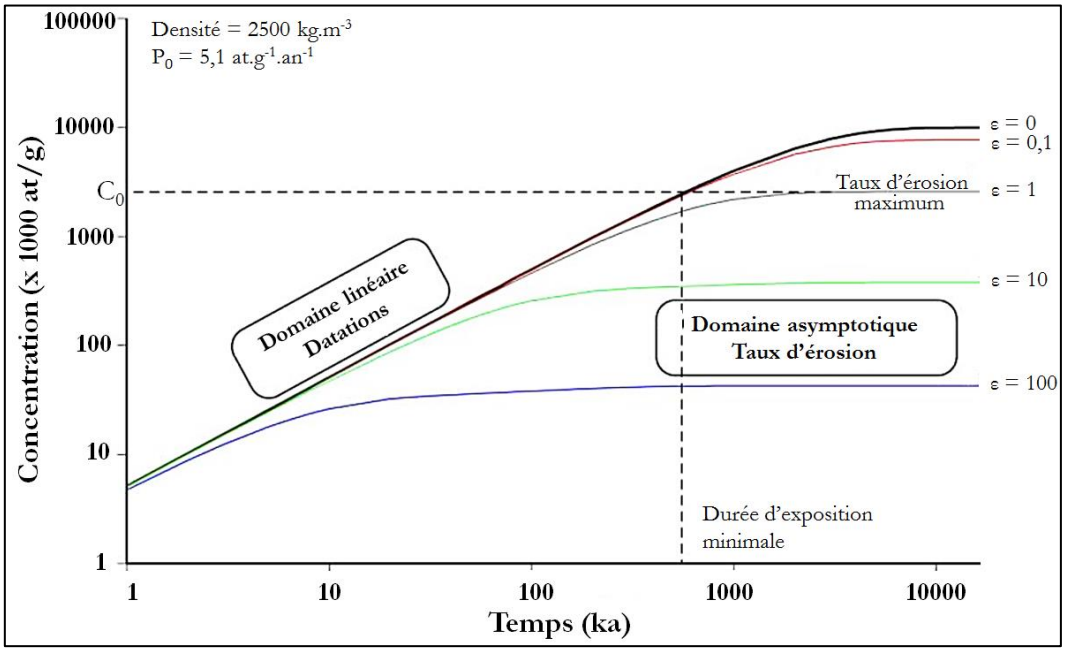


Figure 3-9 : Accumulation du ^{10}Be au cours du temps, avec [^{10}Be] = f(C_0, taux production, taux de dénudation, profondeur, temps). La concentration en ^{10}Be atteint un niveau d'équilibre entre les gains par production et les pertes par dénudation et décroissance radioactive d'autant plus rapidement que les processus de dénudation sont actifs. L'hypothèse d'un taux de dénudation nul implique le calcul de durées d'exposition ^{10}Be minimales. L'hypothèse d'un temps d'exposition infini implique le calcul de taux de dénudation maximaux.

Dès lors qu'il est possible de mesurer le rapport ^{26}Al/^{10}Be et la concentration absolue en ^{10}Be dans les grains de quartz échantillonnés, on peut déterminer, connaissant le rapport de production ^{26}Al/^{10}Be initial qui est celui actuellement mesuré dans la fraction minérale quartzeuse de roches exposées en surface, le temps depuis lequel ce sédiment a été suffisamment enfoui pour être protégé des effets du rayonnement cosmique. L'évolution temporelle du rapport ^{26}Al/^{10}Be en fonction de l'évolution temporelle de la concentration en ^{10}Be pour un échantillon qui a été exposé en surface à l'état stationnaire puis enfoui peut être représentée dans un diagramme ^{26}Al/^{10}Be *vs.* ^{10}Be (Figure 3-10) (Klein *et al.*, 1986). Un sédiment qui n'a pas été enfoui se trouve dans l'îlot des états stationnaires, entre les courbes de dénudation nulle (courbe supérieure) et d'exposition infinie (courbe inférieure) (Lal, 1991). La forme des courbes résulte de la différence entre la demi-vie du ^{26}Al et du ^{10}Be. En effet, ^{26}Al se désintègre plus rapidement que ^{10}Be et le

rapport $^{26}Al/^{10}Be$ ne peut être supérieur au rapport des taux de production, d'où la présence d'une "zone interdite" se situant au-dessus de la courbe supérieure de l'îlot des états stationnaires.

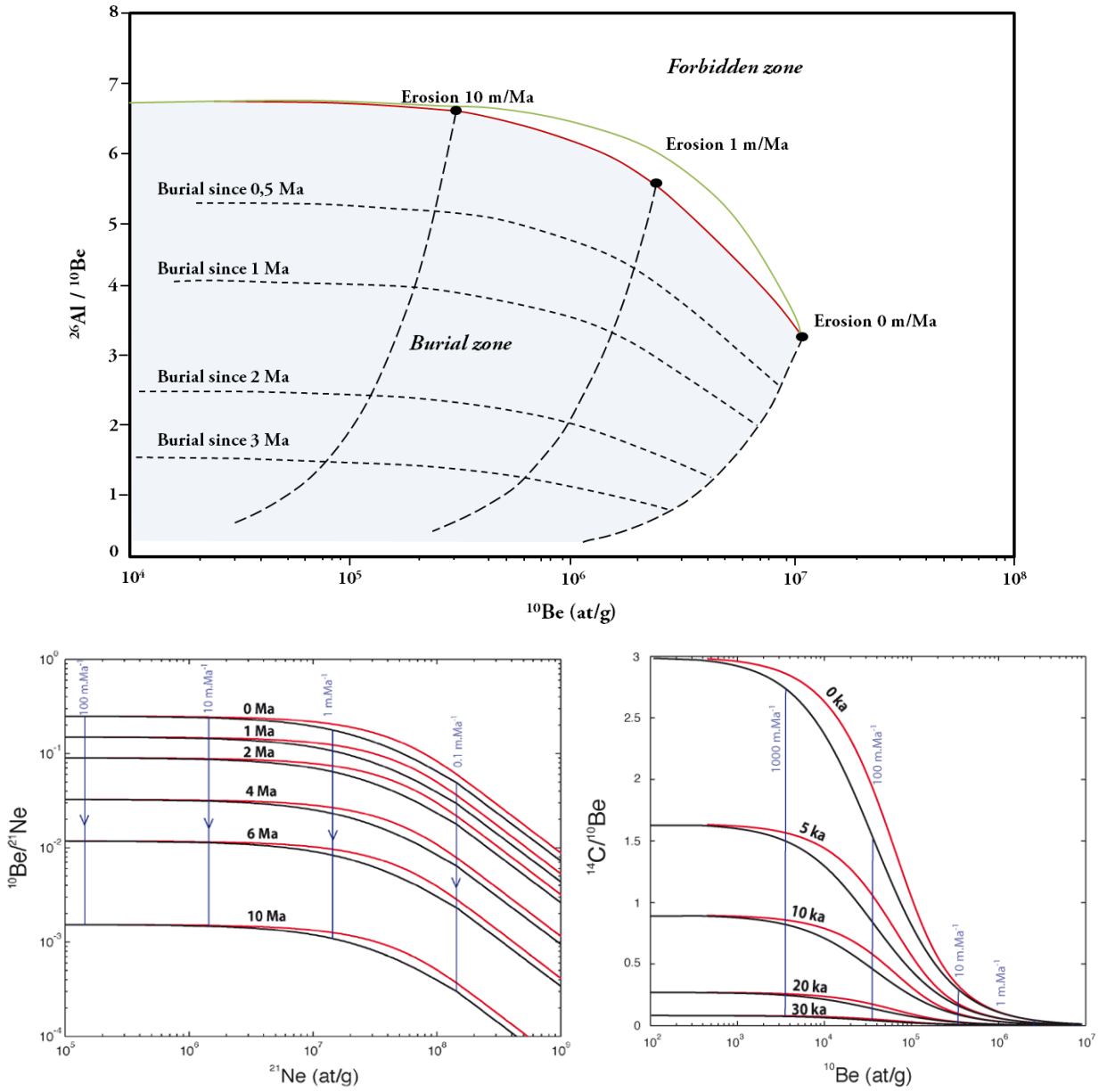


Figure 3-10 : Diagrammes « bananes » pour les couples $^{26}Al/^{10}Be$, $^{10}Be/^{21}Ne$ (fig. P.-H Blard) et $^{14}C/^{10}Be$ (fig. P.-H Blard). Si les valeurs caractéristiques des échantillons se situent sur la courbe supérieure délimitant l'îlot des états stationnaires, cela signifie que les concentrations en nucléides cosmogéniques ont été acquises au cours d'une phase d'exposition unique dans les conditions d'un taux de dénudation nul. Dans ce cas, la méthode peut être utilisée comme un outil de datation et une durée minimale d'exposition peut être déterminée. Si les valeurs caractéristiques des échantillons appartiennent au domaine de l'îlot des états stationnaires, cela signifie que les concentrations en nucléides cosmogéniques ont été acquises au cours d'une phase d'exposition unique et continue sous un régime érosif caractérisé par son taux de

dénudation. Si les valeurs caractéristiques des échantillons se situent sur la courbe inférieure délimitant l'îlot des états stationnaires, cela signifie que les concentrations en nucléides cosmogéniques ont été acquises au cours d'une phase d'exposition d'une durée considérée comme infinie sous un régime érosif caractérisé par un taux de dénudation. Les concentrations obtenues sont alors interprétables en termes de taux de dénudation maximum. Enfin, si les valeurs caractéristiques des échantillons se situent en-deçà de la courbe inférieure, cela signifie que l'échantillon étudié a subi une période d'enfouissement dont la durée est donnée par l'évolution conjointe des concentrations et de leur rapport.

L'équation générale, en utilisant le rapport $^{26}Al/^{10}Be = R_{AB}$, fonction du temps t, de la profondeur x et du taux de dénudation de la surface ε, devient :

$$R_{AB}(x, \varepsilon, t) = \frac{C_A(x, \varepsilon, t)}{C_B(x, \varepsilon, t)} = R_{AB}(0).\, e^{-t(\lambda_A - \lambda_B)}$$

Avec λ_A et λ_B les constantes de désintégration radioactive respective de l'^{26}Al et du ^{10}Be.

La durée d'enfouissement t s'exprime donc :

$$t = \frac{-\ln\left(\frac{R_{AB}(t)}{R_{AB}(0)}\right)}{(\lambda_A - \lambda_B)}$$

3.2- Mise en évidence d'histoires complexes

Dans le cadre de ces travaux, on considère des sédiments détritiques allogènes piégés au sein de cavités. La teneur en nucléide mesurée est supposée avoir été acquise à l'air libre, c'est-à-dire à l'extérieur du karst. Ainsi, le ratio $^{26}Al/^{10}Be$ mesuré sur un échantillon cible (galets, graviers, sables) permet de quantifier le temps de résidence de cet échantillon dans le karst, à la fois à l'abri du rayonnement cosmique mais également de la dénudation extérieure. Néanmoins, il n'est pas exclu que le sédiment pénétrant dans les cavités ait connu une histoire préalable particulière (*e.g.*. Fujioka et al., 2009 ; Granger *et al.*, 1997 ; Matmon *et al.*, 2012), impactant le rapport initial théorique considéré. Ce type de rapports anormaux pourrait s'expliquer par des constructions anthropiques (Granger *et al.*, 1997), des grains provenant d'un transport éolien lointain (Fujioka *et al.*, 2009) ou bien encore des matériaux exhumés dans le bassin versant (Hu *et al.*, 2011). Un cas non évoqué dans la littérature peut être la présence de formations conglomératiques ayant pu subir des épisodes d'enfouissement – remontée vers la surface du fait du contexte tectonique. Il convient donc de déterminer l'héritage potentiel du matériau par le prélèvement d'analogues actuels dans les lits de rivières, en supposant que ces sédiments soient représentatifs des paléo-bassins versants considérés (concordance pétrographique entre autres).

L'utilisation de différents couples de nucléides cosmogéniques ayant des périodes de décroissance radioactives différentes va notamment permettre de mettre en évidence des histoires d'exposition complexes, caractérisées par une ou plusieurs phases d'enfouissement. Les auteurs (Granger & Muzikar, 2001 ; Dunaï, 2010) distinguent plusieurs cas particuliers :

- Un cas idéal avec des quartz exposés aux rayonnements sur l'ensemble de leurs sections, pendant le même temps, par le même rayon cosmique puis enfouis assez profondément pour ne plus être affectés par les rayonnements. Ce cas décrit dans la partie précédente se traduit alors par la détermination d'une durée d'enfouissement maximale (Balco & Rovey II, 2010) ;
- Un cas plus complexe avec production de nucléides après enfouissement. Des différences sont mises en évidence selon la constance de la profondeur d'enfouissement ou du taux de dénudation. En effet, si l'échantillon n'est pas enfouit suffisamment profondément, la production muonique doit alors être prise en compte. Par ailleurs, le sédiment peut avoir été plus ou moins ramené vers la surface et ré-enfoui, induisant alors un épisode d'augmentation des concentrations en nucléides cosmogéniques. Les concentrations mesurées dans l'échantillon analysé dans l'actuel conduiront donc à une durée d'enfouissement inférieure à la durée d'enfouissement effective du dépôt. Ce cas peut également se traduire par une discordance entre les durées d'enfouissement déterminées par $^{26}Al/^{10}Be$ et $^{10}Be/^{21}Ne$, en raison du caractère stable du ^{21}Ne quand les concentrations en ^{10}Be et en ^{26}Al vont décroître par décroissance radioactive.

3.3- Méthode isochrone

Une autre technique pour déterminer la durée d'enfouissement d'un dépôt consiste à mesurer les teneurs en nucléides cosmogéniques de plusieurs clastes y appartenant. La durée d'enfouissement de chaque claste peut ainsi être déterminée séparément, et permettre de déceler des histoires propres à chacun. Mais il est également possible de reporter les concentrations des clastes analysés dans un diagramme C_{26} en fonction de C_{10} (respectivement, les concentrations en ^{26}Al et en ^{10}Be) et d'observer une éventuelle tendance se dégager (Figure 3-11 ; Balco & Rovey II, 2008). Cette méthode, calibrée sur des paléosols, repose sur le tracé d'une isochrone. Elle permet de réduire la sensibilité de la durée d'enfouissement au rapport initial $^{26}Al/^{10}Be$. La Figure 3-10 montre que l'isochrone du rapport est une courbe du fait des taux de production et des demi-vies différentes des nucléides d'intérêt. Mais la « pente » est potentiellement mieux définie en considérant plusieurs échantillons à plusieurs profondeurs sur un même profil (Balco & Rovey II, 2008).

Avant que le sédiment ne soit enfoui, il est exposé dans le bassin versant durant un temps t au cours duquel il va accumuler une certaine concentration en nucléides cosmogéniques, constituant une concentration héritée. Dans ce cas, la concentration en nucléide mesurée s'exprime comme telle :

$$C_{CRN,m} = \left[C_{CRN,inh} + P_{CRN}(0)t_e e^{-\frac{Z}{\Lambda}}\right] e^{-t_b \lambda_{CRN}}$$

Avec $C_{CRN,m}$, les concentrations mesurées aussi bien en ^{10}Be qu'en ^{26}Al (en at/g) ; $C_{CRN,inh}$, les concentrations héritées (at/g) ; $P_{CRN}(0)$, le taux de production du nucléide en surface ; t_e, le temps d'exposition avant enfouissement (années) ; t_b, la durée d'enfouissement (années) ; et Z, la profondeur (g/cm^3). Cependant, il importe de noter que cette équation considère : (i) la dénudation comme étant nulle ; (ii) une durée d'exposition suffisamment courte pour que les pertes par décroissance radioactive soient négligeables ; (iii) une post-production inexistante ; et surtout, (iv) une production muonique des nucléides cosmogéniques négligeable dans le bassin versant. Ce sont donc des hypothèses fortes.

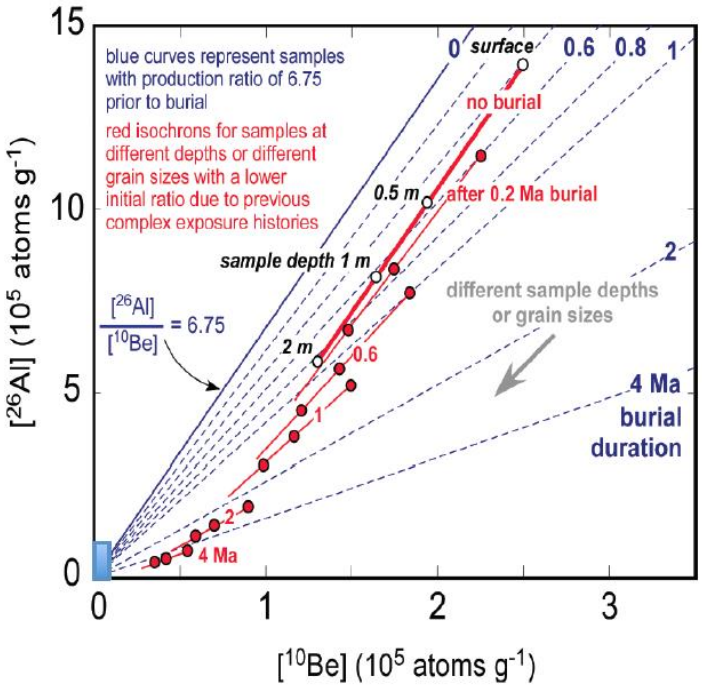


Figure 3-11 : Graphique isochrone utilisé pour la détermination de durées d'enfouissement (d'après Balco & Rovey II, 2008). Les points représentent des échantillons hypothétiques prélevés à différentes profondeurs dans un même profil sédimentaire. Ces points vont définir une droite, dont la pente dépend du rapport $^{26}Al/^{10}Be$ pour l'ensemble de la coupe sédimentaire. C'est ce rapport qui va ensuite être utilisé pour calculer la durée d'enfouissement. Les lignes les plus épaisses et les points signalent les changements de pente accompagnant l'accroissement de la

durée d'enfouissement pour les données hypothétiques. La ligne pleine bleue correspond à une surface exposée, tandis que les lignes pointillées bleues représentent les isochrones.

Pour s'affranchir de la profondeur de l'échantillon, le terme la contenant est isolé et exprimé en fonction de constantes indépendantes, ou bien des profondeurs d'échantillonnage effectives, quelle que soit la profondeur z.

$$e^{-\frac{z}{\Lambda}} = \frac{e^{t_b \lambda_{10}} C_{10,m} - C_{10,inh}}{P_{10}(0) t_e}$$

Ce qui donne par substitution :

$$\forall z, C_{26,m} = R_{init} e^{-t_b(\lambda_{26}-\lambda_{10})} C_{10,m} + \left[e^{t_b \lambda_{26}} C_{26,inh} - R_{init} e^{t_b \lambda_{26}} C_{10,inh}\right]$$

Une relation linéaire entre les concentrations en ^{10}Be et ^{26}Al est ainsi obtenue, valable quelle que soit la profondeur. La pente de cette relation est $R_{init} e^{-t_b(\lambda_{26}-\lambda_{10})}$, et son ordonnée à l'origine a pour coordonnées $(C_{10,inh} e^{-t_b \lambda_{10}}, C_{26,inh} e^{-t_b \lambda_{26}})$. La pente dépend donc exclusivement de la durée d'exposition.

Balco *et al.* (2013) ont appliqué cette méthode sur plusieurs galets prélevés dans la même strate sédimentaire, en supposant que les clastes provenaient probablement de divers points du bassin versant, et avaient donc une histoire distincte, avant d'être enfouis ensemble. De ce fait, chaque claste à une concentration en nucléides cosmogéniques qui lui est propre. Néanmoins, ils considèrent que les galets proviennent du même bassin versant, donc devraient avoir le même rapport initial ^{26}Al/^{10}Be, et qu'ils ont tous subi la même durée d'enfouissement. Ainsi, ils devraient tous avoir le même rapport ^{26}Al/^{10}Be malgré leurs concentrations en nucléides distinctes, s'alignant donc sur une isochrone dont la pente fournira t_b.

Cette méthode peut donc se révéler puissante dans le cas où un nombre suffisant de galets est prélevé, car elle permet potentiellement de distinguer des galets ayant eu des histoires d'enfouissement distinctes (on remet donc en question le postulat de base).

3.4- Gammes temporelles

La gamme temporelle qui peut être investiguée en utilisant cette méthode de datation par durée enfouissement s'étend depuis environ 100.000 ans, limite inférieure essentiellement induite par la nécessité de mettre en évidence une décroissance radioactive significative étant donné les incertitudes expérimentales, jusqu'à 5,5 Ma, limite supérieure imposée par la sensibilité de la technique de détection des nucléides cosmogéniques, la Spectrométrie de masse par accélérateur

(SMA). C'est pour passer outre ces limites que le ^{21}Ne et le ^{14}C ont été combinés au ^{10}Be. Le couple ^{10}Be – ^{21}Ne permet de couvrir théoriquement une période de 1 à 18 Ma avec une incertitude supérieure ou égale à 0,5 Ma (Figure 3-12), et le couple ^{10}Be – ^{14}C une période de 1 à 50 ka avec une incertitude supérieure ou égale à 1 ka (Figure 3-12).

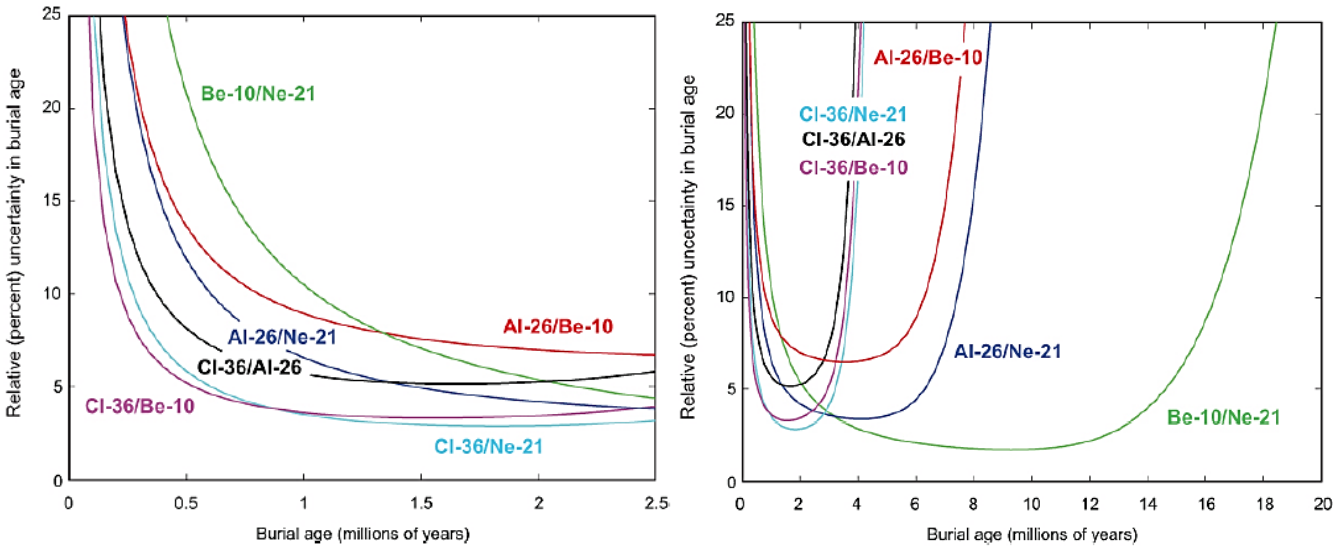


Figure 3-12 : Incertitudes relatives des différents chronomètres en fonction de la durée d'enfouissement (Balco & Schuster, 2009), pour la limite inférieure (à gauche) et pour la limite supérieure (à droite).

Ce sont les demi-vies qui limitent les durées d'enfouissements maximales atteignables. Les durées limites vont également dépendre de la concentration des nucléides et de la précision des mesures. Le cumul des incertitudes sur les mesures des concentrations ainsi que les approximations sur les demi-vies peut engendrer des incertitudes conséquentes sur les durées déterminées.

4- Paléotaux de dénudation

4.1- Principe théorique

À un endroit donné dans un bassin versant, la concentration en nucléides cosmogéniques (at/g) pour une surface à l'état stationnaire, est donnée par l'équation suivante (Lal, 1991) :

$$\varepsilon = \frac{1}{C_{dénud}} \cdot \left(\frac{P_n}{\frac{\rho}{\Lambda_n}} + \frac{P_{sm}}{\frac{\rho}{\Lambda_{sm}}} + \frac{P_{fm}}{\frac{\rho}{\Lambda_{fm}}} \right)$$

Avec ε (cm/an) désignant le taux de dénudation. P_n, P_{sm} et P_{fm} désignent respectivement les taux de production en surface (at/g/an) des neutrons rapides, des muons lents et des muons rapides. Λ_n, Λ_{sm} et Λ_{fm} (g/cm²) sont respectivement les longueurs d'atténuation des réactions de spallation, de capture par les muons lents, et de capture par les muons rapide. P fait référence à la densité de la roche (2,7 g/cm^3 pour le socle). Cette équation est valable seulement dans le cas où $t >> 1/(\lambda+\varepsilon\rho/\Lambda)$ avec λ (a^{-1}), c'est-à-dire si le temps d'exposition en surface est suffisamment long pour avoir atteint l'état stationnaire et pouvoir négliger la composante héritée (von Blanckenburg, 2005). Déterminer le taux de dénudation moyen ε du bassin versant devient alors possible en mesurant la concentration en nucléide cosmogénique $C_{dénud}$ dans les sables de rivières.

4.2- Quelle granulométrie adopter et quelle influence sur les concentrations déterminées ?

Les sables semblent être des candidats idéaux afin de déterminer un paléotaux de dénudation représentatif du bassin versant. En effet, le brassage des provenances est assuré, avec des proportions représentatives des contributions de chaque zone du bassin versant. En outre, les événements stochastiques inhérents à une chaîne de montagnes sont dilués parmi le signal enregistré. Néanmoins, les sables peuvent avoir subi plusieurs cycles d'enfouissement-exposition (Figure 3-13), ce qui peut affecter significativement les concentrations en nucléides cosmogéniques. Une autre difficulté plus conséquente est celle liée à la détermination des caractéristiques du paléo-bassin versant. En effet, sa paléoaltitude moyenne demeure bien souvent inconnue, or il s'agit d'une donnée essentielle pour la détermination du taux de production moyen et elle peut avoir significativement évoluée dans un bassin versant montagneux, y compris localement. En outre, les apports par chaque tributaire peuvent avoir variés au cours du temps et les réseaux de drainage peuvent avoir évolués (captures). Il convient donc d'essayer d'accéder à ce type d'informations géomorphologiques ou de s'appuyer sur des études existantes lorsque cela est possible. Enfin, une autre difficulté mentionnée notamment par Puchol (2013) est la répartition des lithologies dans le bassin versant.

La prise en compte de tous ces paramètres induit l'équation suivante, extraite de Puchol (2013) :

$$C_{tot} = C_{récent} + \sum_i \left[\frac{\overline{P_i}}{\rho \frac{\overline{\varepsilon}}{\Lambda_i}} . e^{-\lambda t} + \frac{(P_{enf})_i}{\lambda - A\frac{\rho_s}{\Lambda_i}} . \left(e^{-tA\frac{\rho_s}{\Lambda_i}} - e^{-\lambda t} \right) \right]$$

avec i prenant en compte les différents mécanismes de production ; $\overline{P_i}$ (at/g/an), les taux de production induits par ces mécanismes, moyennés sur le bassin versant ; $\bar{\varepsilon}$ (cm/an), le paléotaux de dénudation moyen enregistré pour le paléo-bassin versant ; $(P_{enf})_i$ (at/g/an), le taux de production de surface au point de dépôt ; A (cm/an), le taux d'accumulation au moment du dépôt ; ρ et ρ_s (g/cm^3), les masses volumiques, respectivement, de la roche mère et du sédiment déposé ; λ (an^{-1}), la constante de désintégration de l'isotope considéré ; et, Λ_i (g/cm^2), les longueurs d'atténuation des différents mécanismes considérés.

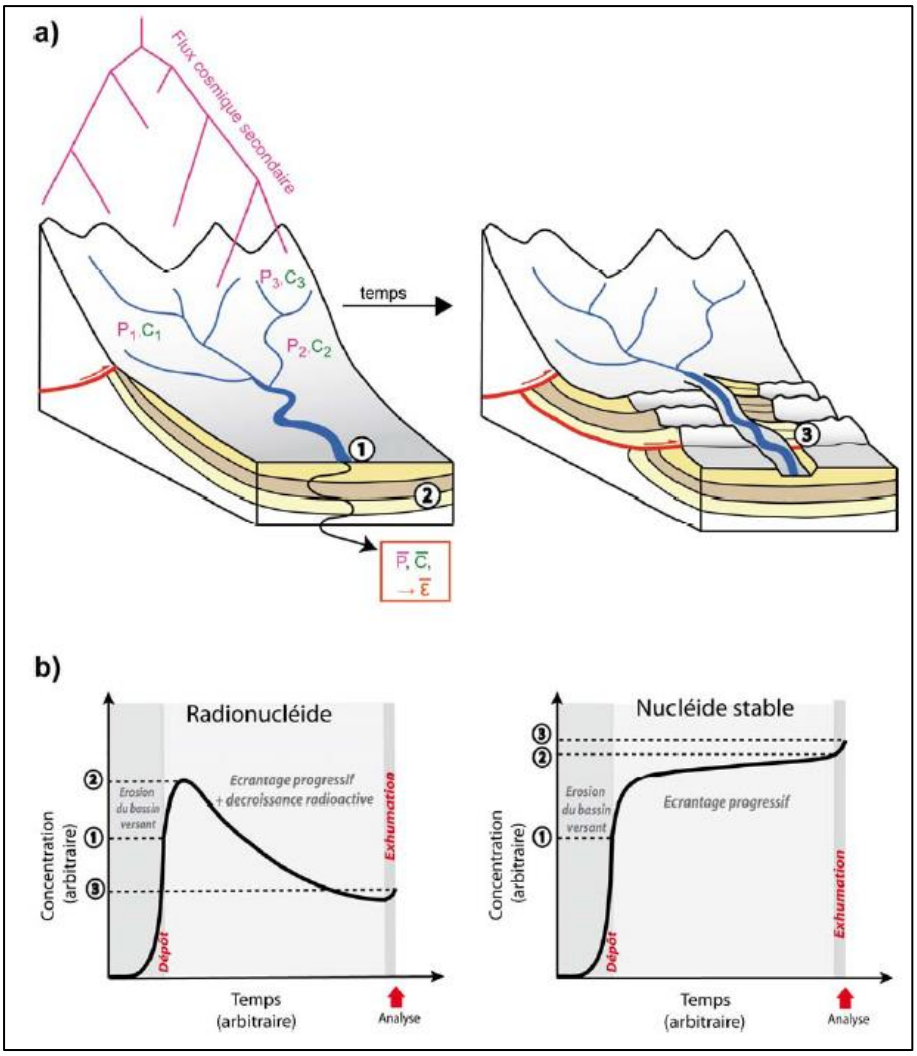


Figure 3-13 : Évolution théorique de la concentration d'un (radio)nucléide cosmogénique au cours du temps (Puchol, 2013). Phase 1 – Effet intégrateur du bassin versant : à chaque point du bassin, les minéraux ont accumulé une certaine concentration C_i de radionucléide cosmogénique, fonction du taux de production local P_i (qui dépend principalement de l'altitude). Les sables récoltés à l'exutoire sont composés d'un assemblage de grains représentatifs du bassin versant, avec une concentration moyenne en nucléide C_{mean}, proportionnelle au taux de production moyen sur le bassin versant P_{mean}, et inversement proportionnelle au taux moyen de

dénudation ε_{mean}. Phase 2 – Les sédiments sont enfouis de manière progressive après leur dépôt. L'accumulation de nucléide va s'accroître durant cette période du fait de des faibles profondeurs impliquées bien que les pertes dues à la décroissance radioactive vont perdurer. Cette phase peut également être propice à des épisodes de réexpositions ou du cannibalisme de sédiments plus vieux (mais phénomène plus probable pour des fleuves parcourant de longues distances), décelables en comparant les durées d'enfouissement cosmogéniques et des datations indépendantes, si cela est possible. Phase 3 – Si l'incision par la rivière n'est pas assez efficace, une post-production non-négligeable est possible.

Les prélèvements dans les cavités ne permettent parfois que de travailler avec des granulométries supérieures aux sables. Il faut alors avoir conscience qu'un galet pris individuellement n'est représentatif que d'un point du bassin versant et est beaucoup plus à même d'avoir une histoire singulière. Une solution est de considérer alors un amalgame avec des lithologies emblématiques du bassin versant, et contenant un maximum d'individus afin d'obtenir un effet intégrateur similaires aux sables.

5- Choix et traitement des échantillons

5.1- Stratégie d'échantillonnage

Les méthodes de datation basées sur les nucléides cosmogéniques (NC) s'appliquent sur des couples minéraux – NC particuliers. De nombreux développements analytiques sont en cours pour permettre d'étendre les possibilités de mesures. Dans le cas du béryllium-10, du néon-21 et de l'aluminium-26, le minéral le plus fréquemment utilisé est le quartz, notamment du fait de son caractère ubiquiste et de sa résistance à l'altération. Les quartz ont par ailleurs une structure cristalline trigonale, confinant le béryllium produit par les réactions nucléaires au sein du réseau cristallin (système rhomboédrique). Il convient donc de prélever des matériaux contenant suffisamment de quartz pour être analysés.

La production *in situ* résultant d'interactions nucléaires de type spallation induites par les particules issues du rayonnement cosmique les plus abondantes (neutrons) est limitée aux 2 – 3 premiers mètres sous la surface, en raison de l'efficacité avec laquelle la matière dense de la croûte terrestre absorbe l'énergie de ces particules impactantes. La production des NC, de fait, décroît exponentiellement avec la profondeur. Toutefois, en-deçà de 3 m, les NC peuvent également être produits *via* des interactions avec les particules plus pénétrantes que sont les muons. Afin de limiter significativement ces mécanismes de post-production, il est dès lors préférable que les échantillons prélevés soient enfouis sous une épaisseur de matière supérieure à plusieurs dizaines

de mètres. Pour les grottes, cela implique que l'écrantage par le substrat rocheux doit idéalement être au-delà de cette limite théorique. Néanmoins, ces conditions ne sont pas systématiquement rencontrées et il convient de relever le plus précisément possible l'épaisseur de substratum sus-jacente à l'entrée de la grotte, ainsi que la hauteur de la voûte à l'endroit du prélèvement, afin de corriger par modélisation les concentrations obtenues dont seront déduites les durées d'enfouissement. Il est parfois préférable de ne pas prélever les échantillons pour lesquels cette donnée ne peut être précisément contrainte. Il est également primordial de noter les informations géographiques et topographiques pour ajuster le taux de production au site d'étude (écrantage lié au champ magnétique avec latitude/longitude, et correction de l'épaisseur de matière traversée avec l'altitude, hauteur des voûtes).

Nucléide T(1/2)	**^{3}He (stable)**	**^{10}Be (1,39 Ma)**	**^{14}C (5,7 ka)**	**^{21}Ne (stable)**	**^{26}Al (0,72 Ma)**	**^{36}Cl (0,3 Ma)**
Phase minérale	Olivine Pyroxène Grenat Hornblende Zircon	Quartz *Plagioclases* *Olivine* *Pyroxène*	Quartz Olivine	Olivine Pyroxène Quartz Grenat	Quartz	Calcite Plagioclases Feldspath-K Chlorite
Limite de détection (at/g)	10^3 à 10^4	10^3	10^4	10^8 à 10^6	10^4	10^3
Technique d'analyse	Spectromètre de masse – gaz rares	Dissolution acide – SMA	Diffusion oxydation – SMA	Spectromètre de masse – gaz rares	Dissolution acide – SMA	Dissolution acide – SMA

Un autre point concerne la granulométrie de travail choisie. Il est usuellement admis que toutes les granulométries supérieures aux argiles constituent de bonnes cibles de travail (granulométrie optimale de 250 – 500 μm). Néanmoins, il est bon de souligner que lors d'un prélèvement de galets effectué pour réaliser un amalgame, il importe d'échantillonner un minimum de 30 galets de tailles similaires pour réaliser un mélange représentatif (*e.g.,* Anderson *et al.*, 1996 ; Hancock *et al.*, 1999 ; Repka *et al.*, 1997). Il en va de même dans l'optique d'une application de la méthode isochrone (*e.g.*, Balco & Rovey II, 2008), pour laquelle il faudra en sus veiller à choisir des galets de tailles « exploitables ». Dans tous les cas, il est préférable d'estimer visuellement la teneur en quartz des sédiments et d'échantillonner au minimum 500 g de matière, même pour les sables les plus quartzeux. Nous sommes bien conscients que les concentrations en

nucléides cosmogéniques peuvent être grano-dépendantes (*e.g.*, Carretier *et al.*, 2009, 2015 ; Aguilar *et al.*, 2014 ; Puchol *et al.*, 2014 ; Calvet *et al.*, 2015) et, en conséquence, plus la gamme de taille de grains sur laquelle on travaille est large, plus on prend le risque que des grano-classements différents d'un échantillon à l'autre puissent perturber le résultat. Cette observation peut donc entraîner des âges similaires pour des étages karstiques trop proches en termes d'altitudes, si un étage ne permet par exemple que le prélèvement de sables, et un autre uniquement de galets. Nous avons tenté de prélever des granulométries différentes et d'analyser d'une part la fraction la plus fine et, d'autre part, la fraction grossière. Néanmoins, certaines cavités des Pyrénées (et probablement ailleurs dans le monde), ne recèlent qu'une granulométrie spécifique ou trop peu de matériaux dans l'une ou l'autre des gammes granulométriques. La réalisation d'un échantillonnage systématique s'est avérée impossible dans le cadre de ce travail (rien n'atteste que cette assertion soit fondée dans d'autres contextes géologiques). Par ailleurs, la consolidation des sédiments devient problématique lorsque l'on est confronté à ce type de problématique, car une séparation « propre » des galets de la matrice silto-sableuse est par trop complexe à réaliser (difficultés pour contrôler les réactions, pour trouver un contenant pour séparer les constituants baignant dans de grandes quantités d'acides, risques de contamination élevés, etc.).

Enfin, un conseil qui me paraît judicieux à toute personne qui lira ces lignes : il s'avère probablement plus pertinent d'alterner les phases de prélèvements (organisation sous forme de « campagnes ») et de mesures afin d'avoir plus rapidement la possibilité d'examiner les résultats obtenus et d'en déduire les nécessaires ajustements méthodologiques. L'échantillonnage « boulimique », même s'il peut être commode/obligatoire dans certains contextes ou paraître judicieux, peut se révéler être une stratégie inadéquate, empêchant d'anticiper certains problèmes (liés aux échantillons ou bien sous-tendu par le contexte géologique) et d'adapter le protocole en conséquence.

Il est à noter que ce protocole est basé sur des expériences conjointes au Centre Européen de Recherche et d'Enseignement des Géosciences de l'Environnement (Cerege) à Aix-en-Provence et au Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques (CRPG) de Nancy, où j'ai été formée. Sont présentés dans les sous-parties suivantes les grandes lignes du protocole ainsi que leur intérêt. La marche à suivre est grandement extraite du protocole élaboré par Laëtitia Léanni, et est présentée en ***annexe 1*** *du manuscrit, ainsi que des posters explicatifs élaborés par Laëtitia Léanni, Valéry Guillou et moi-même. La visée de ce protocole est d'extraire le béryllium-10, le néon-21 et l'aluminium-26 produit au sein de minéraux de quartz, et ce afin de mesurer des rapports isotopiques au moyen de la spectrométrie de masse par accélérateur (SMA). Pour ce faire, des échantillons naturels*

(sables, graviers ou galets) sont traités afin de récupérer exclusivement les quartz qu'ils contiennent. Ces quartz sont ensuite purifiés et utilisés afin d'en extraire le béryllium et l'aluminium des autres éléments à des fins analytiques et pour limiter de potentielles interférences lors de leur analyse par SMA.

5.2- Séparation des minéraux et purification du quartz

5.2.1- Séparations physiques

Afin de concentrer les échantillons en quartz, des étapes de séparation physique sont réalisées. Tout d'abord les galets sont passés au concasseur/broyeur à mâchoire stationnaire, puis dans des broyeurs à cylindres si ce moyen est disponible (Figure 3-14A). Cette étape sert notamment à réduire la taille des échantillons par fragmentation afin de se rapprocher de la taille des minéraux cibles et d'augmenter la surface d'attaque des acides (augmentation de la surface spécifique des grains).

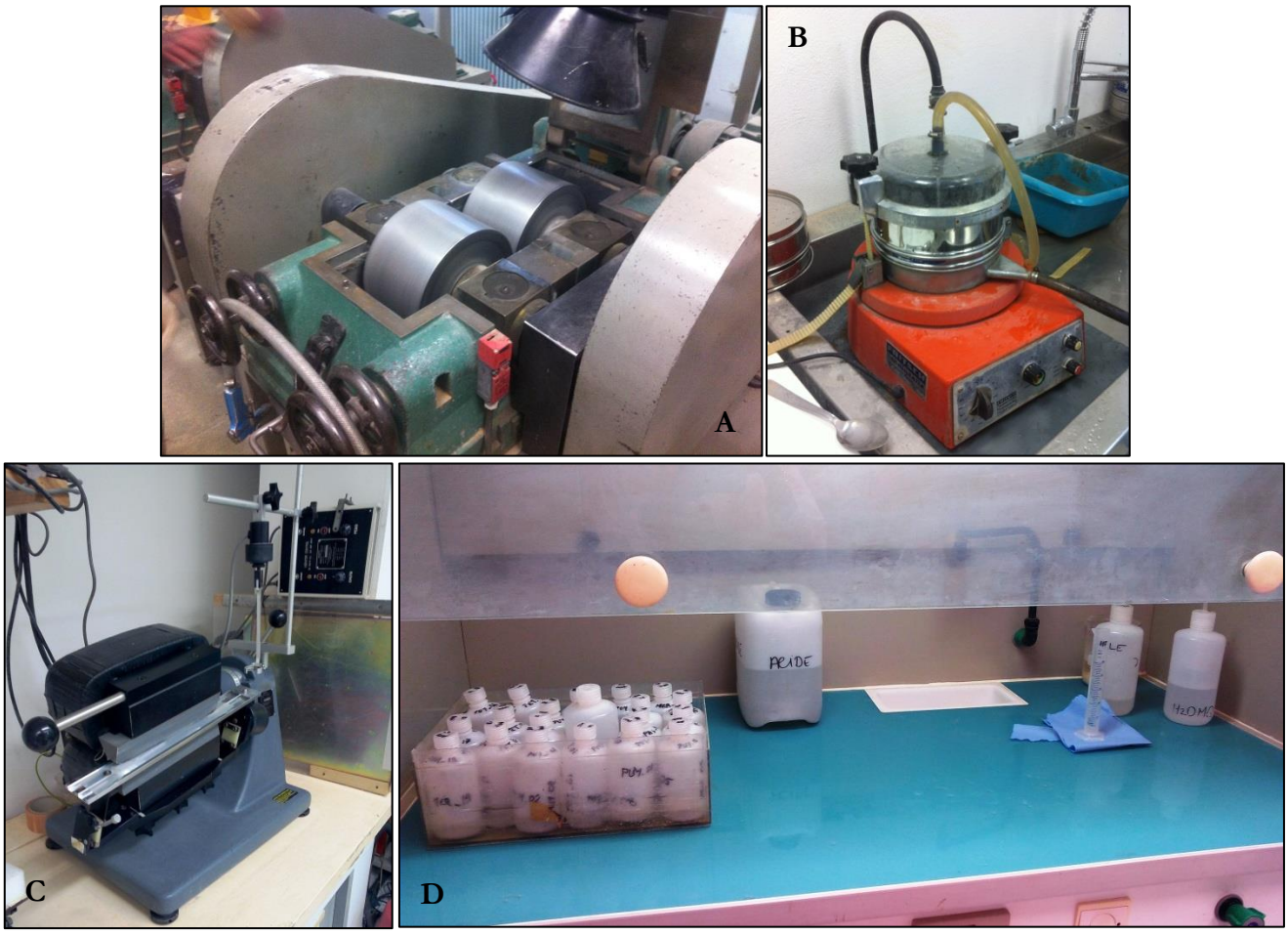


Figure 3-14 : A – Broyeur à cylindres présent au CRPG ; B – Tamisage par voie humide au CRPG ; C – Séparateur magnétique Frantz du CEREGE ; D – étape de décarbonatation et d'élimination des minéraux, à l'exception du quartz, au CEREGE.

Les échantillons sont ensuite, si possible, tamisés par voie humide sur des tamis de 250 μm et 1 mm afin d'accroître l'efficacité de la manipulation et de laver les particules, (Figure 3-14B). Sinon le tamisage est effectué « à sec ». Il peut être judicieux de rincer les échantillons à l'eau courante afin d'éliminer une partie de la matière organique (petites racines, etc.), d'éviter une surconsommation d'acides lors du premier cycle de lessivage, et de réduire les risques de contamination inter-échantillons dans le cas où la mâchoire du broyeur et le Frantz auraient été mal nettoyés. Trois classes granulométriques sont ainsi produites : les particules supérieures à 1 mm sont conservées en vue d'un nouveau broyage au cas où la fraction d'intérêt se révélerait être insuffisante en masse, la fraction d'intérêt subi la suite des traitements (250 μm < x < 1 mm), et les « fines » (x < 250 μm) sont généralement éliminées. Le choix de la fraction d'intérêt est motivé par le fait qu'une fraction fine évite d'avoir trop de grains polyminéraux (ce qui réduit le nombre de manipulations à faire par la suite). Cependant, les fines sont difficilement récupérables entre chaque lessivage sauf par l'utilisation d'un filtre et peuvent induire des contaminations en cas de mauvais nettoyage des instruments ou de présence en suspension. La fraction « idéale », de 250 à 1 mm, permet d'augmenter la surface totale de quartz en contact avec les acides. En effet, les grains de quartz seront par la suite plusieurs fois attaqués à l'acide fluorhydrique afin de dissoudre la périphérie des grains. S'il y a alors un excès de grains trop fins qui seront consommés préférentiellement par l'HF, cela induira une consommation inutile et inefficace de l'HF et une purification potentiellement insuffisante des grains conservés.

Sans que cela soit systématique (cas des quartzites), il est souvent nécessaire d'avoir recours à une séparation magnétique au moyen d'un séparateur Frantz afin de retirer les minéraux ferromagnésiens paramagnétiques et d'économiser du temps et de l'acide (Figure 3-14C). Ce procédé de séparation consiste à soumettre les minéraux à l'action d'un champ magnétique et à les dévier selon les forces magnétique et gravitationnelle subies. Les principaux critères qui permettent d'effectuer le fractionnement reposent sur les différences de susceptibilités magnétiques entre les multiples phases minérales. Mais la taille des particules, leur forme, leur densité et la force de vibration appliquée à la rampe ont aussi un rôle important. Usuellement, l'intensité maximale appliquée est de 1,5 A, et plusieurs passages sont réalisés afin d'optimiser la séparation (en augmentant l'intensité entre chaque passage). Il convient de préciser qu'un tamisage par voie humide facilitera la séparation paramagnétique, car des grains diamagnétiques peuvent être couverts par des fines paramagnétiques, les entrainant alors dans la fraction qui ne sera pas conservée.

5.2.2- Séparations chimiques

Par la suite, les échantillons vont être soumis à plusieurs attaques acides. Une première étape, primordiale dans le cadre de notre étude, est la « décarbonatation ». En effet, la plupart des sédiments prélevés en grottes sont très fortement carbonatés du fait du milieu, ce qui engendre des réactions violentes et dangereuses (effervescence très prononcée) lors de la mise en contact avec les acides. Ce processus consiste donc à éliminer la majeure partie des carbonates selon la réaction :

$$CaCO_3 + 2HCl \rightarrow CaCl_2 + H_2CO_3$$

$$\text{Et } H_2CO_3 \rightarrow H_2O + CO_2$$

$$\text{Bilan : } CaCO_3 + H_3O^+ = Ca^{2+} + HCO_3^- + H_2O$$

Puis les minéraux sont placés dans un mélange contenant 2/3 d'acide hexafluorosilicique H_2SiF_6, et 1/3 d'acide chlorhydrique HCl (Figure 3-14D). L'HCl, outre l'élimination des carbonates, est un très bon solvant pour de nombreux métaux et oxydes métalliques. L'H_2SiF_6 est lui en équilibre avec la silice :

$$SiO_2 + 6HF \rightarrow H_2SiF_6 + 2H_2O$$

$$H_2SiF_6 \rightarrow SiF_4 + 2HF$$

et va donc s'attaquer à tous les minéraux à l'exception des quartz. Les échantillons sont placés sous agitation horizontale durant cette étape afin d'accroître l'efficacité du processus, notamment du fait de l'abrasion induite. Ce processus est répété jusqu'à ce que la solution soit claire et qu'il n'y ait plus de fraction fine, signes que l'attaque est terminée. Il faut généralement entre 3 et 5 attaques, avec un renouvellement du mélange acide toutes les 24 à 48 h pour commencer à obtenir un quartz « propre ». Les échantillons sont ensuite rincés jusqu'à pH neutre puis séchés à l'étuve.

Certains protocoles, comme celui du CRPG, placent les échantillons dans un mélange d'acide fluorhydrique HF à 1% et d'acide nitrique HNO_3 à 1% sous ultrasons et chauffage pour augmenter l'action cinétique. La surface des grains est ainsi attaquée et cela permet d'optimiser l'élimination des minéraux autres que le quartz comme les muscovites et les feldspaths (Kohl & Nishiizumi, 1992), et d'éviter la formation de fluorides. HF est rarement utilisé seul car certains sels (K, Ca) sont faiblement solubles dans cet acide. Des oxydants forts tels HNO_3 sont ajoutés pour assurer une dissolution complète. Cette étape n'est pas pratiquée au CEREGE.

Enfin une ultime étape de purification est réalisée : les quartz précédemment obtenus sont placés dans l'HF, seul acide dissolvant les minéraux siliceux et formant des ions SiF_6^- en solution. Il est introduit en tant que réactif limitant afin de contrôler la quantité de matière à éliminer. Le but de cette manipulation est d'ôter la périphérie des grains et les zones abimées qui ont pu être en contact avec le béryllium de l'atmosphère notamment via l'écoulement des eaux météoriques. En effet, le ^{10}Be atmosphérique ne diffuse pas à l'intérieur du réseau cristallin et reste adsorbé à la surface des grains et dans les anfractuosités qui constituent des zones récentes (Gosse & Phillips, 2001). En outre, cette étape permet de s'affranchir du ^{21}Ne atmosphérique, limitant ainsi le nombre d'inconnues lors des mesures. Par ailleurs ces attaques vont normalement conduire à l'élimination d'éventuels minéraux résiduels ayant résisté aux lessivages (feldspaths, micas). Ainsi trois attaques séquentielles d'HF sous agitation visant à dissoudre ~10% de la masse du quartz traitée sont effectuées, chacune durant une journée. Les bouteilles Nalgène® utilisées pour ce faire sont enfermées dans un sac scellé et agitées debout dans une boîte hermétique, l'HF étant une substance particulièrement nocive pour l'environnement et la santé.

5.2.3- Adaptations du protocole suite aux difficultés rencontrées sur les échantillons de grottes pyrénéennes

Les roches des bassins versants dont sont issus les échantillons comportent de fortes proportions de phyllosilicates (muscovites notamment), et de minéraux accessoires (zircons, tourmalines, grenats pour la vallée de la Têt, amphiboles, etc.). Ces minéraux peuvent considérablement contribuer à influencer les mesures de concentrations d'éléments attribués au seul minéral quartz, notamment les muscovites relativement à la détermination de la concentration en aluminium total.

Des aménagements du protocole suite à ces problèmes de purification ont donc été nécessaires, le protocole classique se révélant souvent insuffisant pour éliminer ces minéraux indésirables. En effet, certains échantillons issus de gneiss ou de granites pouvaient encore comporter jusqu'à 10% en masse de muscovites et quelques feldspaths. Une quatrième attaque HF peut ainsi être pratiquée si les feldspaths apparaissent encore trop nombreux (>5% en masse).

Des passages au séparateur magnétique Frantz postérieurement à l'étape « H_2SiF_6 + HCl » ne se sont pas montrés concluants (intensités 0,5 puis 1 puis 1,5 A), mes échantillons présentant alors une importante électricité statique (Figure 3-15). Les grains adhéraient alors aux parois provoquant des pertes de matière. Ce phénomène était moins présent après les trois attaques HF, à l'exception des échantillons présentant des granulométries réduites. En outre, certains minéraux

accessoires demeuraient dans la fraction quartzeuse, comme par exemple les tourmalines, qui peuvent apporter une contamination en béryllium.

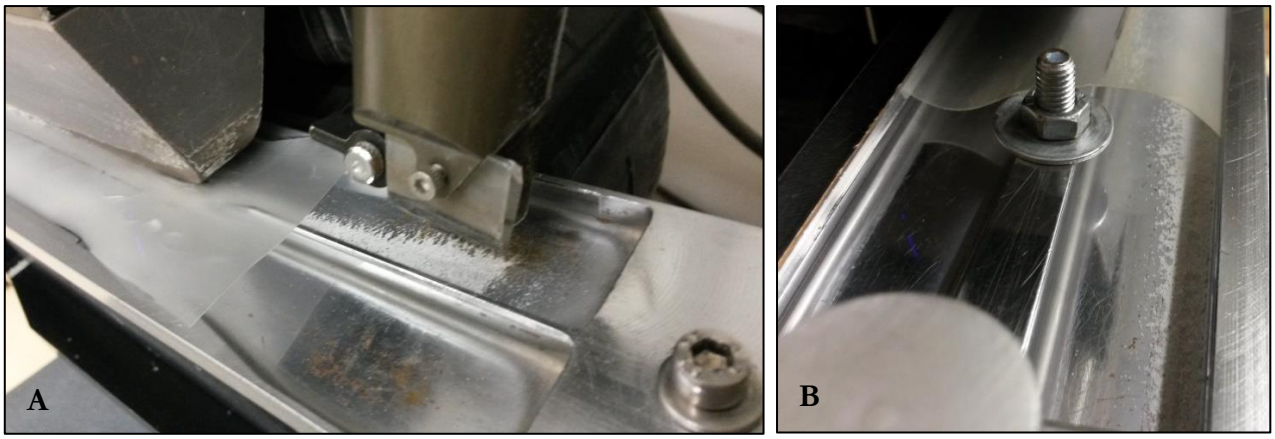


Figure 3-15 : A – Grains restant collés aux parties métalliques de la partie supérieure de la rampe du Frantz (avant le secteur magnétique) du fait de l'électricité statique. B – Grains non magnétiques restant collés à la rampe au lieu de couler dans le bécher.

Initialement, les échantillons comportant donc des micas après les trois attaques à l'HF étaient triés *via* du plastique frotté et un tri à la pince sous loupe binoculaire. Si ce dispositif s'avère coûteux en temps et réalisable pour les échantillons ayant moins de 1% de minéraux accessoires, il n'est pas possible de supprimer ainsi tous les minéraux indésirables (Figure 3-16A).

Ces errements m'ont toutefois permis de constater à la loupe binoculaire que, pour ce qui concerne mes échantillons, la majorité des muscovites étaient présentes dans la fraction fine (Figure 3-16C). Un tamisage éliminant la fraction inférieure à 250 µm permet donc de résoudre en partie la difficulté. Elle peut en revanche être solutionnée dans l'intégralité des cas (exemple Figure 3-16B) en effectuant :

- Un lavage initial à l'HNO_3 dans le cas de sédiments de rivières, afin d'ôter la matière organique, étape primordiale si les sédiments sont prélevés en contrebas d'aménagements de type « stations d'épuration ». Le rinçage ultérieur doit être très efficace. L'utilisation de peroxyde d'hydrogène induit des réactions trop violentes ;
- Une décarbonatation à l'HCl qui va permettre de mettre de nombreux minéraux indésirables en solution ou en suspension ;
- Un ou plusieurs passages au séparateur magnétique Frantz, après séchage, broyage et tamisage, à l'intensité maximale du champ, soit entre 2,15 et 2,30 A. Cette dernière étape induit en revanche une chauffe importante des composantes de l'appareil et doit donc être utilisée avec parcimonie.



Figure 3-16 : A – Exemple d'un échantillon de la grotte des Moutons en Ariège, comportant encore environ 3% de muscovites à l'issue des trois lessivages à l'HF ; B – Le même échantillon après un passage au Frantz à forte intensité, puis un tamisage, ne contient que quelques paillettes de muscovites pouvant être aisément retirée à la pince ; C – La fraction 100-250 µm (à droite) recèle davantage de muscovites que la fraction supérieure à 250 µm.

Néanmoins, les minéraux accessoires non désirables (apatites, grenats, etc.), d'une fraction comprise entre 250 µm et 1 mm et non magnétiques, devront être ôtés à la pince sous loupe binoculaire.

Me concernant, je pense qu'il s'avère indispensable de pratiquer une vérification à la loupe binoculaire de tout échantillon devant être traité et mesuré à la suite de ces étapes préliminaires, afin de vérifier qu'ils soient constitués à 100 % de quartz.

C'est à ce niveau que les protocoles de préparation des cibles en vue des mesures du ^{21}Ne cosmogénique et du ^{10}Be et ^{26}Al cosmogéniques diffèrent. Pour des raisons de simplicité et de logique, le procédé d'extraction et de mesure du ^{21}Ne sera explicité au préalable, en dépit du fait que la méthode soit bien moins usitée.

5.2.4- Cas du néon cosmogénique

5.2.4.1- Préparation en vue des mesures de néon

La manipulation est assez simple et relativement rapide (voir annexe 2 et Figure 3-17). Dans un premier temps il s'agit de préparer de petites boîtes nominatives visant à protéger et transporter les échantillons et à nettoyer l'ensemble du matériel à l'acétone. Les grains de quartz sont ensuite encapsulés et pesés dans un « creuset » malléable en feuilles d'étain (Alfa Æsar®, 0.025 mm thick, 99.8%), qui est roulé en boule. Il est par la suite renforcé par 2 ou 3 feuilles supplémentaires. La masse est relevée avec précision (à 10^{-4} g près) car elle est nécessaire à la détermination de la concentration, le spectromètre ne délivrant qu'un nombre d'atomes.

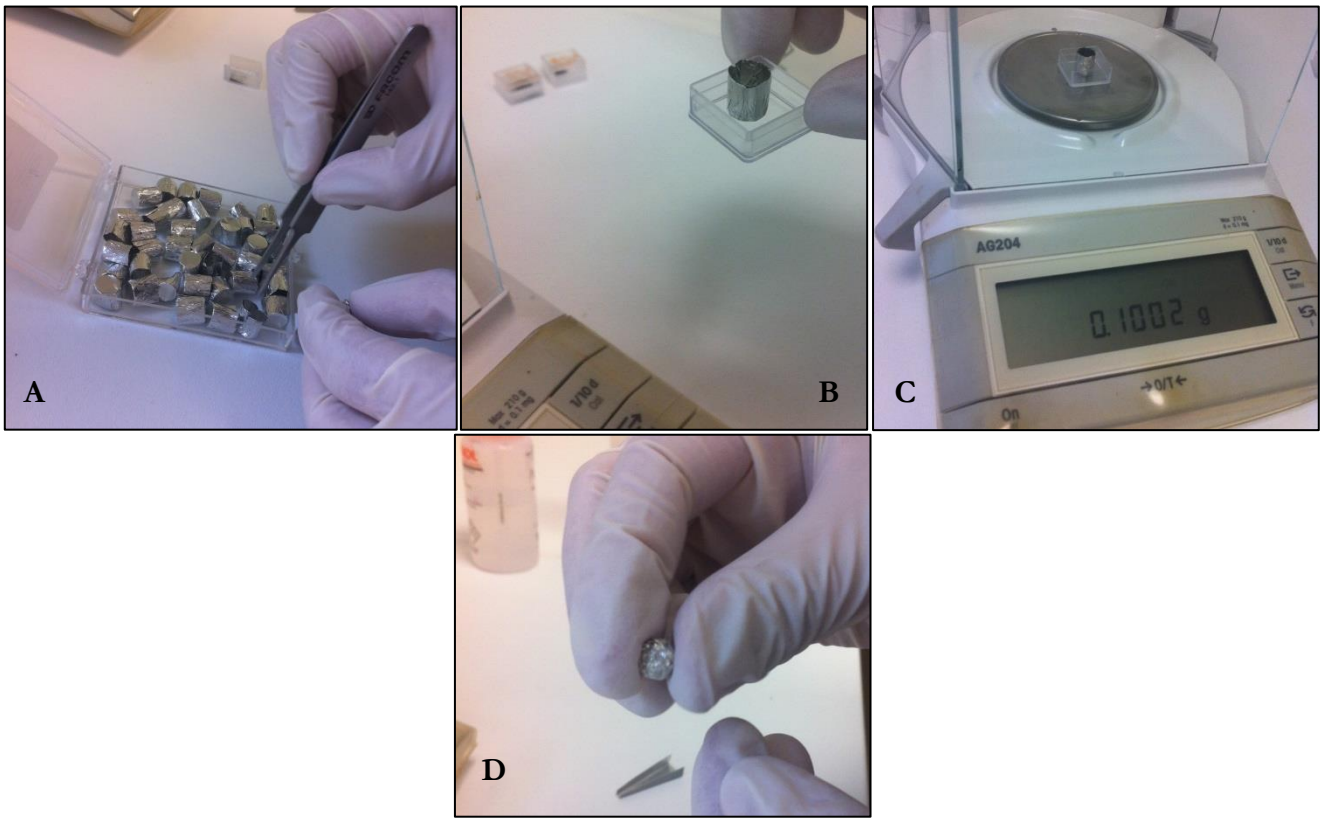


Figure 3-17 : Préparation des échantillons de quartz. A – Saisie d'un creuset en étain dans lequel les grains de quartz vont être transférés via un entonnoir préalablement lavé à l'acétone ; B – L'ensemble {creuset + quartz} est placé dans un récipient en plexiglas ; C – Le tout va être pesé sur une balance de précision préalablement tarée avec le bac de plexiglas ; D – Le creuset est refermé à la pince et 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.

Les standards sont préparés de manières similaires mais réclament des quantités moindres de quartz. Deux types de standards issus du programme international d'inter-calibration

CRONUS-EARTH (Vermeesch *et al.*, 2012) sont utilisés : CREU-1, qui est un quartz de l'Atacama (Pisagua, Chili) particulièrement riche en néon spallogénique, et des quartz CRONUS-A issus de grès antarctiques (Antarctica's Arena Valley). Ces standards ont, après ces mesures d'inter-calibrations, des concentrations de $(5,78 \pm 0,17).10^{-16}$ mol.g^{-1} pour CREU-1 et $(5,32 \pm 0,18).10^{-16}$ mol.g^{-1} pour CRONUS-A.

Le carrousel du spectromètre est ensuite chargé avec ces sphères après préparation préalable (connexion du four, étuvage, standards et blancs).

5.2.4.2- Spectrométrie de masse

La spectrométrie de masse repose sur le principe de déplacements de particules chargées au sein de champs électromagnétiques, et fait donc appel aux entités ioniques dérivées des entités moléculaires étudiées. Classiquement, il est possible de décomposer un spectromètre de masse en trois parties distinctes :

- Une source, dans laquelle des ions sont formés à partir de l'échantillon vaporisé ;
- Un analyseur qui permet, grossièrement, de résoudre le rapport entre la masse m et la valeur absolue du nombre de charge z pour chaque espèce ionique. Chaque ion est caractérisé par une valeur du rapport m/z spécifique (il faut donc comprendre le terme d'analyse comme se référant au processus de séparation) ;
- Un détecteur, mesurant l'intensité I du signal perçu pour différentes valeurs de m/z.

Procédé d'extraction du néon cosmogénique

Les analyses réclament une extraction totale par fusion sous vide, dans un four à haute température. Il est donc à noter qu'il s'agit d'une méthode d'analyse destructrice, c'est-à-dire qu'il est impossible de recouvrer l'échantillon après l'analyse. La diffusivité du néon dans les phénocristaux de quartz impose de les chauffer à des températures excédant les 950°C. Usuellement, le chauffage se fait par palier afin de libérer les nucléides, de s'assurer d'en avoir extrait la totalité et d'homogénéiser l'atmosphère. Un premier palier est effectué à 600°C pour supprimer l'eau, et le second palier à des températures proches de 1200 – 1400°C permet l'extraction du néon. En raison des concentrations attendues en ^{21}Ne (de 10^5 à 10^7 at.g^{-1}), il est nécessaire d'analyser entre 200 mg et 500 mg de quartz pour se situer au-dessus du blanc du spectromètre de masse et de la limite analytique (2.10^7 at.g^{-1}).

Les échantillons sont introduits dans un carrousel comportant 19 emplacements, qui permet de les faire tomber un à un au sein du four (sauf accident dû à une rotation manuelle enthousiaste). Le dispositif utilisé pour les tests, décrit dans Zimmermann *et al.*, 2012, est ensuite

scellé par un joint en cuivre. Rapidement, en raison du temps nécessaire pour monter à de telles températures, un nouveau four à induction permettant de monter à des températures proches de 1200°C en moins de trois minutes a été développé par L. Zimmermann (Zimmermann *et al.*, 2017). L'ensemble du dispositif (Figure 3-18A) est sous vide, c'est-à-dire une pression de 10^{-9} mbar. Du papier aluminium enrobant l'installation est d'ailleurs fréquemment utilisé afin de maintenir la température constante, paramètre important pour la stabilité du vide. Le gaz de référence a une composition isotopique et une pression connues ; une aliquote de ce gaz, de volume contraint, est passé comme un échantillon.

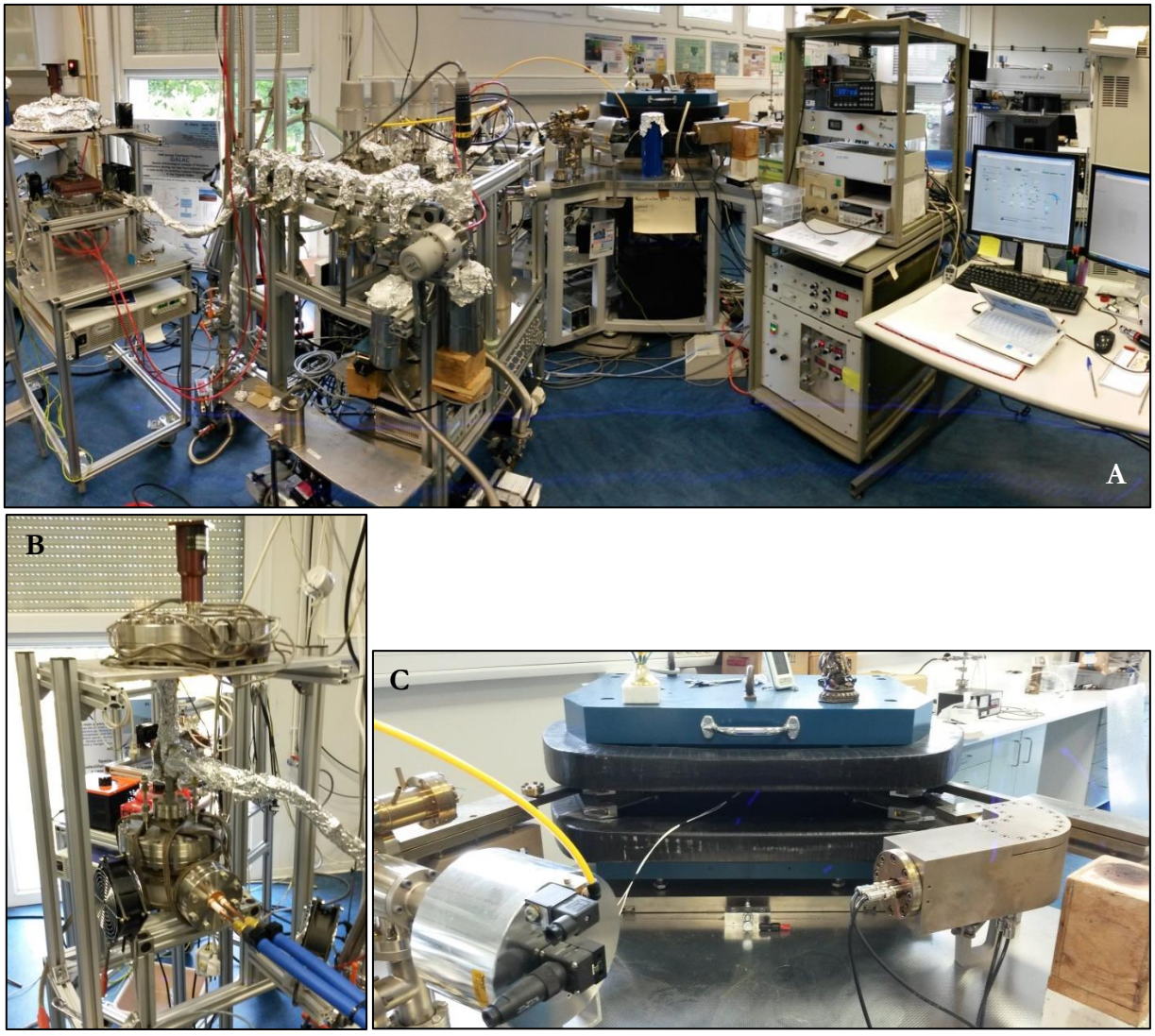


Figure 3-18 : A – Vue d'ensemble du spectromètre de masse Hélix SFT™ (Split Flight Tube) du laboratoire « Gaz Rares » du CRPG, avec le four à résistance ; B – Four à induction ; C – Aimant.

La température du four (Figure 3-18B) est calibrée grâce à un pyromètre optique (dispositif détectant les rayonnements infra-rouges occasionnés par la chaleur), pointé depuis le hublot du carrousel vers le fond du creuset en tantale. L'enceinte est placée sous vide par le biais

d'une pompe à membrane (10^{-3} mbar) et d'une pompe turbomoléculaire (65000 tours/min – 10^{-9} mbar), qui permettent également de s'assurer que les parois de l'ensemble du système ne comportent plus de particules atmosphériques adsorbées (par suppression des forces de van der Waals). Puis une phase d'étuvage entre 100 et 150°C s'ensuit durant une nuit complète.

Avant de lancer des analyses, il est nécessaire de passer une série de blancs à chaud afin de s'assurer du bon fonctionnement de l'ensemble du système ainsi qu'une série de standards pour vérifier la stabilité du spectromètre. Ces étapes obligées sont notamment indispensables pour détecter et éliminer d'éventuelles fuites au niveau des électrovannes ou du bandeau, des dysfonctionnements au niveau des pièges, et pour faire dégazer diverses composantes.

Ligne de purification

Le dégazage dans le four libérant outre le néon, du CO_2, de l'eau, des hydrocarbures, d'autres gaz rares, etc., une fois extraits de l'échantillon en cours d'analyse, les gaz libérés sont détendus dans la ligne de purification qui a pour fonction de faire en sorte que seul du néon soit envoyé dans le système d'analyse. Pour ce faire différents types de pièges, physiques et chimiques, sont utilisés (Medynski, 2013 ; Zimmermann et Marty, 2014 ; Zimmermann et Füri, 2015) :

- Des getters (constitués de mousse en titane pour augmenter la surface spécifique), fonctionnant par chimisorption et diffusion. L'adsorption est un phénomène de surface au cours duquel les corps gazeux ou liquides se fixent sur une surface solide (Rouxel et Weber, 2015). Lors d'une adsorption chimique, les liaisons établies sont de fortes énergies (liaisons covalentes) ce qui implique la formation d'une monocouche moléculaire et une irréversibilité du processus du fait des réarrangements de charges. Au sein de ces pièges les hydrocarbures craquent à 600° C et les radicaux se fixent à la surface du getter à froid. Les gaz réactifs sont donc éliminés tandis que les gaz rares demeurent du fait de leur inertie. Le CO_2 est piégé par un bain dans l'azote liquide. Ce dispositif est multiplié afin d'augmenter le rendement. Ces pièges sont cruciaux afin d'éliminer le $^{12}C^{16}O_2^{++}$ (Zimmermann *et al.*, 2015), qui interfère avec le ^{22}Ne lors du passage au spectromètre ;
- Des pièges cryogéniques pour séparer les gaz rares. L'argon, le xénon et le krypton sont éliminés au niveau des charbons actifs, par bain dans l'azote liquide du dispositif. La multiplication de ce dispositif a pour visée d'accroître la qualité de la purification par physisorption (adsorption à basse température mettant en jeu des liaisons de van der Waals). Il s'agit cette fois d'un processus réversible par simple action sur la température (Rouxel et Weber, 2015). Le piégeage de l'argon est particulièrement important, car $^{40}Ar^{++}$ interfère avec le néon-20 (Zimmermann *et al.*, 2015).

L'analyseur mesure la teneur totale en néon (pression partielle de néon dans le spectromètre) et transmet le signal en ampères.torr^{-1}.

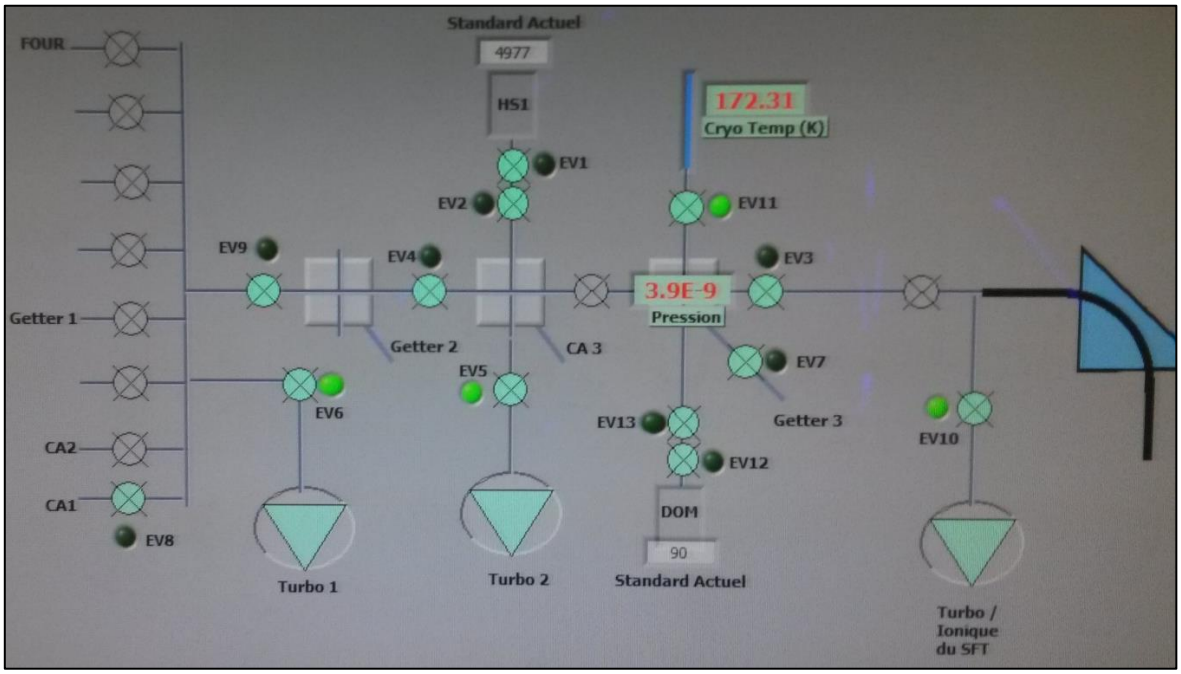


Figure 3-19 : Plan de la ligne du spectromètre de masse Hélix SFT™ avec ses diverses composantes. CA signifie charbon actif, EV désigne les électrovannes.

Traitement des résultats des mesures

Dès lors que le néon est purifié, il est introduit dans le spectromètre de masse afin d'en mesurer les compositions isotopiques et élémentaires (Figure 3-18C et Figure 3-19). Le CRPG est doté d'un spectromètre de masse Helix SFT™ (Split Flight Tube) équipé d'une source de type « Nier » et fonctionnant en mode statique. Il est usuellement employé pour mesurer simultanément ^{3}He et ^{4}He et a été pour la première fois utilisé au CRPG pour la mesure des ^{20}Ne, ^{21}Ne et ^{22}Ne en avril 2015 par E. Füri.

Le gaz introduit dans le spectromètre de masse est ionisé *via* une source à bombardement électronique dans le cas du Helix SFT™. Les ions produits gagnent ensuite le secteur magnétique par application d'une différence de potentiel et sont focalisés afin d'optimiser leur transmission aux collecteurs. Ce spectromètre est équipé deux systèmes de collection : une cage de Faraday et un multiplicateur d'électrons pour la détection de signaux de faibles intensités (Figure 3-20).

$$\vec{F} = q.(\vec{v} \Lambda \vec{B})$$

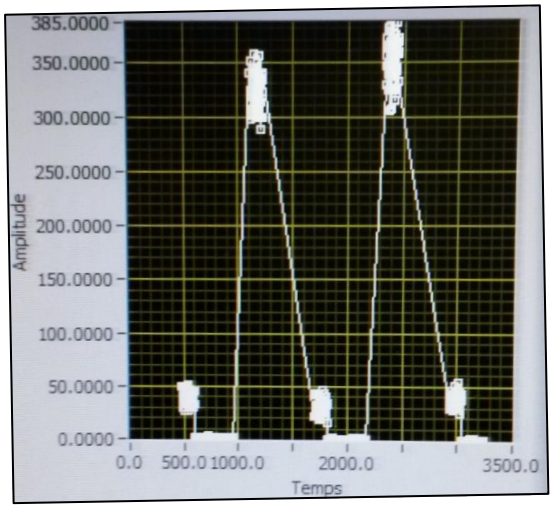


Figure 3-20 : Exemple de signal de sortie en cours d'acquisition sur le multicollecteur.

Le néon mesuré au spectromètre de masse peut se trouver à la fois dans les inclusions fluides des quartz et adsorbé à la surface des grains. La composante cosmogéniques est déduite de la formule suivante :

$$^{21}\mathrm{Ne}_{\mathrm{cosmogénique}} = {}^{21}\mathrm{Ne}_{\mathrm{échantillon}} - {}^{20}\mathrm{Ne}_{\mathrm{atmosphérique}} \times \left(\frac{^{21}\mathrm{Ne}}{^{20}\mathrm{Ne}}\right)_{\mathrm{air}}$$

Au CRPG, la concentration en ^{21}Ne en excès (^{21}Ne*) est mesuré de la manière suivante (Vermeesch *et al.*, 2012) :

$$^{21}\mathrm{Ne}^{*} = \mathrm{R_c} \times {}^{20}\mathrm{Ne_m} \times \frac{\mathrm{R_m} - \mathrm{R_a}}{\mathrm{R_c} - \mathrm{R_a}}$$

avec $^{20}Ne_m$, la quantité en néon-20 mesurée ; R_c le ratio en $^{21}Ne/^{20}Ne$ cosmogéniques ; R_m, le ratio mesuré en $^{21}Ne/^{20}Ne$; et, R_a, le ratio atmosphérique en $^{21}Ne/^{20}Ne$ = 0,002905 (Honda *et al.*, 2015).

Lorsque le matériel étudié était exposé au rayonnement cosmique, le rapport des concentrations $^{10}Be/^{21}Ne$ était le rapport de production P_{10}/P_{21}. Ensuite, quand ces sables se sont déposés dans les cavités, ils ont été enfouis sous plusieurs mètres et ont donc été protégés du rayonnement cosmique. À partir de ce moment, le rapport $^{10}Be(t)/^{21}Ne(t)$ a donc évolué du seul fait de la décroissance radioactive du ^{10}Be et il est donc possible de déterminer la durée de l'enfouissement.

Après l'enfouissement qui s'est produit il y a t années, la quantité initiale de $^{10}Be(0)$ a décru selon la loi de décroissance radioactive :

$$^{10}\mathrm{Be}(t) = {}^{10}\mathrm{Be}(0) \times e^{-\lambda \times t}$$

Le ^{21}Ne étant stable, sa concentration n'a pas évolué en fonction de t :

$$^{21}\mathrm{Ne}(t) = {}^{21}\mathrm{Ne}(t)$$

En divisant membre à membre les 2 équations :

$$\mathrm{R}(t) = \mathrm{R}(0) \times e^{-\lambda \times t}$$

Avec $\mathrm{R}(t) = {}^{10}\mathrm{Be}(t)/{}_{21}\mathrm{Ne}(t)$ et $\mathrm{R}(0) = {}^{10}\mathrm{Be}(0)/{}_{21}\mathrm{Ne}(0)$ défini par $P_{10}/P_{21} = 0{,}25$

Donc :

$$t = -\frac{1}{\lambda} \times \ln\left(\frac{\mathrm{R}(t)}{\mathrm{R}(0)}\right)$$

5.2.5- Cas du béryllium (^{10}Be) et de l'aluminium (^{26}Al) cosmogéniques

5.2.5.1- Extraction du béryllium et de l'aluminium cosmogéniques

Les quartz purifiés comme expliqué auparavant subissent une série de traitements chimiques afin d'en extraire les nucléides cosmogéniques d'intérêt. Une vingtaine de grammes de quartz purifié au maximum sont traités. Dans la mesure du possible, une fraction du quartz purifié est conservée pour les mesures de néon (si elles s'avèrent nécessaires) et pour constituer une réserve en cas de difficultés révélées ultérieurement.

Tout d'abord les échantillons sont *spikés* c'est-à-dire qu'une solution acide concentrée (aussi appelée entraîneur) contenant une quantité connue certifiée en ^{9}Be et en ^{27}Al (si nécessaire) est ajoutée. Cela permet, (i) d'obtenir des quantités de matière manipulables car les échantillons ne contiennent que de quelques atomes à quelques milliers d'atomes de ^{10}Be et d'^{26}Al ; (ii) de s'affranchir du rendement d'extraction en fixant avant toute manipulation le rapport nucléide cosmogénique/isotope stable ; et, (iii) de permettre les mesures des concentrations en ^{10}Be et d'^{26}Al car l'instrument national ASTER (accélérateur pour les sciences de la Terre, environnement, risques) localisé au Cerege, comme tout équipement de SMA, mesure des rapports isotopiques, et notamment les rapports ^{10}Be/^{9}Be et ^{26}Al/^{27}Al . Le ^{9}Be (isotope stable)

étant rarement présent naturellement dans le quartz, il est nécessaire d'ajouter systématiquement 100 µL d'une solution acide d'une concentration en ^{9}Be de 3025 ± 9 ppm (Merchel *et al.*, 2008) préparée par dissolution d'une phénakite (Be_2SiO_4) brésilienne de la région de Rio Piracicaba (Phena – DD) afin de garantir qu'aucune contamination en ^{10}Be n'est introduite du fait de cet ajout. L'^{27}Al est lui naturellement présent mais en quantité variable. L'ajout d'une quantité connue permet de s'assurer d'avoir un rapport mesurable si la mesure de la teneur en aluminium sur l'ICP-OES révèle des teneurs insuffisantes (voir ultérieurement). Cette analyse est réalisée à partir d'une aliquote de 500 µL prélevée immédiatement après la dissolution totale. Au préalable les échantillons sont pesés à la balance de précision, ainsi que les quantités d'entraîneur ajoutées.

Il convient de préciser qu'un blanc chimique est préparé, et ce à chaque série d'échantillon considérée. Le traitement est identique à celui des échantillons, à l'exception du fait qu'il ne possède initialement pas de matière, sauf celle du *spike*. Il permet de corriger les rapports radionucléide mesuré/isotope stable mesuré par SMA. Il s'agit du rapport provenant des réactifs utilisés lors de l'extraction du radionucléide, et permet de s'assurer de la qualité des manipulations effectuées par l'opérateur (erreurs de manipulations, contaminations croisées, etc.).

Les échantillons *spikés* sont alors totalement dissous en passant deux jours dans du HF concentré sous agitation. Dans le cas où des résidus demeurent insolubles, leur masse est déterminée et soustraite afin d'estimer précisément la masse de quartz dissoute. La silice du quartz se retrouve alors sous de gaz SiF_4. La solution HF obtenue est alors évaporée (Figure 3-21A), permettant l'élimination d'éléments tels que le silicium. Un des problèmes liés à cette étape est la formation de complexes sur lesquels le Be peut s'adsorber, comme CaF_2 et MgF_2, qui sont stables et durs à casser. Les fluorures résultants sont repris plusieurs fois dans de l'HNO_3 afin de les casser et ainsi d'éliminer BF_3 et SiF_4, Be et Al restant en solution. Les résidus d'évaporation sont ensuite repris dans l'HCl et une aliquote d'environ 500 µL est prélevée et pesée. Cette aliquote est ensuite préparée, comme décrit dans la sous-partie suivante, pour estimer la concentration en aluminium total par spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-OES). Si nécessaire, du *spike* commercial au rapport $^{26}Al/^{27}Al$ connu est ajouté. S'en suit une étape de précipitation en milieu alcalin (Figure 3-21B – C – D). La précipitation sous forme $Be(OH)_2$ et $Al(OH)_3$ du Be et de l'Al solubles en milieu acide en augmentant le pH à 8-9 permet en effet d'éliminer certains éléments traces, dont Fe et Ti, notamment. Elle s'effectue par adjonction d'ammoniaque jusqu'à obtention du pH souhaité.



Figure 3-21 : Aperçu de quelques étapes de la chimie. A – Évaporation ; B – Précipitation ; C – Exemple de précipité blanc au fond du tube Falcon® ; D – Centrifugation ; E – Conditionnement des colonnes I ; F – Colonne II ; G – Photographie de ces mêmes échantillons lors de l'étape

d'oxydation ; F – Cathodage d'un échantillon d'oxydes d'aluminium (étape d'homogénéisation de l'oxyde et de la poudre d'argent).

Après une dissolution acide des précipités obtenus, les solutions résultantes sont fixées sur des résines échangeuses d'ions fonctionnant sur le principe de capillarité et d'affinité ionique. Ces résines se présentent sous la forme de poudres en suspension capables de fixer par adsorption les ions d'une solution (macromolécules insolubles porteuses de groupements pouvant être ionisés), ces derniers étant remplacés lors de leur élution par une quantité équivalente d'autres ions de même charge. L'élution des ions au travers de la colonne se fait à des vitesses différentes dépendant de leur encombrement. Il est donc aisé de filtrer les ions d'intérêt par adjonction de volumes précédemment calibrés (maîtrise de la durée d'élution). Ainsi, neuf centimètres (~12,8 – 13 g) de résine anionique Dowex® 1x8 (SERVA 100-200 mesh) permettent d'éliminer les ions fer et manganèse (Figure 3-21E), l'introduction de 20 mL de HCl fixant les ions Cl^-. Suivent de nouveau une évaporation et une précipitation en milieu alcalin. Puis une nouvelle chromatographie, sur 9 cm (~11,9 – 12,3 g) d'une résine cationique Dowex® 50x8 (SERVA 100-200 mesh) permet d'une part d'éliminer le bore ^{10}B (isobare surabondant (~10^8 fois plus abondant) du ^{10}Be et donc interférent potentiel lors des analyses SMA) et, d'autre part, de séparer le béryllium et l'aluminium (Figure 3-21F). De nouveau sont réalisées une évaporation suivie d'une précipitation, puis les précipités sont repris dans du HNO_3 oxydant.

Les solutions finalement obtenues sont alors placées dans des creusets en porcelaine et évaporés sur plaque aux alentours de 170°C, permettant d'obtenir des oxy-hydroxydes de béryllium et d'aluminium. Par la suite, ces oxy-hydroxydes sont déshydratés en four à 700°C (Figure 3-21G), afin de récupérer des oxydes de béryllium (BeO) et d'aluminium (alumine Al_2O_3), durant une heure.

Ces oxydes, se présentant sous la forme de poudres, sont ensuite mélangés en proportions égales et de manière homogène au sein de leurs creusets à de la poudre métallique conductrice (Figure 3-21H). Il s'agit de niobium dans le cas du béryllium, et d'argent pour les échantillons d'aluminium. Les échantillons sont ensuite « pastillés » dans une cathode de cuivre, qui constitue la « cible » introduite dans la source du SMA ASTER.

5.2.5.2- Détermination de la quantité d'aluminium par ICP-OES

La mesure de la quantité de ^{27}Al contenu naturellement dans l'échantillon est réalisée *via* un spectromètre d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES), l'iCAP 6500 de Thermo Scientific (Figure 3-22). La connaissance précise de la concentration en ^{27}Al de l'aliquote est indispensable pour déterminer la concentration de la solution prête à être traitée

chimiquement (de par la connaissance du facteur de dilution et des proportions massiques), et la teneur en ^{26}Al de l'échantillon après détermination du rapport $^{26}Al/^{27}Al$ *via* ASTER.

Pour ce faire, une fraction de l'aliquote est prélevée de manière à obtenir entre 7 et 10 mL d'une solution fille diluée entre 30 et 100 fois dans HNO_3 2% relativement à la solution mère (de même que les solutions standards, et pour réduire les possibilités d'interférences induites par le chlore à l'ICP-OES). En parallèle, 7 solutions étalons sont préparées à partir d'une solution commerciale Merck de 999 ± 2 mg/L, ainsi que deux solutions à partir d'une solution commerciale Fluka TraceCert à 985 ± 2 µg/g (QC1 et QC2). Les solutions étalons seront mesurées en début et en fin de *batch*, afin de vérifier la reproductibilité des mesures et de quantifier une éventuelle dérive. Les solutions QC1 et QC2 sont placées toutes les 5 ou 10 mesures selon la quantité d'échantillons, afin de caractériser une éventuelle dérive instrumentale.

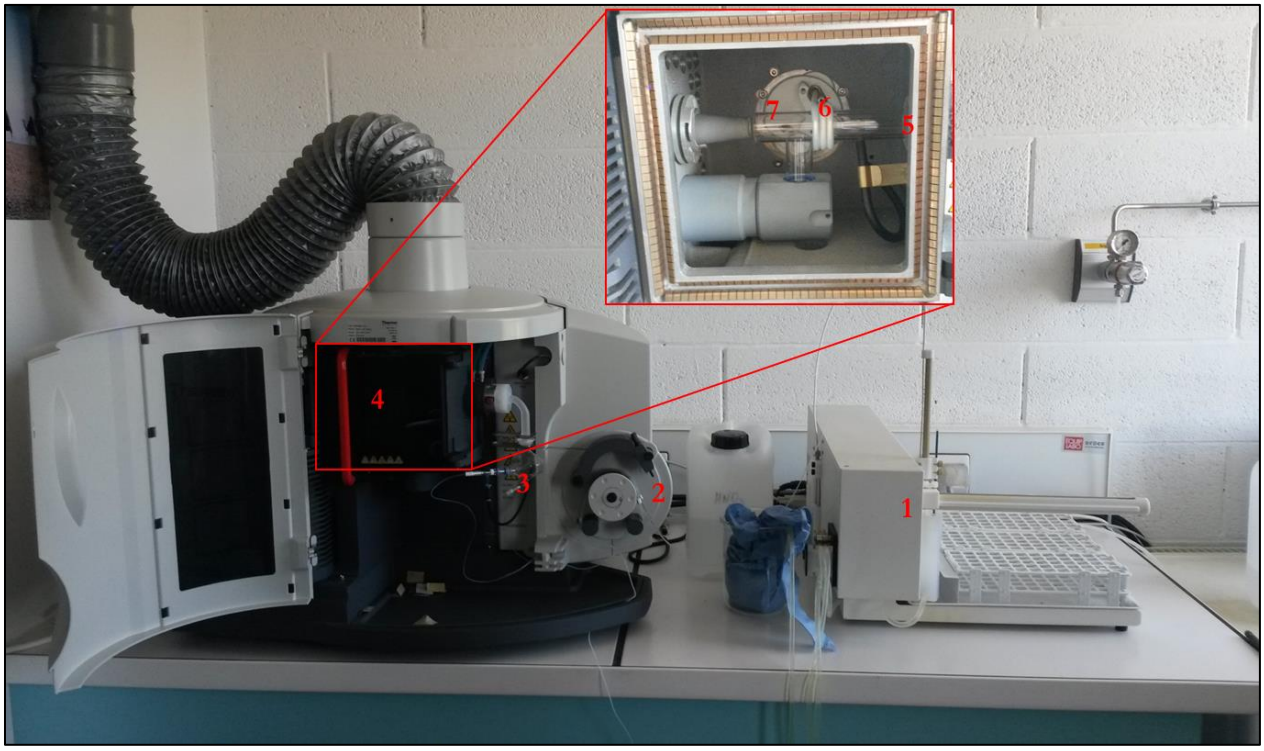


Figure 3-22 : Photographie de l'ICP-OES modèle ICAP 6500 double visée axiale-radiale. 1) Passeur automatisé prélevant les échantillons stockés dans les racks d'analyses. 2) Pompe péristaltique par laquelle l'échantillon est pompé pour entrer dans le nébuliseur, et par lequel l'excédent d'échantillon est évacué après passage dans le dispositif. 3) Nébuliseur et chambre de nébulisation, où l'échantillon est transformé en aérosol avec circulation d'Ar (gaz de nébulisation). 4) Torche à plasma (fermée) dont le détail est donné ci-après. 5) Injecteur par lequel l'échantillon pénètre dans la torche. 6) Inducteur connecté à un générateur radiofréquence, et dans lequel circule un liquide de refroidissement. 7) Torche en quartz où le plasma est créé, et dans lequel transite de l'Ar, le gaz plasmagène.

Les solutions sont disposées sur le passeur automatique puis mesurées après prélèvement par une pompe péristaltique. L'échantillon prélevé est ensuite envoyé dans une chambre de nébulisation où des gouttelettes de tailles diverses sont produites. Une partie des gouttelettes est envoyée dans un plasma induit d'argon d'environ 6000 K dans sa zone analytique, température permettant d'atomiser, d'ioniser et d'exciter thermiquement les espèces en présence. La caractérisation pratiquée ici repose sur l'analyse de la lumière émise par les ions excités. En effet, les électrons changent de niveau énergétique et émettent une radiation lumineuse à une longueur d'onde aux alentours de 10^2 nm en retournant à leur état initial. Les photons produits, caractéristiques d'une longueur d'onde et d'une énergie données sont séparés et arrivent sur le détecteur, identifiés et leurs intensités mesurés par le spectromètre. Les intensités des radiations sont proportionnelles à la concentration de l'élément en solution, car chaque élément émet dans une gamme de longueurs d'ondes caractéristiques.

En premier lieu, une droite d'étalonnage est réalisée. Les intensités moyennes des solutions étalon sont mesurées selon deux longueurs d'onde caractéristiques, à 394 et à 396 nm en visée axiale, avant un cycle de rinçage au HNO_3 2%. Les échantillons sont mesurés de la même manière et leur concentration est déduite de la droite d'étalonnage pour chaque longueur d'onde. Théoriquement, cette technique ne permet pas de discriminer les isotopes de l'aluminium, et la concentration obtenue est la teneur totale en aluminium. Toutefois, naturellement, le rapport $^{26}Al/^{27}Al$ mesuré sur ASTER est situé entre 10^{-15} et 10^{-12} concernant nos échantillons, justifiant le fait que les valeurs déterminées par ICP-OES soient représentatives de la seule concentration en ^{27}Al.

Si la quantité d'aluminium déterminée par ce procédé est inférieure à 2.10^{19} atomes, du *spike* commercial est ainsi ajouté afin de parvenir à cette limite théorique indispensable pour la mesure sur ASTER.

5.2.5.3- Spectrométrie de masse par accélérateur

L'instrument national spectromètre de masse par accélérateur ASTER localisé au Cerege permet de compter le nombre d'atomes d'un élément d'intérêt caractérisé par une masse et un numéro atomique présents dans un échantillon. Pour ce qui concerne ce travail, la mesure des rapports $^{10}Be/^{9}Be$ et $^{26}Al/^{27}Al$ permet de déduire la concentration en ^{10}Be et en ^{26}Al d'un échantillon moyennant la connaissance de ses concentrations en ^{9}Be et en ^{27}Al.

Le mode de production des nucléides cosmogéniques engendre le fait qu'ils soient très peu abondants dans les milieux naturels, à l'inverse de leurs isotopes et isobares (Bourlès, 2008).

Ainsi, la concentration en ^{10}Be est 10^8 fois plus faible que celles en l'isotope stable ^{9}Be et en l'isobare stable ^{10}B, et ce même si leurs abondances naturelles relatives sont faibles. Or, la spectrométrie de masse classique a deux limitations importantes : la résolution en masse et le niveau de séparation. Même en trouvant un compromis entre la résolution en masse et l'efficacité de transmission de l'aimant afin de séparer l'isobare, le niveau de séparation ne peut être supérieur à 10^5 voire 10^6. Cette technique ne pourra donc être utilisée avec efficience. C'est dans cette optique qu'a émergé dans les années 80' la technique de la spectrométrie de masse par accélérateur (Figure 3-23).

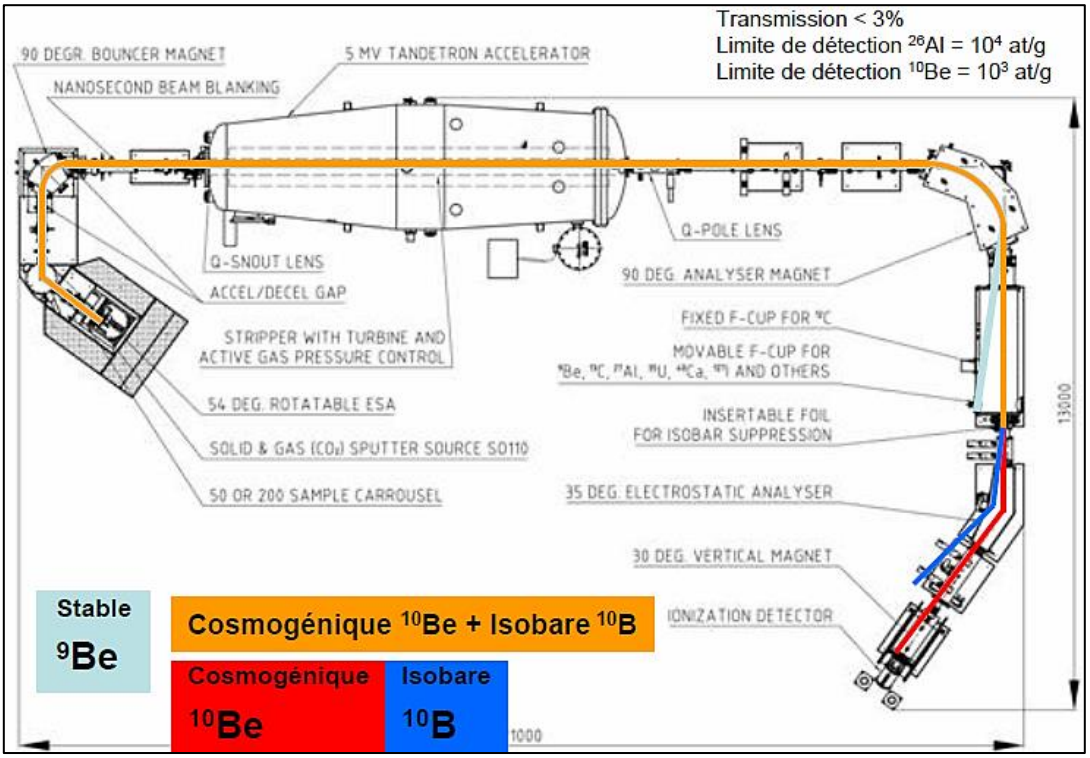


Figure 3-23 : Dessin technique du SMA ASTER (source D.L. Bourlès). Le trajet d'éléments choisis est figuré en couleurs. L'échantillon est bombardé par des ions césium au niveau la source, produisant un faisceau d'ions négatifs. Ils subissent une analyse en impulsion dans un premier aimant. Puis les ions sont accélérés (40-100 keV) et passent par un analyseur magnétique. Ensuite, les anions sont accélérés jusqu'à plusieurs MeV et transformés en cations suite à l'arrachement des électrons induit par la traversée d'une feuille à gaz à pompage différentiel. La mesure des isotopes du Be se déroule à une tension nominale de 4,5 MV, et de 2,7 MV pour ceux de l'Al. Ces cations sont une seconde fois accélérés et passent dans un second champ magnétique, traversent une fine épaisseur de matière où ils perdent de l'énergie proportionnellement à leur numéro atomique, puis dans un déflecteur électrostatique, un troisième secteur magnétique avant d'atteindre le détecteur. La mesure des isotopes stables se fait sous forme de courant électrique au niveau de cages de Faraday situées après le deuxième secteur magnétique. Une animation élaborée par G. Aumaître, est disponible sur le lien suivant : http://www.cerege.fr/fr/ams-principe.



Figure 3-24 : A – Photographie panoramique de l'AMS ASTER (photographie G. Aumaître). La ligne d'injection comprend la source et l'aimant d'injection. L'accélérateur est au centre de l'AMS. La ligne d'analyse comprend tout l'appareillage en sortie d'accélérateur ; B – Carrousel

pouvant contenir jusqu'à 200 cathodes à introduire dans la source de l'AMS ASTER ; C – Système d'injection composé de la source d'ions hybride SO-110, d'un analyseur électrostatique sphérique et d'un aimant avec chambre à vide. La source est une chambre d'ionisation contenant du césium vaporisé, qui par bombardement permettent d'obtenir BeO^- et Al^- (Mg^- étant instable, il est stratégiquement plus intéressant de produire cette espèce, au contraire des AMS équipé d'un *gas filled magnet*) ; D – Accélérateur 5 MV Tandetron™. Les ions sont accélérés à 0 V à l'entrée, puis à la tension nominale de mesure au centre, avant de franchir le canal d'épluchage. Dans celui-ci circule de l'Ar cassant les anions pour produire les cations Be^{2+}, accélérés ensuite jusqu'à la masse de sortie du tank ; E – Système d'analyse composé de l'électroaimant d'analyse (à gauche), des cuillères de Faraday et des systèmes à crémaillères pour l'introduction des feuilles de nitrure de silicium. Les ions $^9Be^{2+}$ fortement déviés parviennent à la cuillère de Faraday afférente, tandis que les $^{10}Be^{2+}$ traversent la feuille. Les ions Be^{4+} ont ainsi une énergie suffisante pour traverser ce système. ; F – Déflecteur électrostatique et détecteur composé de la chambre d'ionisation à gaz et de quatre anodes. Les ions B^{3+} formés au passage de la feuille sont plus déviés que les Be^{4+} au passage du déflecteur et sont éliminés. Les Be^{4+} parviennent jusqu'aux quatre chambres gazeuses du détecteur, réglées à une pression spécifique pour que seul cet élément puisse y transiter. La détection simultanée d'un signal acquis au niveau des quatre électrodes est alors comptabilisée comme un « coup », correspondant à un atome de ^{10}Be.

Pour identifier, détecter et compter les atomes étudiés, il faut avoir accès à l'ensemble des propriétés nucléaires de l'élément : son nombre de masse (auquel correspond un seul rayon de courbure dans un champ magnétique donné) et son numéro atomique (auquel correspond une perte d'énergie spécifique dans une épaisseur de matière donnée). Une source à bombardement ionique (césium ; Figure 3-24C) est utilisée pour ioniser la cible résultant du traitement chimique d'un échantillon se trouvant dans la source. Les ions produits en sont ensuite extraits par une différence de potentiel en direction du premier secteur magnétique et des divers autres systèmes nécessaires à l'analyse. L'utilisation de la caractéristique de la perte d'énergie dans une faible épaisseur de matière proportionnellement au carré de leur numéro atomique, suivie de la détection (caractérisation dans un détecteur adéquat de l'atome à analyser), n'est possible que si l'élément possède une énergie suffisamment élevée pour que ces deux étapes puissent être réalisées successivement. C'est pourquoi, de manière très schématique, la SMA introduit un étage d'accélération entre la partie source et la partie analyse d'un spectromètre de masse classique (Figure 3-23 et Figure 3-24). Ce dernier utilise le principe de la déviation différente d'ions de même charge électrique mais de masses différentes se déplaçant dans un champ magnétique, ce qui permet de trier des isotopes selon leur masse atomique. L'accélération (Figure 3-24D), en communiquant aux espèces ioniques produites dans la source une énergie conséquente, rend

quant à elle possible à la fois l'élimination des interférences moléculaires grâce à leur dissociation dans un secteur dédié de l'instrument , et l'accès au numéro atomique des ions sélectionnés selon leur masse grâce à la perte d'énergie différentielle lors de la traversée d'un fine épaisseur de matière. Par exemple, les ions béryllium se voient donc communiquer une énergie suffisante pour qu'en traversant la feuille mince (1 μm) de nitrure de silicium (Si_3N_4) dont l'épaisseur et la densité sont connues, les atomes de bore (Z = 5) perdent davantage d'énergie que ceux de béryllium (Z = 4).

Cette propriété a été formalisée par Bethe (1930) :

$$\frac{dE}{dx} = k.\frac{Z^2}{v^2}$$

Ainsi, des particules traversant une épaisseur dx, à une vitesse v, perdent une certaine quantité d'énergie dE proportionnellement au carré de leur numéro atomique Z. La caractérisation du numéro atomique est donc accessible *via* la mesure de la perte d'énergie des particules à la traversée de la feuille calibrée.

5.2.5.3- Traitement des résultats des mesures

La concentration d'un l'échantillon en ^{10}Be est obtenue suite à la mesure par SMA du rapport $(^{10}Be/^{9}Be)_{éch}$. Il convient aussi de préciser que les facteurs géographiques sont également pris en compte *via* un travail sous Système d'information géographique (SIG). Une cartographie géologique de la zone est réalisée et le Modèle numérique de terrain du secteur est élaboré et travaillé de manière à extraire le réseau de drainage et le bassin versant étudié. Les zones riches en quartz sont ensuite isolées *via* des systèmes de masques, ce qui permet d'obtenir leurs caractéristiques en termes de topographie (écrantage), d'altitude, de latitude, etc. Ces données, combinées aux travaux existants sur les taux de production à la latitude et à l'altitude étudiées, permettent d'obtenir un taux de production local du nucléide cosmogénique étudié.

Dans un premier temps, il faut connaître la quantité de ^{9}Be dans l'échantillon, à la fois ajoutée et présente naturellement. Ainsi moyennant la connaissance de la masse de l'entraîneur ajoutée (m_{spike}), sa concentration C_{spike}, de la masse molaire du ^{9}Be (M_9 = 9,012 g/mol) et du nombre d'Avogadro ($N_A = 6{,}022.10^{23}$ mol^{-1}), la teneur en ^{9}Be est obtenue via la formule suivante :

$$^{9}Be = \frac{m_{spike} \times C_{spike} \times N_A}{M_9}$$

Ce que l'on obtient du SMA est un rapport entre le nombre de coups (c.à.d. d'atomes captés par les détecteurs) de ^{10}Be et de ^{9}Be. Ce rapport est normalisé au rapport du standard ^{10}Be /^{9}Be SRM 4325 NIST qui a une valeur de 2,79 ± 0,03.10^{-11} (Nishiizumi *et al.*, 2007).

La concentration en béryllium ^{10}Be est le nombre d'atomes de béryllium 10 par gramme de quartz dissous (m_{quartz}). Ainsi :

$$^{10}\mathrm{Be} = \left[\left(\frac{^{10}\mathrm{Be}}{^{9}\mathrm{Be}}\right)_{\text{éch}} - \left(\frac{^{10}\mathrm{Be}}{^{9}\mathrm{Be}}\right)_{\text{blanc}}\right] \times \frac{^{9}\mathrm{Be}}{m_{\text{quartz}}}$$

L'incertitude du rapport isotopique 1σ dépend de l'erreur analytique (σ_{ana}) et de la propagation de l'erreur du blanc sur l'échantillon. L'incertitude ^{10}Be/^{9}Be fournie en sortie d'ASTER, correspond à la fois à l'incertitude de la mesure (statistique), à l'incertitude du standard (certification), à l'incertitude de la moyenne des mesures d'étalons (machine) et à l'erreur systématique (machine, Arnold, 2010 : 0.5%). Concernant le « blanc », l'erreur est calculée en prenant en compte l'erreur analytique du blanc (σ_{BK}) et est obtenue en divisant le rapport isotopique du blanc par le rapport isotopique de l'échantillon.

$$\sigma_{10} = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{ana}}{100}\right)^2 + \sigma_{BK} \times \left[\frac{\left(^{10}\mathrm{Be}/^{9}\mathrm{Be}\right)_{\text{blanc}} \div \left(^{10}\mathrm{Be}/^{9}\mathrm{Be}\right)_{\text{éch}}}{100}\right]^2}$$

Les calculs sont effectués de même pour le ^{26}Al en fonction des rapports ^{26}Al/^{27}Al acquis.

Enfin les durées d'enfouissement sont obtenues en considérant les rapports ^{26}Al/^{10}Be. $R(t)$ représente le rapport à l'instant t et Ri le rapport initial.

$$t = \frac{1}{\lambda_{10} - \lambda_{26}} \ln \frac{R(t)}{Ri}$$

Et l'incertitude sur la durée d'enfouissement σ_t est obtenue en considérant l'erreur sur le rapport isotopique $\sigma_{R(t)}$:

$$\sigma_{R(t)} = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{26}}{^{10}\mathrm{Be}}\right)^2 + \left[\left(\frac{^{26}\mathrm{Al}}{^{10}\mathrm{Be}^2}\right) \times \sigma_{10}\right]^2}$$

D'où :

$$\sigma_t = \frac{1}{\lambda_{10} - \lambda_{26}} \times \frac{\sigma_{R(t)}}{R(t)}$$

Références bibliographiques associées à la partie

Aguilar, G., Carretier, S., Regard, V., Vassallo, R., Riquelme, R. & Martinod, J. **2014**. Grain size dependent 10Be concentrations in alluvial stream sediment of the Huasco Valley, Semiarid Andes region. *Quaternary Geochronology*, 19, 163-172.

Anderson, R. S.; Repka, J. L. & Dick, G. S. **1996**. Explicit treatment of inheritance in dating depositional surfaces using in situ 10Be and 26Al. *Geology*, 24, 47-51

Anthony, D.M., Granger, D.E. **2004**. A Late Tertiary origin for multilevel caves along the western escarpment of the Cumberland Plateau, Tennessee and Kentucky, established by cosmogenic 26Al and 10Be. *Journal of Cave and Karst Studies*, 66, 46–55.

Anthony, D.M., Granger, D.E. **2007**. A new chronology for the age of Appalachian erosional surfaces determined by cosmogenic nuclides in cave sediments. *Earth Surface Processes and Landforms*, 32, 874–887.

Balco, G. & Rovey II, C.W. **2008**. An isochron method for cosmogenic-nuclide dating of buried soils and sediments. *American Journal of Science*, 308(10), 1083-1114.

Balco, G., Briner, J.P., Finkel, R.C., Rayburn, J.A., Ridge, J.C., and Schaefer, J.M. **2009**. Regional beryllium-10 production rate calibration for late-glacial northeastern North America, *Quaternary Geochronology*, 4, 93-107.

Balco, G., and Shuster, D.L. **2009**. Al-26 – Be-10 – Ne-21 burial dating. *Earth and Planetary Science Letters*, 286(3-4), 570-575.

Balco, G. & Rovey II, C.W. **2010**. Absolution chronology for major Pleistocene advances of the Laurentide Ice Sheet. *Geology*, 38(9), 795-798.

Balco, G., Soreghan, G.S., Sweet, D.E., Marra, K.R., Bierman, P.R. **2013**. Cosmogenic-nuclide burial ages for Pleistocene sedimentary fill in Unaweep Canyon, Colorado, USA. *Quaternary Geochronology*, 18, 149-157

Baroni, M., Bard, E., Petit, J.R., Magand, O., and Bourlès, D.L. **2011**. Volcanic and Solar Activity, and Atmospheric Circulation Influences on Cosmogenic 10Be Fallout at Vostok and Concordia (Antarctica) Over the Last 60 years. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 75, 7132-7145

Bethe, H. **1930**. Zur Theorie des Durchgangs schneller

Korpuskularstrahlen durch Materie. *Annalen der Physik*, 397, 325-400.

Bourlès D. **2008**. Quantification en géosciences de la surface par les nucléides cosmogéniques. In *Géosciences de l'environnement : traceurs isotopiques, pédologiques, magnétiques* (Nahon D., Bottero J-Y., Bourlès D., Hamelin B. & Thouveny N.). Vuibert, pp 83-126.

Braucher, R., E.T. Brown, D.L. Bourles, and F. Colin. **2003**. In situ produced ^{10}Be measurements at great depths: implications for production rates by fast muons. *Earth and Planetary Science Letters*, 211, 251-258.

Braucher, R., Merchel, S., Borgomano, J., and Bourlès, D.L. **2011**. Production of cosmogenic radionuclides at great depth: a multi element approach. *Earth and Planetary Science Letters*, 309, 1–9.

Briner, J.P., Young, N.E., Goehring, B.M., and Schaefer, J.M. **2012**. Constraining Holocene ^{10}Be production rates in Greenland. *Journal of Quaternary Science*, 27(1), 2-6.

Calvet, M., Gunnell, Y., Braucher, R., Hez, G., Bourles, D., Guillou, V., Delmas, M. & ASTER Team. **2015**. Groundwater karst as a proxy for measuring post-orogenic uplift : evidence from alluvium-filled-cave cosmogenic dating in the Pyrenees. *Geomorphology*, 246, 617-633. doi:10.1016/j.geomorph.2015.07.013

Carretier, S., Regard, V., Soual, C. **2009**. Theoretical cosmogenic nuclide concentration in river bed load clasts: Does it depend on clast size? *Quaternary Geochronology*, 4, 108-123

Carretier, S., Regard, V., Vassallo, R., Aguilar, J., Martinod, J.,Riquelme, R., Christophoul, F., Charrier, R., Gayer, E., Farías, M., Audin, L. & Lagane, C. **2015**. Differences in 10Be concentrations between river sand, gravel and pebbles along the western side of the Central Andes. *Quaternary Geochronology*, 27, 33-51.

Chmeleff, J.; von Blanckenburg, F.; Kossert, K.; Jakob, D. **2010**. Determination of the 10Be half-life by multicollector ICP-MS and liquid scintillation counting. *Nucl. Instrum Methods Phys. Res. Sect. B*, 268, 192–199

Dunai, T. J. **2010**. Cosmogenic Nuclides, Principles, Concepts and Applications in the Earth Surface Sciences. *Cambridge University Press*, 198 pages; ISBN-13: 9780521873802

Eberhardt, P., Eugster, O. & Marti, K. **1965**. A redetermination of the isotopic composition of atmospheric neon, *Z. Naturforschung*, 20a, 623 – 624.

Fenton, C.R., Hermanns, R.L., Blikra, L.H., Kubik, P.W., Bryant, C., Niedermann, S., Meixner, A., and Goethals, M.M. **2011**. Regional ^{10}Be production rate calibration for the past 12 ka deduced

from the radiocarbon-dated Grotlandsura and Russenes rock avalanches at 69°N, Norway. *Quaternary Geochronology*, 6, 437-452.

Fujioka, T., Chappell, J., Keith, F.L., Rhodes, E.J. **2009**. Australian desert dune fields initiated with Pliocene-Pleistocene global climatic shift. *Geology*, 37, 51-54.

Goehring, B.M., Lohne, Ø.S., Mangerud, J., Svendsen, J.I., Gyllencreutz, R., Schaefer, J.M., and Finkel, R.C. **2012**. Late Glacial and Holocene beryllium-10 production rates for western Norway. *Journal of Quaternary Science*, 27, 89–96.

Gosse, J. C. & Phillips, F. M. **2001**. Terrestrial in situ cosmogenic nuclides: theory and application. *Quaternary Science Reviews*, 20, 1475-1560, doi: 10.1016/S0277-3791(00)00171-2

Granger, D.E., Kirchner, J.W., Finkel, R.C. **1997**. Quaternary downcutting rate of the New River, Virginia, measured from differential decay of cosmogenic ^{26}Al and ^{10}Be in cave-deposited alluvium. *Geology,* 25, 107–110.

Granger E.D., Muzikar P.F. **2001**. Dating sediment burial with in situ-produced cosmogenic nuclides: theory, techniques, and limitations, *Earth and Planetary Science Letters,* 188: 269-281

Granger, D.E., Fabel, D., Palmer, A.N. **2001**. Pliocene–Pleistocene incision of the Green River, Kentucky, determined from radioactive decay of cosmogenic ^{26}Al and ^{10}Be in Mammoth Cave sediments. *Geological Society America Bulletin*, 113, 825–836.

Granger, D.E. **2006** - A review of burial dating methods using 26Al and 10Be., *In* L.L. Siame, D.L. Bourlès, and E.T. Brown (eds.), *In Situ-Produced Cosmogenic Nuclides and Quantification of Geological Processes,* Geological Society of America, special paper, 415, 1–16.

Granger, D.E., Gibbon, R.J., Kuman, K., Clarke, R.J., Bruxelles, L., and Caffee, MW. **2015**. New cosmogenic burial ages for Sterkfontein Member 2 *Australopithecus* and Member 5 Oldowan. *Nature*, 7554(522), 85-88.

Hancock, G. S.; Anderson, R. S.; Chadwick, O. A. & Finkel, R. C. **1999**. Dating fluvial terraces with 10Be and 26Al profiles: Application to the Wind River, Wyoming. *Geomorphology*, 27, 41-60, doi: 10.1016/S0169-555X(98)00089-0

Häuselmann P., Granger D.E. **2005**. Dating of caves by cosmogenic nuclides: method, possibilities, and the Siebenhengste example (Switzerland). *Acta Carsologica*, 34(1), 93-100.

Häuselmann, P., Granger, D.E., Jeannin, P.-Y., Lauritzen, S.-E. **2007**. Abrupt glacial valley incision at 0.8 Ma dated

from cave deposits in Switzerland. *Geology*, 35, 143–146.

Häuselmann P. **2007**. How to date nothing with cosmogenic nuclides. *Acta Carsologica*, 36(1), 93-100.

Häuselmann, P., Mihevc, A., Pruner, P., Horáček, I., Čermák, S., Hercman, H., Sahy, D., Fiebig, M., Hajna, N.Z., Bosák, P. **2015**. Snežna jama (Slovenia): interdisciplinary dating of cave sediments and implication for landscape evolution. *Geomorphology*, 247, 10-24.

Heisinger, B., Lal, D., Jull, A. J. T., Kubik, P., Ivy-Ochs, S., Neumaier, S., Knie, K., Lazarev, V. and Nolte, E. **2002a.** Production of selected cosmogenic radionuclides by muons 1. Fast muons, *Earth and Planetary Science Letters*, 200: 345–355.

Heisinger, B., Lal, D., Jull, A. J. T., Kubik, P., Ivy-Ochs, S., Knie, K. and Nolte, E. **2002b**. Production of selected cosmogenic radionuclides by muons: 2. Capture of negative muons, *Earth and Planetary Science Letters*, 200, 357–369.

Hobléa F., Häuselmann P., Kubik P. **2011**. Cosmogenic nuclide dating of cave deposits of Mount Granier (Hauts de Chartreuse Nature Reserve, France): morphogenic and paleogeographical implications. *Géomorphologie : relief, processus, environnement*, 4, 395-406.

Honda, M., Zhang, X., Phillips, D., Hamilton, D., Deerberg, M., Schwieters, J.B. **2015**. Redetermination of the ^{21}Ne relative abundance of the atmosphere, using a high resolution, multi-collector noble gas mass spectrometer (HELIX-MC Plus). *International Journal of Mass Spectrometry*, 387, 1–7

Hu, X., Kirby, E., Pan, B., Granger, D.E., Sun H. **2011**. Cosmogenic burial ages reveal sediment reservoir dynamics along the Yellow River, China. *Geology*, 39, 839-842.

Jull, A.J.T., Wilson, A.E., Donahue, D.J., Toolin, L.J., and Burr, G.S. **1992**. Measurements of cosmogenic ^{14}C produced by spallation in high-altitude rocks. *Radiocarbon*, 34, 737-744.

Klein, J., Giegengack, R., Middleton, R., Sharma, P., Underwood, J. R. and Weeks, W. A., **1986**. Revealing histories of exposure using in-situ produced 26Al and 10Be in Libyan desert glass, *Radiocarbon* 28 547–555.

Kober, F., Ivy-Ochs, S., Leya, I., Baur, H., Magna, T., Wieler, R., Kubik, P.W. **2005**. In situ cosmogenic ^{10}Be and ^{21}Ne in sanidine and in situ cosmogenic ^{3}He in Fe–Ti-oxide minerals. *Earth and Planetary Science Letters*, 236,404.

Kohl, C. & Nishiizumi, K. **1992**. Chemical isolation of quartz for measurement of

in situ produced cosmogenic nuclides. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 56, 3583-3587, doi: 10.1016/0016-7037(92)90401-4

Korschinek, G.; Bergmaier, A.; Faestermann, T.; Gerstmann, U.C.; Knie, K.; Rugel, G.; Wallner, A.; Dillmann, I.; Dollinger, G.; Lierse von Gostomski, C.; Kossert, K.; Maiti, M.; Poutivtsev, M. & Remmert, A. **2010**. A new value for the 10Be half-life by heavy ion elastic recoil detection and liquid scintillation counting. *Nucl. Instrum. Meth.* 268, 187–191.

Korschinek, G.; Bergmaier, A.; Dillmann, I.; Faestermann, T.; Gerstmann, U.C.; Knie, K.; Lierse von Gostomski, C.; Maiti, M.; Poutivtsev, M.; Remmert, A.; Rugel, G. & Wallner, A. **2009**. Determination of the 10Be half-life by HI-IRD and liquid scintillation counting, *Geochimica et Cosmochimica Acta*. 73, A685

Lal, D. **1991**. Cosmic ray labeling of erosion surfaces: *in situ* nuclide production rates and erosion models. *Earth and Planetary Science Letters*, 104, 424-439.

Laureano, F.V., Karmann, I., Granger, D.E., Auler, A.S., Almeida, R.P., Cruz, F.W., Strícks, N.M., Novello, V.F. **2016**. Two million years of river and cave aggradation in NE Brazil: Implications for speleogenesis and landscape evolution. *Geomorphology*, 273, 66-77.

Lederer, C.M., Shirley, V.S., Browne, W., Diairiki, J.M., Doebler, R.E., Shihab-Eldin, A.A., Jardine, L.J., Tuli, J.K, and Buyrn, A.B. **1978**. Tables of isotopes. New York: *John Wiley & Sons, Inc.*, 690 pp.

Liu Y., Wang S., Xu S., Liu X., Fabel D., Zhang X., Luo W., Cheng A. **2013**. New evidence for the incision history of the Liuchong River, Southwest China, from cosmogenic 26Al/10Be burial ages in cave sediments, *Journal of Asian Earth Sciences*, 73, 274–283.

Matmon, A., Ron, H., Chazan, M., Porat, N., Horwitz, L.K. **2012**. Reconstructing the history of sediment deposition in caves: the case study from Wonderwerk Cave, South Africa. *Geological Society of America Bulletin*, 124, 611-625.

McPhillips, D., Hoke, G.D., Liu-Zeng, J., Bierman, P.R., Rood, D.H., and Niedermann, S. **2016**. Dating the incision of the Yantze River gorge at the First Bend using three-nuclide burial ages. *Geophysical Research Letters*, 43(1), 101-110

Medynski, S. **2013**. Interactions entre phénomènes tectoniques et magmatiques en contexte d'extension : l'exemple du segment de rift de Dabbahu. Thèse de doctorat. Université de Lorraine, France. 266 pp.

Merchel, S., Arnold, M., Aumaître, G., Benedetti, L., Bourlès, D.L., Braucher, R., Alfimov, V., Freeman, S.P.H.T., Steier, P., & Wallner, A. **2008**. Towards more precise ^{10}Be and ^{36}Cl data from measurements at the 10^{-14} level: Influence of sample preparation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 266(22), 4921–4926

Niedermann, S. **2002**. Cosmic-ray-produced noble gases in terrestrial rocks: dating tools for surface processes. *Rev. Mineral. Geochem*, 47, 731-784.

Nier, A.O. **1950**. A redetermination of the relative abundances of the isotopes of neon, krypton, rubidium, xenon and mercury. *Physical Review*, 79, 450 - 454.

Nishiizumi, K.; Imamura, M.; Caffee, M.W.; Southon, J.R.; Finkel, R.C.; McAninch, J. **2007**. Absolute calibration of ^{10}Be AMS standards. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B* 258, 403–413.

Nishiizumi, K. **2004**. Preparation of 26Al AMS standards, *Nucl.Instr. Meth. Phys. Res. B*. 223. 388-392.

Puchol, N. **2013**. Détermination des paleo-taux d'érosion par l'utilisation des isotopes cosmogéniques. Cas de la transition Pliocène-Pleistocene. Thèse de doctorat. Université de Lorraine, France. 267 pp.

Puchol, N.; Lavé, J.; Lupker, M.; Blard, P.-H.; Gallo, F. & France-Lanord, C. **2014**. Grain-size dependent concentration of cosmogenic 10Be and erosion dynamics in a landslide-dominated Himalayan watershed, *Geomorphology*, 224, 55 - 68, doi: 10.1016/j.geomorph.2014.06.019

Refsnider, K.A. **2010**. Dramatic increase in late Cenozoic alpine erosion rates recorded by cave sediment in the southern Rocky Mountains. *Earth and Planetary Science Letters*, 297, 505–511.

Repka, J. L.; Anderson, R. S. & Finkel, R. C. **1997**. Cosmogenic dating of fluvial terraces, Fremont River, Utah, *Earth and Planetary Science Letters*, 152, 59-73, doi: 10.1016/S0012-821X(97)00149-0

Rodés Bolumburu, A. **2008**. La última deglaciación en los Pirineos: Datación de superficies de expocisión mediante ^{10}Be, y modelado numérico de paleoglaciares. Thèse de doctorat. Université de Barcelone, Espagne. 238 pp.

Rouxel, D., et Weber, B. **2015**. Surface des solides – Physisorption – Chimisorption – Ségrégation. *Techniques de l'Ingénieur – États de la matière*, AF 3680, 19 pp., 2ème édition.

Samworth, E.A., Warburton, E.K., Engelbertink, G.A.P. **1972**. Beta decay of the ^{26}Al ground state. *Physical Review*, C5, 138-142.

Stock, G.M., Anderson, R.S., Finkel, R.C. **2004**. Cave sediments reveal pace of landscape evolution in the Sierra Nevada, California. *Geology* **32**, 193–196.

Stock, G.M., Granger, D.E., Anderson, R.S., Sasowsky, I.D., Finkel, R.C. **2005a**. Dating cave deposits for use in landscape evolution studies: insights from caves in the Sierra Nevada, California. *Earth and Planetary Science Letters*, 236, 388–403.

Stock, G.M., Granger, D.E., Sasowsky, I.D., Anderson, R.S., Finkel, R.C. **2005b**. Comparison of U/Th, paleomagnetism, and cosmogenic burial methods for dating caves: implications for landscape evolution studies. *Earth and Planetary Science Letters*, 236, 388–403.

Stock G.M., Anderson R., Finkel R.C. **2005c**. Rates of erosion and topographic evolution of the Sierra Nevada, California, inferred from cosmogenic ^{26}Al and ^{10}Be concentrations. *Earth Surface Processes and Landforms*, Special Issue: *Quantifying Rates and Timescales of Geomorphic Processes: Part 1*. 30, 8, 985–1006.

Tassy A., Mocochain L., Bellier O., Braucher R., Gattacceca J., Bourlès D. **2013**. Coupling cosmogenic dating and magnetostratigraphy to constrain the chronological evolution of peri-Mediterranean karsts during the Messinian and the Pliocene: Example of Ardèche Valley, Southern France, *Geomorphology*, 189, 81–92.

Vermeesch, P., Balco, G., Blard, P.-H., Dunai, T.J., Kober, F., Niedermann, S., Shuster, D.L., Strasky, S., Finlay, F.M., Wieler, R. & Zimmermann, L. **2012**. Interlaboratory comparison of cosmogenic ^{21}Ne in quartz. *Quaternary Geochronology*, 26, 20-28, doi:10.1016/j.quageo.2012.11.009

von Blanckenburg, F. **2005**. The control mechanisms of erosion and weathering at basin scale from cosmogenic nuclides in river sediment. *Earth and Planetary Science Letters*, 237**,** 462-479.

Wagner, T., Fabel, D., Fiebig, M., Häuselmann, P., Sahy, D., Xu, S., Stüwe, K. **2010**. Young uplift in the non-glaciated parts of the Eastern Alps. *Earth and Planetary Science Letters*, 295**,** 159–169.

Wagner T., Fritz H., Stüwe K., Nestroy O., Rodnight H., Hellstrom J., Benischke R. **2011**. Correlations of cave levels, stream terraces and planation surfaces along the River Mur—Timing of landscape evolution along the eastern margin of the Alps. *Geomorphology*, 134, 62–78.

Zimmermann, L., Blard, P.-H., Burnard, P., Medynski, S., Pik, R. & Puchol, N.

2012. A New Single Vacuum Furnace Design for Cosmogenic 3He Dating. *Geostandards and Geoanalytical Research*, 36(2), 121-129.

Zimmermann, L. & Marty, B. **2014**. Méthodes d'extraction des gaz rares sous ultravide. *Techniques de l'Ingénieur – Fabrication des grands produits industriels en chimie et pétrochimie*, J 6632, 18 pp.

Zimmermann, L. & Füri, E. **2015**. Purification des gaz rares sous ultravide – Enceinte de purification. *Techniques de l'Ingénieur – Fabrication des grands produits industriels en chimie et pétrochimie*, J 6634, 18 pp.

Zimmermann, L., Füri, E. & Burnard, P. **2015**. Purification des gaz rares sous ultravide – Méthodes de purification. *Techniques de l'Ingénieur – Fabrication des grands produits industriels en chimie et pétrochimie*, J 6635, 17 pp.

Zimmermann, L., Avice, G., Blard, P.-H., Marty, B., Füri, E. & Burnard, P. **2017**. A new all-metal induction furnace for noble gas analysis. *DINGUE 2017 workshop, 12th and 13th August 2017, Goldschmidt 2017, Paris, France.*

Chapitre Quatre

Quantification de l'évolution des paysages par les techniques de dosimétrie RPE et OSL



Prélèvement en cours à proximité de la salle des Colonnes

Réseau d'En Gorner – Photo G. Hez

« La science de la réalité ne se contente plus du comment phénoménologique ; elle cherche le pourquoi mathématique. »

« Une expérience scientifique est […] alors une expérience qui contredit l'expérience commune. »

G. Bachelard – La formation de l'Esprit scientifique

Contenu du Chapitre Quatre

1- Notions de base 195
1.1- Principe général 195
1.2- Atomistique, notion de spin et délocalisation des électrons 195
2.- Principe de la datation par résonance paramagnétique électronique 198
2.1- Résonance paramagnétique électronique 198
2.2- Application de la datation par RPE aux quartz 200
2.2.1 – Centres paramagnétiques du quartz et application à la géochronologie 200
2.2.2- Blanchiment du quartz et applications géochronologiques 201
2.3- Stratégie d'échantillonnage 204
2.4- Traitement des échantillons et détermination de l'âge des échantillons 206
2.4.1- Équation générale 206
2.4.2- Obtention de quartz pur en vue des mesures RPE 207
2.4.3- Irradiation et blanchiment des quartz 208
2.4.4- Mesures sur spectromètre RPE et détermination de la paléodose 208
2.4.5- Détermination de la dose annuelle 215
3- Principe de la datation par luminescence stimulée optiquement 218
3.1- Luminescence stimulée optiquement 218
3.2- Stratégie d'échantillonnage 220
3.3- Traitement des échantillons et détermination de l'âge des échantillons 221
Références 224

1- Notions de base

1.1- Principe général

Les techniques de datation par dosimétrie sont très usitées, notamment en archéométrie et en géomorphologie du Quaternaire. Elles sont basées sur l'accumulation par les minéraux, tels que le quartz, de l'énergie provenant de la radioactivité ambiante (désintégration de radioéléments provenant des séries de désintégration de ^{238}U, ^{235}U, ^{232}Th ou encore ^{40}K). Sous l'effet des rayonnements énergétiques de type α, β et γ produits par les désintégrations (Figure 4-1) de ces radioéléments, des électrons vont s'accumuler au cours du temps dans les nombreux défauts des minéraux (macles, joints de grains, lacunes, impuretés, traces de fission, etc.). Une exposition à la lumière (en particulier aux ultra-violets) ou à une source de chaleur va occasionner la libération de cette énergie notamment sous forme de lumière. Plusieurs techniques de datation reposent sur ces propriétés d'accumulation et de « remise à zéro » : la thermoluminescence (TL), la luminescence optiquement stimulée (OSL) et la résonance paramagnétique électronique (RPE). Toutes se proposent de déterminer à la fois la paléodose (énergie emmagasinée depuis la dernière remise à zéro) et la dose de radiations reçue chaque année par l'échantillon. C'est le rapport de la paléodose sur la dose annuelle qui va permettre de déterminer la durée d'enfouissement du sédiment analysé. Ces méthodes se différencient par la manière dont la paléodose est déterminée.

1.2- Atomistique, notion de spin et délocalisation des électrons

La lumière est duelle. C'est en effet une onde électromagnétique qui se propage sous la forme d'un rayonnement dont l'énergie transportée est quantifiée, la plus petite quantité d'énergie, indivisible (le quantum d'énergie) étant aussi associé à une particule : le photon. Pour Planck (en 1900), chaque photon possède une énergie $E = h.\nu$, correspondant à l'énergie maximale transmissible entre la particule lumineuse et la matière ($h = 6{,}62607004.10^{-34}$ $m^2.kg.s^{-1}$ est la constante de Planck, et ν la fréquence de rayonnement en Hz). De Broglie (1924) émet l'hypothèse que toute matière possède une onde associée, dualité se traduisant par l'équation : $\lambda = {}^{h}/_{p}$ avec $p = {}^{E}/_{c}$ la quantité de mouvement d'un photon et c la vitesse de la lumière. Concrètement, un rayonnement de longueur d'onde λ peut être décrit par des photons d'énergie E et de quantité de mouvement p, et à toute particule de quantité de mouvement p est associé un rayonnement de longueur d'onde λ.

En mécanique quantique, on ne peut décrire le mouvement des particules que comme des portions de l'espace où les particules sont réparties, portions décrite par une fonction d'onde ψ (solution de l'équation de Schrödinger). À titre de rappel un atome est constitué par un noyau atomique caractérisé par son numéro atomique Z qui correspond au nombre de protons qu'il contient et son nombre de masse A qui correspond à la somme du nombre de protons et du nombre de neutrons qu'il contient autour duquel gravite un nuage électronique contenant Z électrons. La région de l'espace correspondant à une probabilité de présence donnée d'un électron et à son niveau d'énergie définie une orbitale. L'orbitale est une fonction d'onde représentant l'onde stationnaire associée à un électron en interaction avec les autres particules de l'atome ou de l'entité moléculaire.

Un électron est caractérisé par quatre nombres quantiques, qui, selon le principe d'exclusion de Pauli, lui sont propres puisque le situant dans la structure atomique. Ainsi un électron est défini par le nombre n, ou nombre quantique principal, entier naturel définissant la couche sur laquelle se situe la particule et son énergie. Le nombre l, ou nombre quantique secondaire, tel que $0 \leq l \leq n-1$, indique la sous-couche et la géométrie de l'orbitale atomique. Le nombre m, ou nombre quantique magnétique, tel que $-l \leq m \leq l$, avec m un entier relatif, donne l'orientation de l'orbitale. Enfin le nombre s, ou nombre quantique de spin, vaut ½ ou -½, et définit l'orientation de l'électron dans un champ magnétique. Les nombres n, l et m définissent une orbitale atomique, également appelée case quantique. Le quatrième nombre quantique s est nécessaire pour que l'électron soit décrit par la fonction d'onde mais celle-ci n'en dépend pas : il s'agit d'une caractéristique intrinsèque d'un électron. Une orbitale atomique peut contenir jusqu'à deux électrons, nécessairement de spins opposés : ces électrons sont dits appariés.

En physique du solide, la théorie des orbitales moléculaires permet de déterminer les énergies possibles des électrons dans un solide : ils sont confinés dans une bande dont la largeur dépend du cristal et du recouvrement des orbitales atomiques. Il s'agit de la théorie des bandes : les solides sont considérés comme ayant une structure en bandes, certaines bandes d'énergies étant permises (bande de conduction ou bande de valence par exemple), et d'autres étant interdites. La bande de conduction correspond à la première bande vide à la température de 0°K (niveau de Fermi), et est une caractéristique propre à un système ; elle peut être vide ou partiellement remplie. La bande de valence est la dernière bande permise complètement remplie.

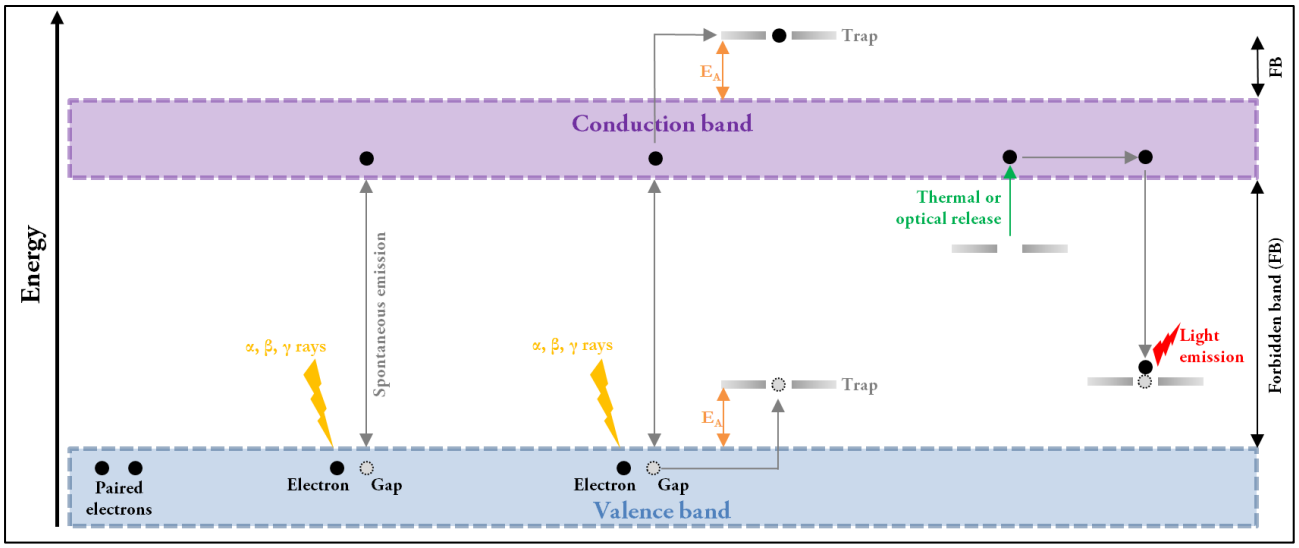


Figure 4-1 : Modèle des bandes. Les rayonnements énergétiques produits par la désintégration des radioéléments environnant engendrent une ionisation, c'est-à-dire le désappariement des électrons de spins opposés des atomes environnants. L'électron excité laissera alors un trou (vacance chargée positivement) dans la bande de valence en sautant dans la bande de conduction. Les électrons excités non appariés peuvent aussi se piéger dans les défauts de structure. Ces défauts donnent lieu à des niveaux d'énergie profonds situés au sein de la bande interdite séparant les bandes de valence et de conduction. Chaque défaut est caractérisé par une énergie d'activation E_A qui lui est propre, et correspond à l'énergie à fournir pour libérer l'électron piégé dans ce défaut.

Un électron peut sortir de sa bande de valence pour passer dans la bande de conduction (Figure 4-1) sous l'action de rayonnements ionisants, comme les rayonnements α, β ou γ. Ce phénomène (transition) va induire dans la bande de valence un trou (vacance chargée positivement), mais celui-ci va être généralement compensé par recombinaison spontanée avec un électron. En effet, après la création d'une paire électron/trou consécutif à l'apport énergétique lié à l'irradiation, le système va chercher à se rejoindre un état d'équilibre. Pour compenser l'excès d'électrons ou de trous au sein des bandes autorisées, les électrons vont alors transiter spontanément de la bande de conduction à leur bande de valence d'origine. Ce phénomène de recombinaison peut être direct, comme présenté sur la Figure 4-1. Dans ce cas, la dissipation de l'énergie récupérée peut se réaliser sous forme de photons (émission de lumière) ou bien de phonons (échauffement du réseau cristallin). L'énergie peut également être cédée à un électron ou à un trou non appariés, qui vont dès lors changer de niveau énergétique (recombinaison Auger). Néanmoins, la recombinaison peut être indirecte dans le cas où l'électron est capté par un niveau (défaut ?) profond (légende de la Figure 4-1). En effet, lors des transitions, une impureté peut piéger un électron qui va attirer par interaction coulombienne un trou, ou inversement,

provoquant un rappariement. Dans ce cas, un centre de recombinaison (niveau énergétique proche du milieu de la bande interdite) peut apparaître si le défaut qui a capturé un électron a une plus grande probabilité de capturer par attraction coulombienne un trou que de réémettre cet électron vers la bande de conduction. Dans le cas contraire, où la probabilité de réémettre l'électron vers la bande de conduction est plus forte que de capturer un trou, le niveau profond est un piège qui a simplement retenu momentanément le porteur de charge. Les recombinaisons indirectes sont plus probables que des transitions bande à bande, étant donné que les énergies à fournir sont plus faibles.

Les électrons célibataires ainsi créés peuvent également être piégés au sein de niveaux énergétiques se trouvant au sein de la bande interdite, du fait de la présence dans le cristal de défauts structuraux ou d'impuretés chimiques. Pour se libérer et rejoindre une bande énergétique autorisée, les électrons ont alors besoin d'une énergie minimale de libération correspondant à l'énergie d'activation E_A. Selon le niveau énergétique des pièges, leur vidange se fait donc plus ou moins promptement. Plus un piège nécessite une E_A élevée, plus le temps de résidence d'un électron y est long, selon la loi d'Arrhenius :

$$\frac{1}{t} = \nu_0 e^{\frac{E_A}{k.T}} \quad (éq.4.1)$$

où k est la constante de Boltzmann, T la température (K), ν_0 le facteur de fréquence (s^{-1}), et E_A l'énergie d'activation (eV). La loi d'Arrhenius implique également que la durée de rétention est faible à basse température.

Cette condition peut se produire en milieu naturel, induisant l'occupation d'un piège par un électron célibataire durant un temps pouvant atteindre plusieurs millions d'années. Ce phénomène étant perpétuel, les électrons peuvent continuer à se piéger jusqu'à saturation de tous les défauts et de l'ensemble des impuretés disponibles, proportionnellement à la dose de radiations reçue par le cristal. Vidanger l'ensemble des pièges (ou tout du moins la majorité) nécessitera un apport d'énergie important pouvant être associé à un phénomène modifiant la structure du cristal. C'est sur ce concept que sont basées les méthodes de datation par dosimétrie telles que l'OSL, la TL et la RPE.

2.- Principe de la datation par résonance paramagnétique électronique

2.1- Résonance paramagnétique électronique

Une substance est dite paramagnétique si, placée dans un champ magnétique, elle acquiert une aimantation dans le même sens que ce dernier, et la perd lorsqu'elle en est extraite. Ce caractère est dû à la présence au sein de cette substance d'électrons célibataires dans le cortège électronique de l'espèce étudiée. Un minéral de ce type plongé dans un champ magnétique verra ses électrons non appariés s'organiser selon deux niveaux d'énergies bien définis en réponse à la force de Lorentz (effet Zeeman) : celui de plus basse énergie (E_1) aura une direction parallèle au champ, et celui de plus haute énergie (E_2) aura une direction antiparallèle au champ. La répartition des électrons non appariés entre ces deux niveaux est régie par la loi de Boltzmann, et voit en principe une population plus importante dans le niveau de plus basse énergie.

La différence d'énergie ΔE (en J) des niveaux Zeeman des populations 1 et 2 est proportionnelle à la valeur de l'intensité H du champ magnétique appliqué à l'échantillon (en T), telle que :

$$\Delta E = E_1 - E_2 = g.\mu_\beta.H \ (éq.4.2)$$

où g est le facteur gyroscopique, un paramètre propre à l'électron célibataire et à son comportement dans la substance étudiée (sans dimension), et $\mu_\beta = 9{,}27.10^{-24}$ $J.T^{-1}$ (magnéton de Bohr, unité élémentaire du moment magnétique associé à l'électron).

L'inversion du sens de rotation (du spin) des électrons non appariés est rendue possible en opérant une transition entre les niveaux Zeeman. Pour ce faire, une source micro-onde de fréquence ν orthogonale à H est appliquée :

$$\Delta E = h.\nu = g.\mu_\beta.H \ (éq.4.3)$$

Cette condition satisfaite permet l'entrée en résonance des électrons célibataires, c'est-à-dire leur transition d'un niveau énergétique à l'autre, et ce aussi bien dans le sens de l'adsorption ($E_2 \rightarrow E_1$) que dans celui de l'émission spontanée ($E_1 \rightarrow E_2$).

Les centres paramagnétiques vont occasionner un signal de résonance d'intensité proportionnelle au nombre d'électrons piégés dans les défauts. Pour les centres-pièges radio-sensibles, cette quantité est directement liée à l'intensité de la radioactivité à laquelle l'échantillon a été soumis (débit de dose), au nombre de pièges disponibles (radio-sensibilité) et à la durée de l'exposition (Grün, 1993).

2.2- Application de la datation par RPE aux quartz

La datation des sédiments par RPE a été initiée au milieu des années 1980 et a rapidement donné de probants résultats (Yokoyama *et al.*, 1985a, 1985b ; Laurent *et al.*, 1998). L'application de cette méthode aux quartz présente un grand intérêt en géologie du Quaternaire, du fait du caractère ubiquiste de ce minéral, et est bien maîtrisée en raison de la bonne contrainte de sa structure cristallographique (Bahain *et al.*, 2002 ; Voinchet *et al.*, 2003).

Elle permet ainsi de dater des niveaux azoïques (quand les conditions géochimiques n'ont pas permis la conservation de matériaux d'origine organique comme les dents, les os, les coquilles, ou de matériaux soluble comme la calcite). L'existence dans le quartz de centres paramagnétiques bien connus ayant une grande durée de vie permet de plus, la datation d'échantillons dont l'âge peut atteindre plusieurs millions d'années.

2.2.1 – Centres paramagnétiques du quartz et application à la géochronologie

Les centres RPE du quartz sont de deux types (Figure 4-2) : les centres créés par une vacance d'atome dans le réseau cristallin (notamment les centres E', OHC et de dommage) et les centres créés par une substitution d'atome dans le réseau cristallin. Les substitutions d'atome dans le réseau du quartz donnant des centres paramagnétiques sont dues principalement au fer, au germanium, au titane et à l'aluminium (les deux derniers nous intéressant plus particulièrement d'un point de vue géochronologique).

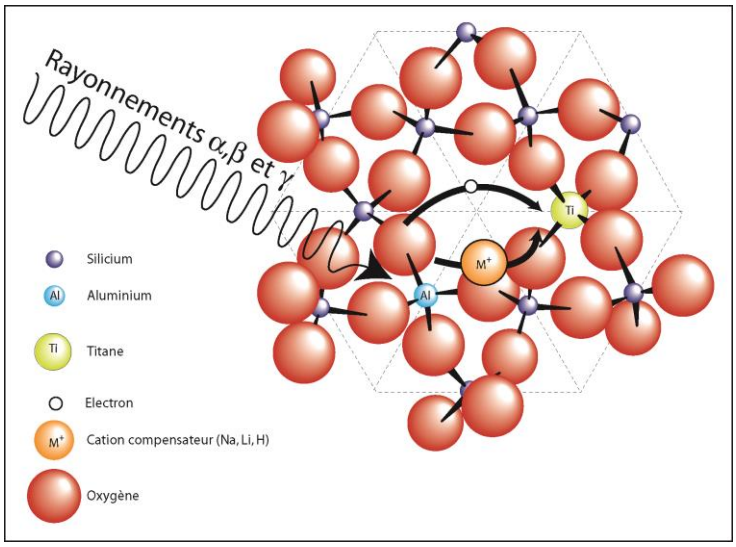


Figure 4-2 : Substitutions d'atomes dans le réseau cristallin du quartz (Voinchet, comm.pers)

Les centres aluminium (Al), attribués à l'ion $[AlO_4]^0$, dus aux rayons X ou γ sur l'oxygène le plus proche de l'aluminium, sont les plus usités car il s'agit de l'élément le plus fréquemment

substitué aux atomes de silicium dans la structure du quartz et qu'ils sont donc aisément à observable. Il s'agit également de l'élément le plus sensible aux irradiations γ ou X (Duval, 2008) :

$$SiO_4^{4-} + Al^{3+} + M^+ \rightarrow [AlO_4(M)]^0 + Si^{4+}$$

$$[AlO_4(M)]^0 \rightarrow M^+ + e^- + AlO_4^{3-}$$

M^+ est un cation interstitiel (ion compensateur mobile dans le cristal), typiquement Na^+, H^+ ou Li^+.

Les centres titane proviennent de la substitution de l'atome de Si par Ti, soit par irradiation, soit par compensation par un cation interstitiel M^+.

$$SiO_4^{4-} + Ti^{4+} + M^+ \rightarrow [TiO_4(M)]^{4-} + Si^{4+}$$

Ou bien : $SiO_4^{4-} + Ti^{4+} \rightarrow TiO_4^{4-} + Si^{4+}$

Avec un centre $TiO_4^{4-} + e^- \rightarrow TiO_4^{5-}$

Toutefois, ce centre sature plus rapidement à la dose reçue que le centre Al (Tissoux *et al.*, 2007) et ne peut donc être utilisé que sur des échantillons ayant reçu une paléodose relativement faible. La saturation est un seuil maximal théorique matérialisant le nombre de pièges disponibles. En effet, la quantité d'électrons piégés ne peut être théoriquement supérieure au nombre de pièges disponibles. Ainsi, son utilisation s'en trouve *a priori* limitée au Pléistocène moyen. Il semblerait également que ce centre disparaisse à des températures supérieures à 300°C, ce qui indique une stabilité thermique moindre et donc une énergie d'activation plus faible (Falguères *et al.*, 1994).

2.2.2- Blanchiment du quartz et applications géochronologiques

La datation n'est possible que si le géochronomètre a été « remis à zéro » au moment du dépôt (Figure 4-3). En effet, contrairement aux dents, aux ossements ou à la calcite (Bahain *et al.,* 1992 ; Bahain *et al.*, 1993), on ne date pas la formation du minéral mais un événement particulier de l'histoire des grains de quartz qui ne peut être temporellement contraint que si ces derniers ont subi une vidange totale de leurs pièges paramagnétiques. Cette vidange, appelée « blanchiment », peut être le fait d'une chauffe (foyer, coulée volcanique (Yokoyama *et al.* 1985b)) ou d'une exposition prolongée aux rayons solaires (en particulier aux UV) qui provoquent le blanchiment par effet photoélectrique lors du transport des grains de quartz par le vent ou par l'eau, dans un fleuve par exemple. L'équipe de Yokoyama (1985b) a ainsi démontré expérimentalement (blanchiment artificiel) que les centres Al n'étaient pas totalement

« blanchissables ». S'en sont suivies de premières applications (Falguères, 1986), sur sédiments quaternaires fluviatiles (Laurent *et al.*, 1994) ou encore des sables éoliens (Tanaka *et al.*, 1995). Les sensibilités des différents centres au conditions de blanchiment ont ensuite été largement discutées, et des tests ont été effectués sur des quartz d'origines volcaniques et cristallines (Toyoda *et al.*, 2000).

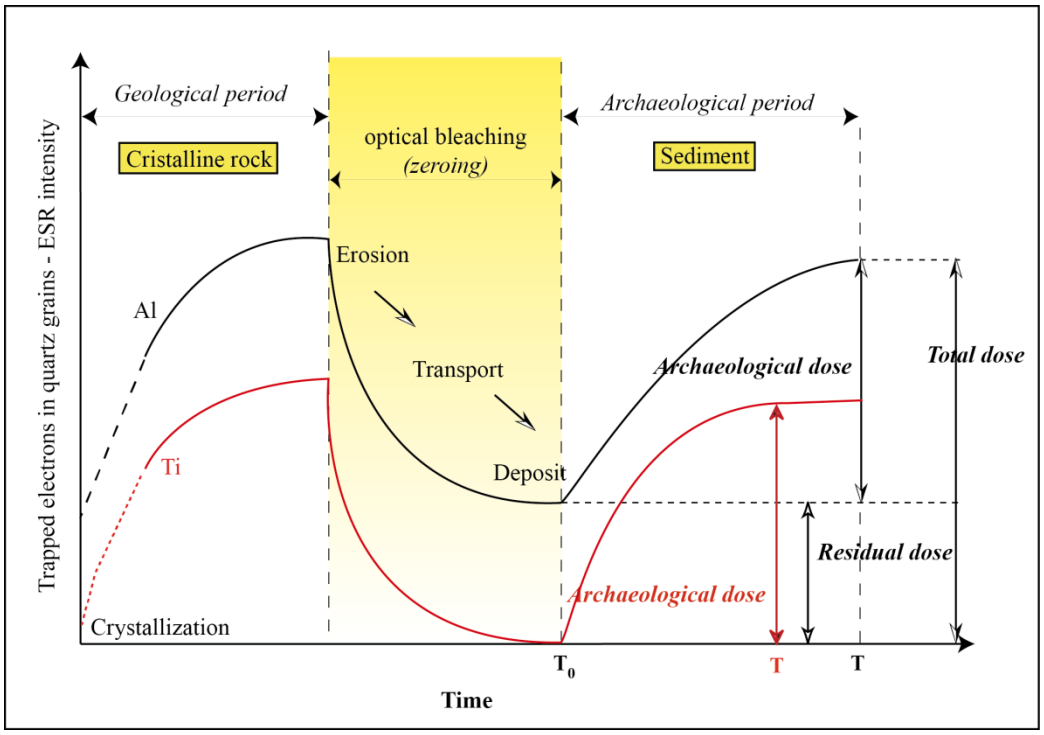


Figure 4-3 : Histoire du blanchiment par la lumière naturelle, concernant les centres aluminium et titane du quartz (Voinchet, comm.pers)

Expérimentalement, Voinchet *et al.* (2003) ont montré que les centres Al sont blanchis au bout d'environ 800 heures d'illumination, soit l'équivalent de six mois. Néanmoins, Tissoux *et al.* (2007) ont conclu que 2 à 3,5 mois d'exposition à la lumière naturelle étaient probablement suffisants. Les centres Ti sont eux beaucoup plus rapidement blanchis (quelques heures d'exposition), aussi bien à la lumière du Soleil qu'en lumière artificielle (Toyoda *et al.*, 2000 ; Tissoux *et al.*, 2007). Il est donc, en géochronologie, pertinent d'adopter une méthode multi-centres (*e.g.*, Toyoda *et al.*, 2000 ; Tissoux *et al.*, 2007) pour s'assurer des conditions de blanchiment, voire pour déterminer la source des sédiments (Tissoux *et al.*, 2015).

Par ailleurs, des sédiments ont été prélevés en plusieurs points le long de la Creuse afin de déterminer la distance kilométrique nécessaire à la vidange des centres Al des quartz transportés par le fleuve (Voinchet *et al.*, 2007). Cette étude a démontré que les tributaires au fleuve principal pouvaient apporter des quartz qui ne sont que partiellement blanchis et faussant donc plus ou

moins considérablement les mesures. D'autre part, pour une rivière de plaine, au débit modéré, les centres Al et Ti des quartz seraient quasi-complètement blanchis même à proximité de la source. Une investigation similaire portant sur les zones montagneuses corses conduirait en revanche à des résultats beaucoup moins « probants » (Voinchet, comm.pers). En effet, les apports en quartz « frais » imparfaitement blanchis des affluents étant plus nombreux, ils semblent jouer un rôle important dans le signal mesuré. Les débits d'écoulement y sont en outre bien plus rapide, et la turbidité des cours d'eau (événements stochastiques typiques de zones tectoniquement actives, type glissements de terrain, ou à précipitations irrégulières et crues) est également un paramètre non négligeable à considérer (Voinchet *et al.*, 2015). Les cas de transports par une eau limpide, une eau chargée en micro-organismes ou en particules, etc. ont ainsi été étudiés et ont montré que chacun de ces environnements occasionnait des conditions plus ou moins favorables à l'exposition à la lumière naturelle durant le transport fluviatile. Par ailleurs une dépendance à la granulométrie est clairement avérée, les sédiments fins (limons) correspondant généralement à des eaux turbides et étant donc mal blanchis (Voinchet *et al.*, 2015).

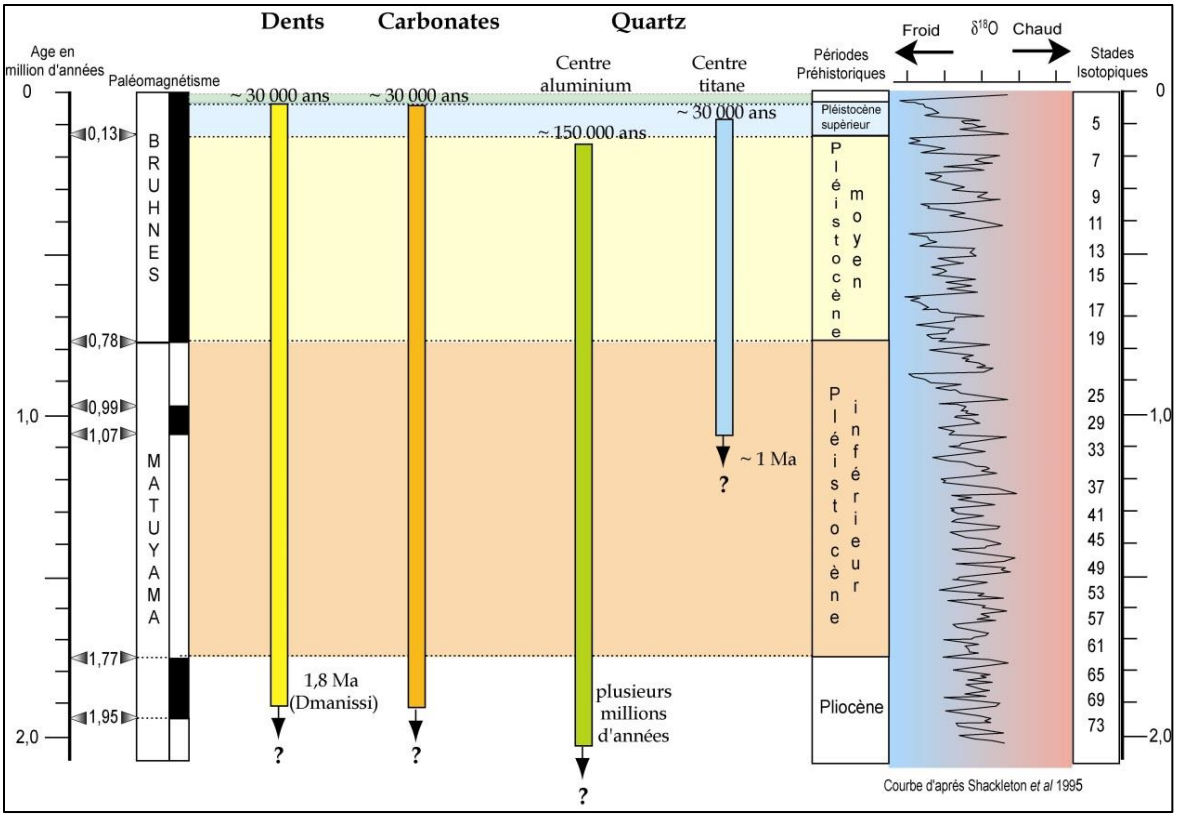


Figure 4-4 : Limites chronologiques de la méthode RPE selon les supports utilisés (Voinchet, comm.pers)

La méthode RPE étant en développement pour ce qui concerne son application aux réseaux karstique, un point important dans le cadre de cette thèse consistait tout d'abord à valider

le postulat d'une remise à zéro de tous les pièges RPE lors du transport des grains de quartz par le fleuve. Il devenait dès lors essentiel de pouvoir prélever des sédiments analogues à ceux piégés anciennement dans les karsts, en s'intéressant à ceux du cours actuel de l'Aude, de la Têt ou de l'Ariège. De plus, la méthode impliquant de travailler quasi-exclusivement sur des granulométries sableuses, le nombre de réseaux offrant de telles possibilités est très restreint. Par exemple le réseau actif d'En Gorner dans les gorges de Villefranche-de-Conflent (vallée de la Têt), en plus d'être quasi-inaccessible, ne comporte que des argiles. Pour la vallée de l'Ariège, à hauteur de Tarascon, seuls certains affluents offraient les conditions requises (rivière souterraine de Siech par exemple). Le réseau du TM 71, dans le périmètre de Fontanès-de-Sault (haute vallée de l'Aude), est ainsi le seul rassemblant à la fois les conditions de sédimentation adéquates, ainsi qu'une position à la base d'un très bel étagement. C'est dans cette optique qu'un dossier de demande de prélèvements a été déposé auprès de la DREAL en mai 2015, qui a donné lieu à une réponse positive en février 2016.

Enfin, la gamme temporelle qui peut être investiguée en utilisant cette méthode de datation s'étend depuis environ 30.000 ans jusqu'à environ 2-3 Ma (Figure 4-4), bien que la limite supérieure ne soit pas encore arrêtée.

2.3- Stratégie d'échantillonnage

Les prélèvements pour la technique RPE sont effectués en pratiquant un trou subhorizontal de 8 cm de diamètre pour 30 cm de profondeur environ, à l'aide d'une petite pelle (type « pelle de jardinage ») ou d'une truelle, afin d'y introduire une sonde de mesure du rayonnement gamma qui est ensuite utilisée lors de la détermination de la dose annuelle. Pour ce faire, l'ouverture se pratique dans la mesure du possible dans des matériaux plutôt meubles, en l'occurrence du sable (Figure 4-5 et Figure 4-14), mais une excavation au marteau et au burin peut être pratiquée pour les âmes courageuses lorsque le sédiment est induré. Les sédiments extraits sont placés dans le sachet de prélèvement afin d'effectuer ensuite les mesures en laboratoire. Le trou reste ouvert le temps de la mesure gamma ponctuelle par la sonde (InSpector™ 1000 Digital Hand-Held Multichannel Analyser, de la firme Canberra Industries, Inc). Dans la mesure du possible, selon l'abondance des sédiments environnants, il est par la suite colmaté.

Dans le cas où des datations s'appuyant sur les nucléides cosmogéniques et par la technique RPE sont programmées pour le même point d'échantillonnage, le seul prélèvement RPE est *a priori* suffisant, la quantité de sédiments (1 sachet de 1 L) permettant l'application des

deux méthodes. Ce mode de prélèvement a été privilégié car il présente l'avantage d'échantillonner le même minéral provenant du même dépôt sédimentaire tout en provisionnant les granulométries complémentaires nécessaires, à savoir : 100 – 250 µm pour la RPE (Voinchet *et al.*, 2015) et 250 µm – 1 mm pour les nucléides cosmogéniques.



Figure 4-5 : Exemples de zones de prélèvements pour analyses RPE. En haut à gauche : coupe de sédiments sablo-limoneux bordant le drain actif de la grotte du TM 71 (Fontanès-de-Sault, Aude, photo P. Moreno). En haut à droite : coupe de sédiments sablo-limoneux de la galerie de la grotte de Fer, pour prélèvement « mixte » RPE – cosmogéniques, grotte d'En Gorner (Villefranche-de-Conflent, Pyrénées-Orientales, photo G. Hez). En bas : prélèvement « mixte » RPE – cosmogéniques de sables alluviaux exogènes piégés sous un plancher stalagmitique, dans la galerie des Fleurs de la grotte de l'Aguzou (Fontanès-de-Sault, Aude, photo P. Moreno).

2.4- Traitement des échantillons et détermination de l'âge des échantillons

2.4.1- Équation générale

Le nombre total d'électrons piégés sous l'effet de la radioactivité naturelle au sein des défauts du système cristallin des minéraux dans un échantillon est proportionnel à la dose totale de radiations D qu'il a reçu au cours du temps, la paléodose, exprimée en grays (Gy). Cette paléodose est déterminée expérimentalement par la « méthode d'addition standard », en « vieillissant » artificiellement différentes fractions d'un même échantillon par irradiation γ (Bahain *et al.*, 2002).

$$D = \int_0^T d_a(t).dt \qquad (éq.4.4)$$

où T est l'âge de l'échantillon en années (c'est-à-dire le temps d'exposition), et $d_a(t)$ le débit de dose annuelle, variable au cours du temps.

Concrètement, un vieillissement artificiel est simulé en séparant l'échantillon en aliquotes qui sont irradiées à des doses de rayonnement gamma croissantes calibrées. Les intensités RPE des aliquotes sont mesurées sur un spectromètre RPE pour un ou plusieurs centres paramagnétiques. Par la suite, la valeur de la paléodose de l'échantillon analysé est obtenue par extrapolation à une intensité nulle d'une fonction mathématique ajustée aux points expérimentaux (Apers *et al.*, 1981).

La dose annuelle, quant à elle, est fonction de la teneur en radionucléides de l'échantillon et des matériaux environnants. Elle peut être exprimée soit comme la somme des doses des divers rayonnements ionisants (α, β, γ, rayons cosmiques), soit en fonction de l'origine de ces rayonnements (interne/externe). En outre, il est nécessaire de considérer des paramètres tels que la position géographique, la position dans la stratigraphie, l'impact des préparations aux analyses, la teneur en eau de l'échantillon, ou encore les éventuels déséquilibres radioactifs (Bahain *et al.*, 2002).

$$\text{Âge} = \frac{\text{Dose équivalente}}{\text{Dose totale}} \qquad (éq.4.5)$$

Et

$$\text{erreur sur l'âge} = \text{âge} \times \sqrt{\left(\frac{\text{erreur sur dose équivalente}}{\text{dose équivalente}}\right)^2 + \left(\frac{\text{erreur sur dose totale}}{\text{dose totale}}\right)^2} \qquad (éq.\,4.6)$$

2.4.2- Obtention de quartz pur en vue des mesures RPE

2.4.2.1- Purification des échantillons à Tautavel et à l'Institut de paléontologie humaine (IPH)

L'ensemble du protocole utilisé est donné en annexe 3 de ce manuscrit.

Les échantillons analysés étant des sables ou des sables limoneux, les quartz sont principalement triés via un tamisage humide, et la fraction 100 – 200 µm récupérée (avec la possibilité de travailler sur la fraction 60 – 300 µm en cas de manque de matériau). Cette étape permet notamment d'éliminer les limons. Elle a été effectuée au CERP de Tautavel pour les premiers échantillons analysés, puis au CEREGE d'Aix-en-Provence par la suite.

Les sédiments sont ensuite placés dans de l'eau dans un bécher et disposés dans une cuve à ultrasons afin de casser certains minéraux comme les feldspaths, et de désorber les argiles des grains. Une solution d'hexamétaphosphate de sodium, si elle est disponible, peut également être ajoutée aux argiles pour produire une défloculation. Il est préférable de re-tamiser après cette opération afin d'éliminer les fines et les agglomérats. Les échantillons sont alors séchés à 40°C pour ne pas altérer leurs propriétés et les minéraux magnétiques sont ensuite éliminés en utilisant un aimant (à l'IPH). Néanmoins ce traitement est peu efficace et de nombreux minéraux accessoires ne sont pas éliminés.

Les carbonates et la matière organique sont ensuite éliminés respectivement *via* l'adjonction d'acide chlorhydrique à 37%, puis après rinçage, de peroxyde d'hydrogène à 35%. Après vidange et rinçage, de l'HF à 48% est ajouté en faible quantité jusqu'à recouvrir les grains (entre 0,5 et 1 cm de liquide au-dessus de la surface des sédiments). Les échantillons sont alors agités pendant une heure. Cette étape permet d'éliminer la partie la plus superficielle du quartz (environ 10µm) afin de s'affranchir de la contribution des produits du rayonnement α (calcul de la dose annuelle) et d'attaquer les feldspaths. Les fluorures issus de cette attaque sont ensuite éliminés *via* l'ajout d'HCl. Afin d'achever la purification, une séparation par densité avec du polytungstate de sodium (d=2,65) est ensuite opérée, ce qui permett d'éliminer les minéraux lourds. Ceci dit, les quartz ont une densité de 2,65 alors que les feldspaths ont une densité comprise entre 2,5 et 2,8. Les muscovites ont également une densité comprise entre 2,8 et 3. Les

échantillons pyrénéens étaient dès lors rarement totalement purs à l'issue de ces étapes. Un passage à l'aimant aurait dû permettre d'éliminer les phyllosilicates restants, mais il demeurait néanmoins des muscovites parmi les grains récupérés. Enfin, cette étape est suivie d'un séchage et d'un tamisage pour éliminer les agrégats et les fines.

2.4.2.2- Adaptation du protocole au CEREGE

Pour remédier à ce problème, certains minéraux parasites comme les muscovites renfermant du fer et de l'aluminium en quantité, il a été nécessaire d'adapter le protocole de la façon suivante. Après le tamisage et l'élimination des argiles, les échantillons ont été passés au Frantz lorsqu'ils ont été traités au CEREGE. Cette fraction granulométrique a très bien réagi à la séparation dans la totalité des cas (surface spécifique accrue), et les phyllosilicates ont été éliminés efficacement. Les échantillons ont ensuite été décarbonatés, puis placés au sein de Nalgène® 250 mL dans un mélange HCl + H_2SiF_6 à l'instar des échantillons en traitement pour la mesure des nucléides cosmogéniques. Ils ont ainsi subi au moins trois cycles d'attaques dans un mélange acide sous agitation mécanique constante. L'abrasion et l'action de l'acide hexafluorosilicique ont permis de se départir efficacement des minéraux accessoires et surtout des feldspaths. Les grains étaient alors attaqués classiquement à l'HF, puis débarrassés des fluorures. La pureté des échantillons à l'issue de ces étapes permet de ne plus avoir recours aux liqueurs denses.

2.4.3- Irradiation et blanchiment des quartz

L'échantillon de quartz pur est ensuite divisé en 11 aliquotes. Neuf d'entre elles sont irradiées à des doses distinctes et croissantes (respectivement dans ce travail à 264, 431, 653, 1048, 1663, 2640, 4460, 8010 et 12500 Gy). Cette irradiation a dans le cas présent été effectuée au Commissariat à l'énergie atomique de Saclay au moyen d'une source panoramique ^{60}Co. Une aliquote sert de témoin et ne subit donc aucun traitement, afin de contraindre l'intensité du signal naturel. La dernière aliquote est blanchie optiquement durant 1.000 heures (soit 200 h de plus que la valeur de blanchiment maximum observée par Voinchet et *al.*, 2003), par des lampes UV (300 nm < λ < 400 nm) dans un insolateur Dr Honhle 2 à l'IPH.

2.4.4- Mesures sur spectromètre RPE et détermination de la paléodose

2.4.4.1- Principe de la spectrométrie RPE

Un spectromètre RPE (Figure 4-6) est principalement composé :

- d'un générateur de micro-ondes émettant vers l'échantillon des ondes de longueur d'onde fixe (d'ordre centimétrique) ;

- d'un électro-aimant permettant de délivrer un champ magnétique homogène d'intensité H. Cette intensité est variable linéairement afin de provoquer le phénomène d'entrée en résonance ;
- d'un système de détection et de modulation du signal d'absorption. Un courant électrique transite par un cristal de détection placé au sein de la cavité (Figure 4-7C). Ce courant est modifié lors de l'entrée en résonance, une partie de l'énergie de la micro-onde appliquée étant absorbée par l'échantillon. Le signal est ensuite modulé, c'est-à-dire qu'il est amplifié, pour être rendu observable en lui superposant un champ magnétique transitoire de faible intensité ;
- d'un bloc de commande et de contrôle où le signal RPE est enregistré et traité. C'est également par ce biais que le dispositif est contrôlé durant les mesures ;
- Il doit être connecté à une bonbonne d'azote liquide amovible (Figure 4-7D) pour permettre d'observer les centres Al et Ti du quartz.

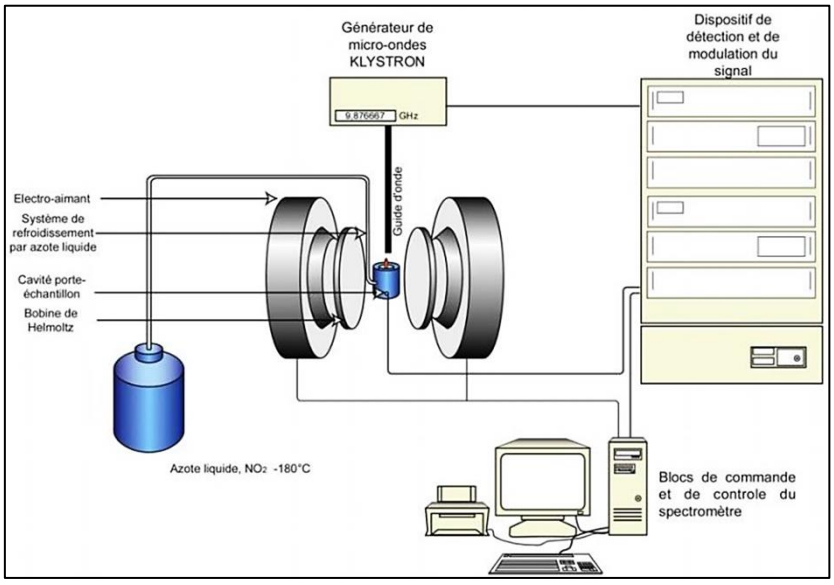


Figure 4-6 : Représentation schématique d'un spectromètre RPE (Voinchet, 2002) dans le cadre d'une utilisation pour des mesures sur du quartz (connexion à une bonbonne d'azote liquide)

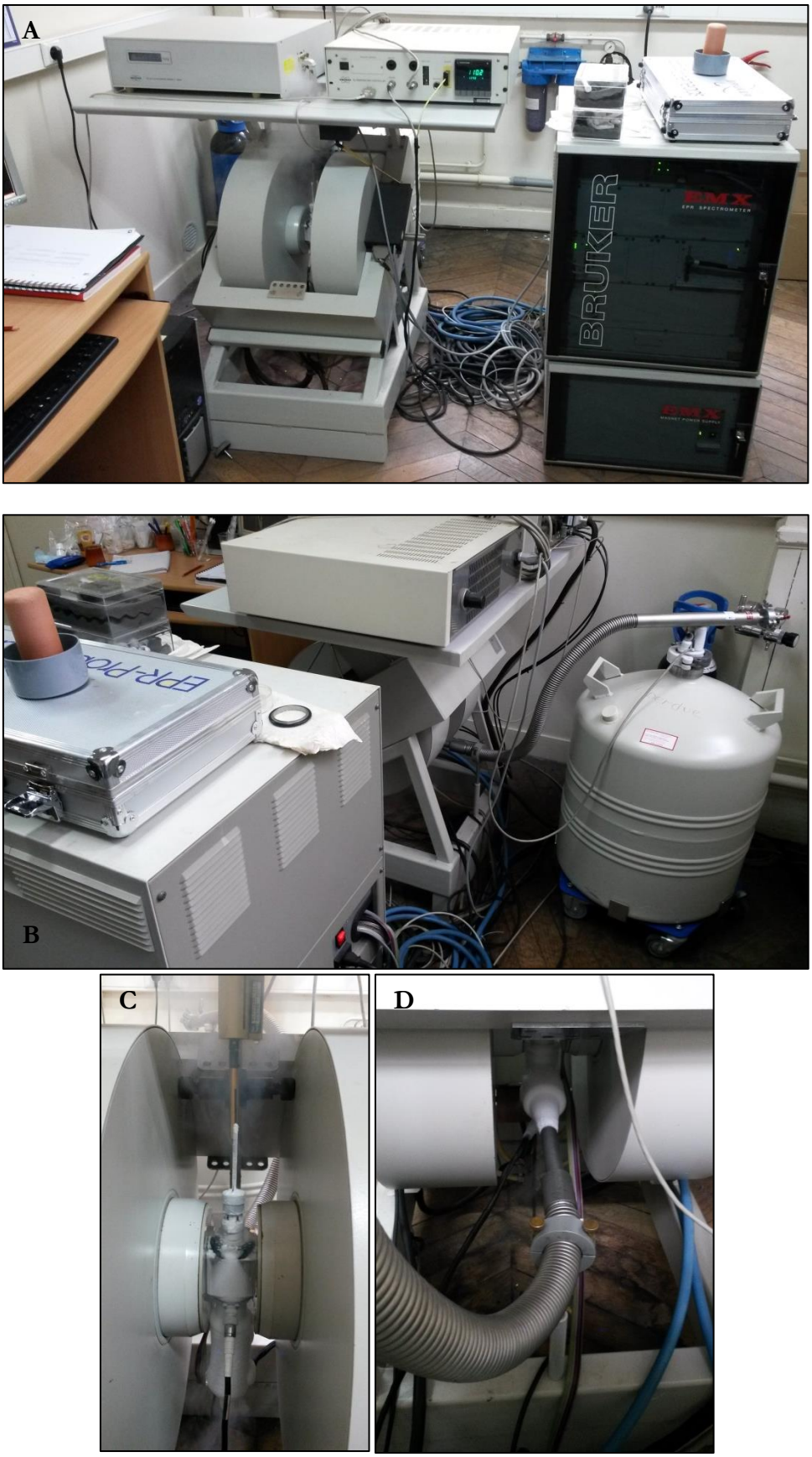


Figure 4-7 : A – Vue d'ensemble de face du spectromètre Brüker EMX de l'Institut de paléontologie humaine durant une mesure ; B – Ensemble du dispositif vue par l'arrière,

permettant de voir les branchements électrique et d'azote liquide ; C – Zoom sur la cavité où se trouve un échantillon de la grotte de l'Aguzou ; D – Zoom sur le raccord permettant le refroidissement par azote liquide.

2.5.4.2- Paramètres et déroulement des mesures

Les mesures RPE sont effectuées selon les conditions fixées par Voinchet *et al.* (2004), *i.e.* à 109 K sur un spectromètre Brüker EMX délivrant une puissance de micro-ondes de 20 mW pour les centres Ti et de 5 mW pour les centres Al. La température est fixée de manière à garantir la meilleure stabilité possible de l'appareillage, et donc une variabilité moindre. En outre, la différence de population entre les deux niveaux énergétiques de Zeeman est ainsi accrue et le temps de relaxation augmenté (pics mieux différenciés). La modulation d'amplitude est de 0,1 mT, la constante de temps est de 0,03 secondes pour une fréquence de 100 kHz. La fréquence de micro-ondes doit être suffisamment importante pour détecter les électrons piégés, mais en-deçà d'une valeur seuil imposée par la saturation.

La séquence de mesure sur un échantillon débute par le passage de l'aliquote blanchie optiquement suivi de celui de l'échantillon non traité. Chaque aliquote est mesurée au moins trois fois, avec une rotation d'environ 60° entre chaque mesure (rotation des tubes en suprasil® dans la cavité), afin d'en déterminer la dépendance angulaire (liée à la présence de nombreux grains dans l'échantillon, parfois hétérogènes). Elle se poursuit par l'échantillon le plus irradié, puis par le moins irradié avant de continuer par les aliquotes classées par ordre d'irradiation croissante (blanc → naturel → aliquote irradiée à 12500 Gy → aliquote irradiée à 264 Gy → aliquote irradiée à 431 Gy → … → aliquote irradiée à 12500 Gy). On termine donc par une nouvelle mesure de l'aliquote la plus irradiée afin de déterminer la dérive instrumentale sur le laps que temps que dure une mesure (entre une heure et une heure et demie).

Chaque échantillon, *i.e.* les 11 aliquotes, est analysé environ trois fois sur trois journées différentes afin d'accroître la statistique de comptage. En outre, l'appareil se révèle être très sensible aux conditions extérieures (température de la pièce, de l'eau refroidissant l'alimentation, etc…) et peut délivrer des intensités assez différentes pour un même échantillon sur trois journées distinctes.

2.5.4.3- Détermination de la dose équivalente

Le spectre RPE obtenu comporte des pics d'adsorption, chacun ayant une valeur g unique et représentative du centre analysé, en fonction de la fréquence de la micro-onde. Ce facteur est calculable à partir de l'équation suivante (s représente le spin de l'électron) :

$$g = \frac{h.\nu}{s.\mu_\beta} \qquad \text{(éq. 4.7)}$$

Les raies du spectre permettent de discriminer les différents centres paramagnétiques. Selon la symétrie du minéral, le centre paramagnétique affichera une réponse spécifique (Figure 4-8).

Les intensités absolues des centres paramagnétiques (Al) sont déterminées dans des conditions normalisées, c'est-à-dire pour des masses quasi-identiques (variation de 0,9 mg au maximum). L'intensité du signal est mesurée entre la valeur haute du premier pic (g = 2,018) et la valeur basse du 16ème pic (g = 2,002) de la structure hyperfine de l'aluminium (Toyoda *et al.*, 2000 ; Figure 4-9).

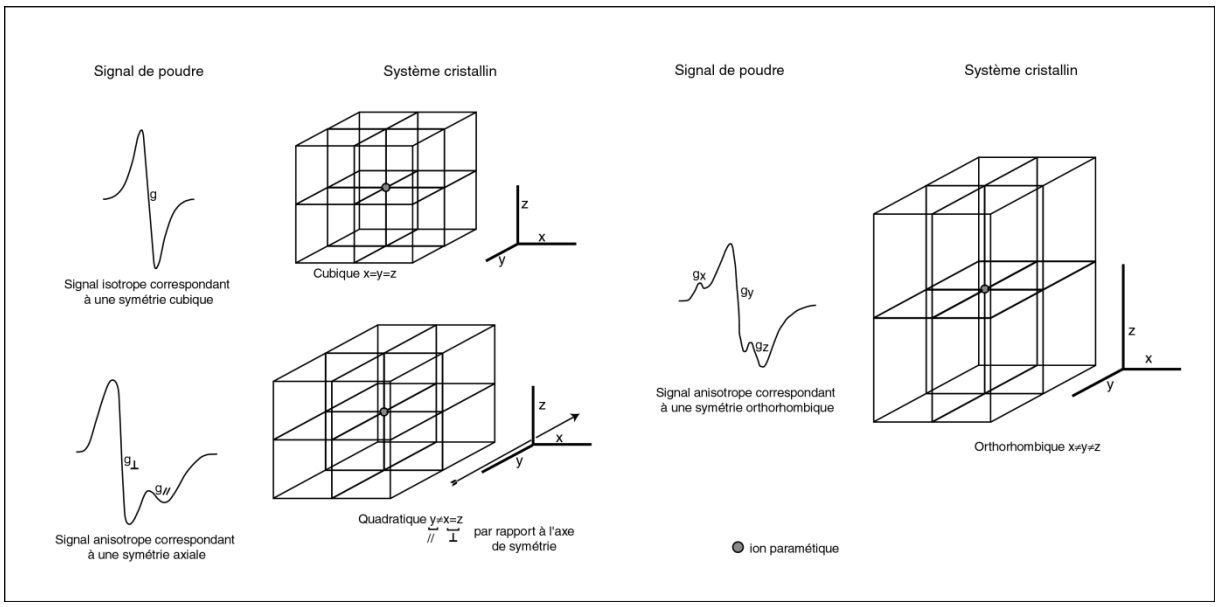


Figure 4-8 : Anisotropie du facteur g. Un pic unique isotrope sera obtenu pour un centre paramagnétique se trouvant dans un réseau appartement à un système cubique (facteur g constant). Pour un réseau présentant une symétrie axiale, deux pics seront observés pour un site. Pour un réseau présentant une symétrie orthorhombique, trois pics seront observés pour un site.

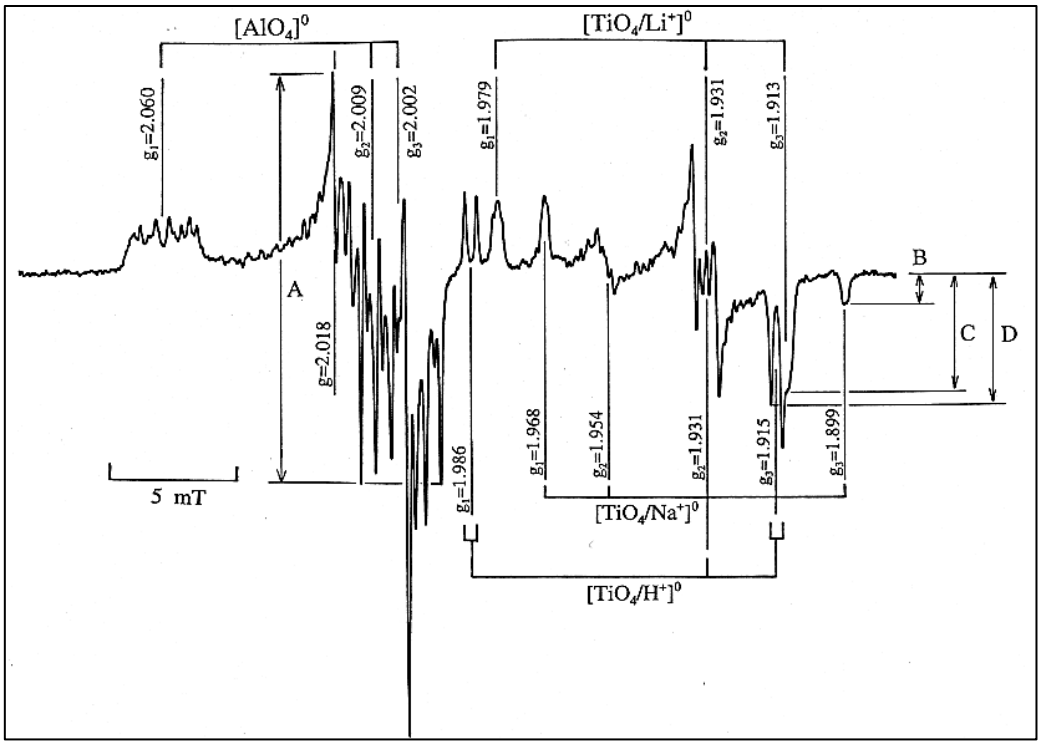


Figure 4-9 : Exemple de spectre RPE « idéal » dans le quartz à la température de l'azote liquide (77K), identifiant les pics pour les centres Al et Ti dans le quartz (Toyoda *et al.*, 2000). L'intensité pour le centre Al est ainsi mesurée depuis le haut du premier pic (g = 2,018) jusqu'au bas du 16ème pic (g = 2,002) de la structure hyperfine.

L'intensité normalisée I de l'ensemble des aliquotes est obtenue comme suit :

$$I = \frac{H}{m \times p} \times 10^5 \qquad (éq\ 4.8)$$

où H est la différence de hauteur entre les pics, m la masse de l'échantillon dans le tube suprasil® et p l'intensité mesurée du « pitch ». L'intensité de l'aliquote blanchie est soustraite de l'intensité normalisée déterminée (Figure 4-10) pour s'affranchir des pièges qui ne sont pas vidangés dans les cristaux de quartz (car trop profonds). L'intensité RPE demeure constante passé un certain seuil du fait de la saturation des pièges (Figure 4-11).

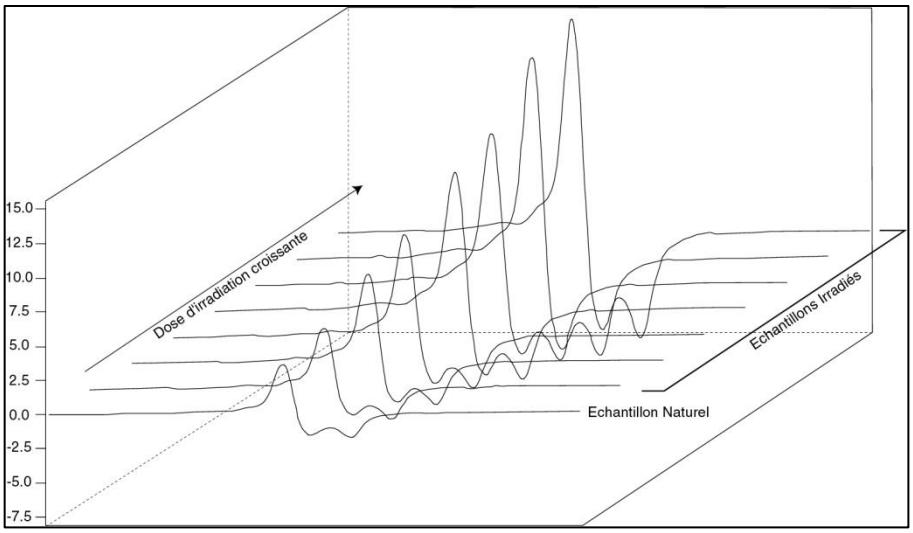


Figure 4-10 : Superposition de spectres RPE d'émail irradié, la dose étant croissante du premier plan vers le fond du graphique (Voinchet, 2002).

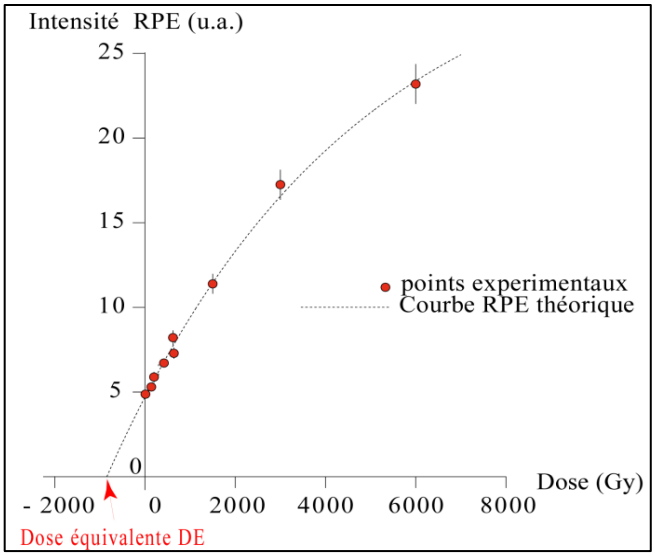


Figure 4-11 : Courbe de croissance d'intensité RPE pour un centre paramagnétique (Voinchet, 2002).

La détermination de la dose équivalente est basée sur l'utilisation d'une fonction combinant un terme exponentiel et un terme linéaire (*e.g.*, Duval *et al.*, 2011). On considère ainsi que le signal RPE visualisé est le résultat de la présence de deux composantes dans le signal aluminium :

$$I(D) = I_{sat}\left(1 - e^{-\mu(D-D_E)}\right) + B(D + D_E) \quad (éq.4.9)$$

Avec I l'intensité de l'échantillon irradié à la dose D, I_{sat} l'intensité de saturation, μ le coefficient de sensibilité de l'échantillon et D_E la dose équivalente.

Les données sont pondérées par l'inverse de l'intensité au carré ($1/I^2$). L'ensemble de la démarche et les courbes de régression sont obtenues *via* le logiciel *Microcal OriginPro 8*.

2.4.5- Détermination de la dose annuelle

La dose annuelle est la somme des doses perçues *via* les différents rayonnements ionisants (α, β, γ, rayonnement cosmique), auxquelles est soumis l'échantillon pendant un an. On l'exprime comme suit :

$$d_a = k.d_\alpha + d_\beta + d_\gamma + d_{cosmique} = d_{externe} + d_{interne} \quad (éq\ 4.10)$$

Avec k l'efficacité α (paramètre de correction variant selon le matériau). Ce paramètre est toujours inférieur à 1 et est lié à la forte densité d'ionisation des rayons α. La dose interne correspond à la quantité de rayonnement émis par l'échantillon et est en général négligeable pour une application sur des quartz du fait de la faible teneur en impuretés radioactives et de la granulométrie utilisée (Voinchet, 2002).

2.4.5.1- Détermination de la dose cosmique

Il s'agit de la dose induite par le rayonnement cosmique, quantité principalement dépendante de la position géographique de l'échantillon (latitude, longitude, altitude) et de sa profondeur d'enfouissement.

Ce calcul est basé sur les travaux de Prescott & Hutton (1988, 1994). La dose cosmique de l'échantillon s'exprime comme suit :

$$D_C = D_0.\left(F + J.e^{\frac{Z}{H}}\right) \quad (éq\ 4.12)$$

Avec D_C la dose cosmique reçue par l'échantillon au point de prélèvement (µGy/an) et D_0 la dose cosmique pour un échantillon au niveau de la mer (Z=0) et à 55° de latitude (µGy/an). F, J et H sont des coefficients géomagnétiques dépendants de la latitude géomagnétique (sans dimension pour F et J et en km pour H). Enfin Z représente l'altitude de l'échantillon (en km).

La dose cosmique est tout d'abord calculée à 55° de latitude, au niveau de la mer, et selon la profondeur de l'échantillon :

$$D_0 = 0{,}21e^{0{,}0005x^2 - 0{,}07x} \quad (éq.\ 4.13)$$

Avec x la profondeur de l'échantillon selon la densité (en 10^2 g/cm²).

Cette dose est modulée selon les facteurs géographiques F, J et H, extrait d'un abaque (Figure 4-12) :

$$\mathrm{lat_M} = \sin^{-1}[0{,}203\cos(\mathrm{lat_G}) \times \cos(\mathrm{lon_G} - 291) + 0{,}979\sin(\mathrm{lat_G})] \qquad (éq.\,4.14)$$

Avec $\mathrm{lat_M}$ la latitude géomagnétique (en degrés), $\mathrm{lat_G}$ la latitude géographique (en degrés) et $\mathrm{lon_G}$ la longitude géographique (en degrés).

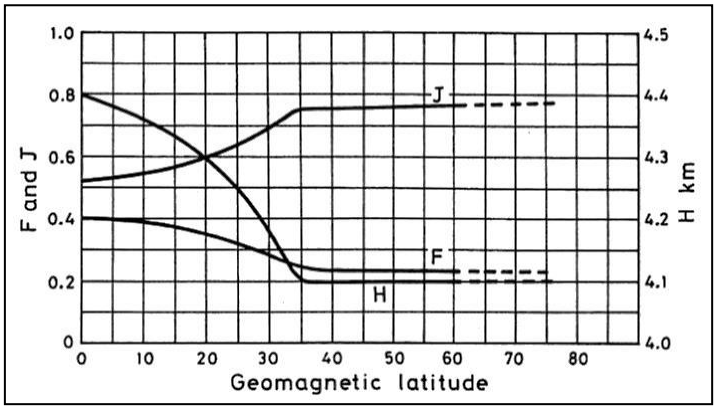


Figure 4-12 : Abaque des coefficients F, J et H en fonction de la latitude géomagnétique (Prescott & Hutton, 1988).

2.4.5.2- Gammamétrie et détermination de la dose externe

Cette dose est déterminée de deux manières : une détermination est effectuée en laboratoire, et une autre *in situ*. Le principe est de mesurer les doses induites en mesurant les quantités en ^{40}K, le ^{232}Th et le ^{238}U du sédiment étudié.

Une masse connue d'échantillon brut et sec est placée dans une boîte plastique hermétique qui va être laissée au repos au moins trois semaines afin d'atteindre un équilibre gazeux en radon radioactif (^{222}Rn). Par la suite, les échantillons sont placés dans un spectromètre gamma à bas bruit de fond (Figure 4-13) dont la sonde permet le comptage des désintégrations radioactives dues aux radioéléments présents dans l'échantillon. La durée du comptage est ajustée afin d'obtenir en un temps raisonnable la meilleure statistique possible.

La dose externe est ensuite déterminée via l'exploitation du spectre gamma de l'échantillon sur une interface écrite en Matlab (« Gamspe » de Q. Shao). Les activités des radio-isotopes en sont extraites et converties en concentrations dans le sédiment. L'application des facteurs correctifs teneurs-doses d'Adamiec & Aitken (1998) permet de déterminer les doses induites par chaque type de rayonnement (à l'exception de la dose cosmique qui est obtenue à partir des données de localisation). Des coefficients d'atténuation prenant en compte la teneur en eau (mesurée préalablement par séchage en étuve à 40°C pendant une semaine) et la

granulométrie et spécifiques des rayonnements α, β et γ sont ensuite appliqués. En effet, le pouvoir de pénétration des rayonnements varie en fonction de la taille des grains. C'est pourquoi la périphérie des minéraux est préalablement ôtée via l'adjonction d'HF lors de la récupération des quartz à partir du sédiment. Le pouvoir de pénétration est de l'ordre du micron pour les rayons α, du millimètre pour le rayonnement β, et du centimètre pour les rayons γ.



Figure 4-13 : Spectromètre gamma. Il comporte une sonde Ge haute pureté, et de faible bruit de fond.

Cette dose déterminée en laboratoire est comparée à celle obtenue *in situ* (Figure 4-14) *via* la sonde gammamétrique. Les muons d'origine cosmique interagissent notamment avec le détecteur en iodure de sodium de la sonde gammamétrique. Une alternative consiste à laisser un dosimètre en place pendant plusieurs mois, méthodologie qui n'a pas été pratiquée au cours de ma thèse.



Figure 4-14 : A – Exemple de détermination de la dose annuelle, ici sur des terrasses alluviales de la Têt, dans le piedmont pyrénéen (Pyrénées-Orientales) ; B – La détermination de la dose externe *in situ* permet de réellement tenir compte de l'environnement de dépôt de l'échantillon en trois dimensions sur une trentaine de centimètres autour du point de prélèvement (réseau Lachambre, Villefranche-de-Conflent).

3- Principe de la datation par luminescence stimulée optiquement

Du fait de difficultés méthodologiques liées à l'utilisation des TCN et de la RPE, nous avons décidé d'avoir recours occasionnellement à l'OSL sur l'analogue naturel du drain épinoyé : le TM71.

3.1- Luminescence stimulée optiquement

La luminescence stimulée optiquement, ou *Optically Stimulated Luminescence* (OSL), est basée sur le même principe de base que la RPE. Comme énoncé précédemment, les électrons libres soumis à une stimulation lumineuse se recombinent avec un centre « luminogène », et occasionnent le départ de photons. Dans cette partie, les notions que doses équivalente et annuelle ont même valeur que dans la partie précédente portant sur la RPE.

Le principe utilisé pour l'OSL est de provoquer en laboratoire le phénomène de luminescence, en exposant un échantillon à une stimulation optique ayant une longueur d'onde spécifique (typiquement en utilisant les longueurs d'ondes bleues pour le quartz et les infrarouges – IRSL – pour les feldspaths). L'intensité de la mesure dépendra entre autres du nombre de pièges électroniques saturés et de la nature du matériel analysé. Néanmoins, il convient de préciser qu'il existe des pièges qui ne sont pas sensibles aux stimulations optiques à des profondeurs similaires à des pièges photosensibles.

Usuellement, les applications de la méthode portent sur des minéraux tels que le quartz et les feldspaths. La méthode est en plein développement, et quelques applications utilisant les phyllosilicates ou le gypse sont connues. Cette méthode est de plus en plus usitée pour dater des sédiments quaternaires, et les croisements inter-méthodologiques se multiplient (*e.g.*, Gribenski, 2016). Ainsi, il s'agit d'une méthode reconnue en morphotectonique quantitative, en paléosismologie, ou encore sur des marqueurs géomorphologiques tels que les moraines (*e.g.,* Porat *et al.*, 2001 ; Fattahi *et al.*, 2006 ; Le Dortz *et al.*, 2009 ; Rizza, 2010 ; Gribenski, 2016), mais généralement appliquée en milieu aérien. Les applications au milieu souterrain ou pour déterminer des durées d'enfouissement (*e.g.,* Wintle, 2008; Preusser *et al.*, 2008) sont assez rares, et il n'existe pas à notre connaissance d'études visant à caractériser la pertinence de la méthode sur des alluvions intrakarstiques ou au contraire la pertinence des alluvions intrakarstiques pour l'application de cette méthode, qui serait alors d'une grande utilité pour les travaux d'archéométrie.

Le signal de luminescence latente accumulé par des minéraux exposés à une dose donnée varie pour chaque échantillon. Pour récupérer la paléodose à partir de la dose « naturelle » mesurée, il faut établir la relation entre l'intensité du signal de luminescence et la dose reçue pour chaque échantillon analysé. Pour déterminer cette relation, le protocole le plus utilisé est le Single-Aliquot Regenerative-dose (SAR ; Murray & Wintle, 2000). Cette méthode consiste à mesurer l'évolution de la luminescence perçue par l'échantillon selon des doses induites artificiellement. Ainsi, une courbe de croissance, exponentielle (Roberts & Düller, 2004), décrivant l'évolution du signal reçu en fonction de la dose est établie. De la même manière que pour la RPE, la réponse de l'échantillon « naturel » est également étudiée et comparée à la courbe d'évolution, afin d'en tirer la paléodose initialement reçue par l'échantillon. Un palier de saturation est aussi observé, le nombre de pièges dans le réseau cristallin étant limité. Cette valeur est de l'ordre de 200 Gy pour le quartz (Wintle & Murray, 2006) et supérieure à 1 kGy pour les feldspaths (Buylaert *et al.*, 2012). Ce sont ces limites qui conditionnent les durées d'enfouissement atteignables, qui dépendent bien

sûr des doses annuelles perçues. Elles sont ainsi de l'ordre de 200 ka pour le quartz, et de 500 ka pour le feldspath (Wallinga, 2002 ; Fuschs & Owen, 2008). La courbe obtenue et contrainte par de multiples points, est comparée à une fonction exponentielle.

La dose externe est déterminée de la même manière que pour la RPE. Pour l'OSL, d'importantes sources d'incertitudes proviennent à la fois de la teneur en eau du sédiment (Preusser *et al.*, 2008) et de la quantité de ^{40}K dans le cas des feldspaths potassiques. En effet, la teneur en eau peut être variable au cours du temps. Il convient donc de prendre une teneur en eau moyenne représentative de l'histoire de l'échantillon. Pour ce qui est des analyses sur des grains isolés de feldspaths potassiques, que nous ne pratiquons pas au Cerege, la concentration en ^{40}K pour chaque grain doit être estimée. En effet sa désintégration produit des radiations internes au cristal (Reimann *et al.*, 2012 ; Smedley *et al.,* 2012).

3.2- Stratégie d'échantillonnage

Les prélèvements pour la technique OSL sont de mêmes dimensions que pour la RPE, avec également pour objectif d'y introduire une sonde de mesure du rayonnement gamma permettant de déterminer la dose annuelle. La manipulation est effectuée dans l'obscurité totale ou sous lumière rouge, afin de ne pas blanchir les minéraux. En extérieur, elle est pratiquée sous une bâche ou de nuit. En grottes, il suffit simplement d'éteindre les lampes LED des casques, de gratter la surface du dépôt et de pratiquer l'ouverture à l'aveugle.

L'excavation est réalisée dans des matériaux meubles de granulométries réduites, des sables aux argiles (Figure 4-15A). Pour ce faire, un tube en PVC est introduit dans le sédiment, afin de carotter le dépôt. Les extrémités du tube sont scellées avec un matériau opaque, dans notre cas du carton épais et renforcé par du scotch d'emballage (Figure 4-15B). Les conditions hygrométriques sont ainsi conservées, permettant d'estimer plus tard la teneur en eau du sédiment. Il peut être utile d'emballer le tube dans une couche de papier aluminium afin de garantir une protection optimale du rayonnement cosmique en cas d'endommagement involontaire du tube PVC. Le trou reste ouvert le temps de la mesure ponctuelle par la sonde. Dans la mesure du possible, selon l'abondance des sédiments environnants, il est par la suite colmaté.



Figure 4-15 : A – Exemple de prélèvement OSL. Le prélèvement s'effectue dans le noir, seul le flash de l'appareil photo est venu perturber quelques instants la manipulation. B – Le tube est immédiatement obturé dès la sortie du trou, toujours dans l'obscurité.

3.3- Traitement des échantillons et détermination de l'âge des échantillons

Le protocole de préparation des échantillons utilisé est celui fourni par l'USGS et disponible en annexe 4. Le protocole est assez proche de celui pratiqué pour la RPE à l'IPH. Toutefois, en raison de la plus grande photosensibilité des pièges OSL et IRSL, l'intégralité du protocole est effectuée dans un laboratoire clos, en salle noire (Figure 4-16), uniquement éclairée par une lumière rouge.

Les premiers centimètres (extérieurs des carottes), susceptibles d'avoir été impactés par de la lumière, ne sont pas conservés. Ils peuvent en revanche être utilisés pour déterminer la teneur en eau des sédiments, paramètre important et pour effectuer les mesures de dosimétrie. Une des différences majeures avec le protocole RPE utilisé à l'IPH concerne les fractions granulométriques de travail. Les sédiments sont en effet tamisés et séparés selon les fractions granulométriques x > 250 µm, 180-250 µm, 125-180 µm, 90-125 µm, et silts - argiles. Les silts sont récupérés au bas de la colonne de tamis et mis en solution pour les datations à l'infrarouge, ou pour des manipulations ultérieures. Les échantillons sont tamisés par voie humide, décarbonatés, puis débarrassés de leur matière organique. Les agrégats formés sont cassés à l'aide de pyrophosphate de sodium. La qualité des échantillons est contrôlée à la loupe binoculaire par le prélèvement de quelques grains qui seront conservés séparément par la suite. La manipulation requiert la séparation des quartz et des feldspaths au moyen de polytungstate de lithium (LST ; séparation par densité). La technique diffère quelque peu de la RPE, les grains étant placés en petite quantité dans du LST (à la densité réglée de manière à faire plonger les minéraux d'intérêt)

au sein de tube de centrifugation, du fait probablement de la plus faible quantité de grains. Les tubes sont centrifugés puis les culots où se trouvent les minéraux d'intérêt sont gelés à l'azote liquide, le surnageant étant vidangé, lavé et conservé.

Tout comme pour la RPE, les quartz isolés (les feldspaths ne sont pas concernés) sont plongés dans un bain d'acide fluorhydrique (HF) à 48%. Le protocole indique une durée de 40 min avant d'éliminer les fluorures à l'aide d'une solution à 8N d'HCl. Il est à noter que la quantité d'HF est mal contrainte, et surtout, fait fi de la granulométrie utilisée et donc des surfaces spécifiques des grains faisant varier notablement la cinétique de la réaction. Cette manipulation est en cours d'optimisation.



Figure 4-16 : Laboratoire OSL du CEREGE, avec ses installations pour séparations physiques (à gauche) et par chimie froide (à droite).

Quelques grains de quartz obtenus sont ensuite disposés sur une pastille et y adhèrent au moyen de silicone alimentaire. Il est judicieux de préparer plusieurs pastilles pour un même échantillon et pour la même granulométrie afin d'assurer une statistique de comptage rigoureuse.

Chaque pastille est disposée sur une platine rotative pour analyse *via* l'appareillage Lexsysmart de la marque Freiberg Instruments GmbH (Figure 4-17). Cette platine est déconnectée de la chambre de mesure ce qui permet de s'affranchir d'un quelconque phénomène de diaphonie concernant la stimulation optique, et de négliger une éventuelle irradiation croisée par les sources α et β qui fournissent des irradiations très uniformes. L'ensemble du dispositif est équipé de sources d'excitation optique, de filtres permettant les variations de longueurs d'onde de détection, ainsi que d'un dispositif chauffant (préchauffage des cibles, mesures de thermoluminescence (TL), maintien d'une température constante lors des opérations). Les stimulations optiques sont effectuées *via* des faisceaux UV, IR et des rangées de LED vertes et

bleues tandis que le blanchiment est réalisé au moyen de LED. Enfin, la détection du signal lumineux restitué peut être réalisée par divers tubes photomultiplicateurs et par caméras CCD pour des mesures spatiales et des spectres de luminescence. Le logiciel Lexstudio2 permet de contrôler l'appareillage *via* des séquences de manipulations programmées par l'utilisateur, et de visualiser les acquisitions. Les signaux acquis (données SAR) sont ensuite visualisés et traités via le logiciel Risø Analyst (Duller, 2007 ; 2015) afin d'en extraire les paramètres permettant d'obtenir la dose équivalente, et de calculer les durées d'enfouissement.

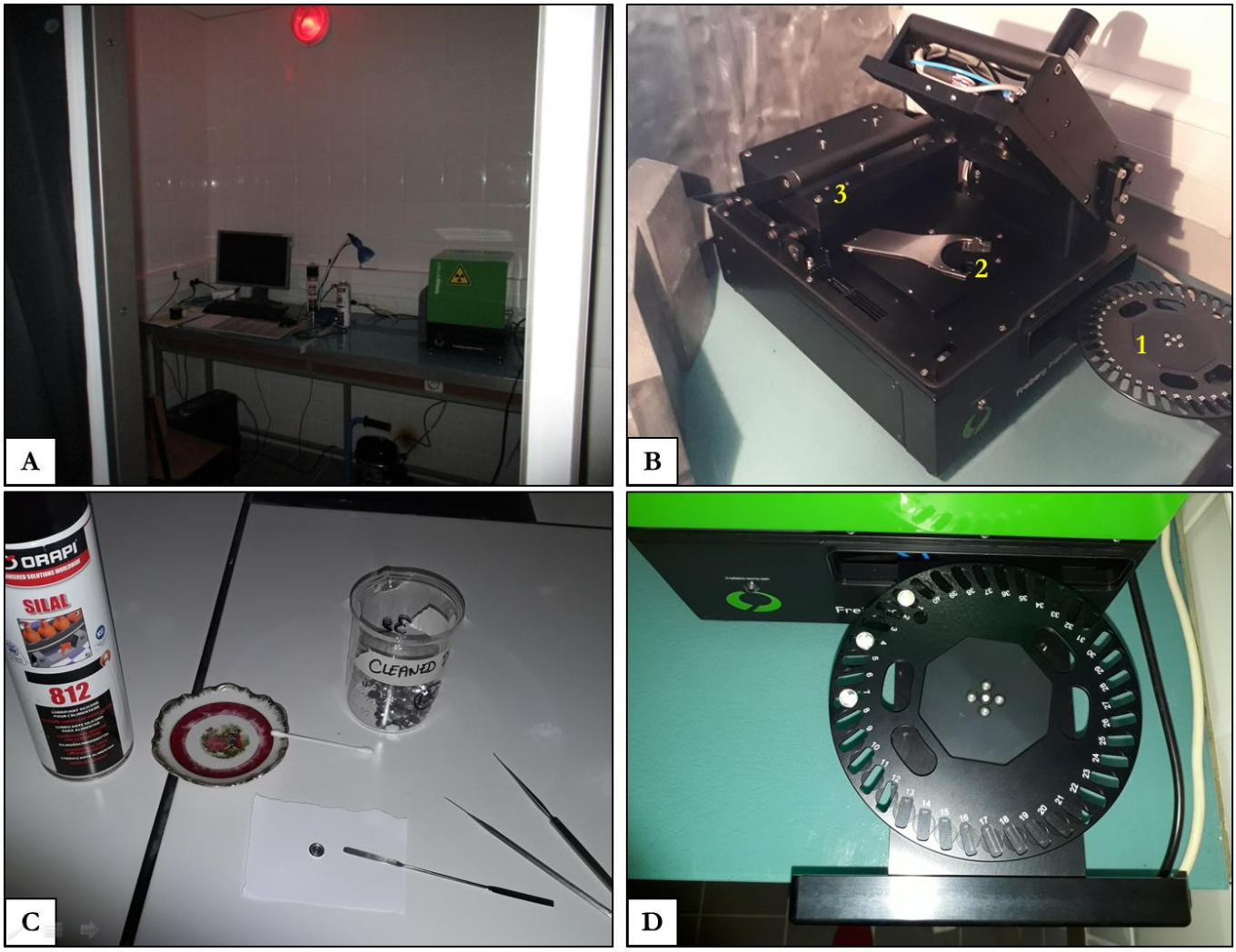


Figure 4-17 : A – Source d'irradiation Lexsygsmart de la marque Freiberg Instruments GmbH (Richter *et al.*, 2012 ; 2013) et unité d'acquisition et d'analyse des résultats via les logiciels Lexstudio2 et Risø Analyst. B – Dispositif Lexsygsmart ouvert : 1) platine pouvant recevoir jusqu'à 40 échantillons ; 2) chambre de mesures et unité de stimulation optique, vers lesquelles l'échantillon est automatiquement monté *via* un piston. La rotation du bras permet d'exposer soit d'exposer l'échantillon à une irradiation β, soit de réaliser les mesures OSL et TL ; 3) Source d'irradiation. C – Préparation d'une cible : les grains de quartz seront disposés sur une pastille sur laquelle ils adhèrent par l'apposition de silicone alimentaire. D – Détail de la platine.

Références

Adamiec, G. & Aitken M. **1998.** Dose-rate conversion factors : update. *Ancient TL*, 16, 37-50.

Apers, D., Debuyst, R., De Cannière, P., Dejehet, F. & Lombard, E. **1981**. A criticism of the dating by electron paramagnetic resonance (ESR) of the stalagmitic floors of the Caune de l'Arago at Tautavel. *In: Absolute dating and Isotope Analysis in Prehistory - Methods and limits (eds. H de Lumley and J. Labeyrie)*, 533-550, CNRS, Paris.

Bahain, J.-J., Yokoyama, Y., Falguères, C. & Sarcia, M.N. **1992**. ESR dating of tooth enamel: a comparison with K-Ar dating. *Quaternary Science Reviews*, 11, 245-250.

Bahain, J.-J., Sarcia, M.N., Falguères, C. & Yokoyama, Y. **1993**. Attempt at ESR dating of tooth enamel of french middle Pleistocene sites. *Applied Radiation and Isotopes*, 44, 267-272.

Bahain, J.-J, Laurent, M., Falguères, C., Voinchet, P., Farkh, S & Tissoux, H. **2002**. Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) des formations fluviatiles pléistocènes et des gisements archéologiques ou paléontologiques associés. *Quaternaire*, 13(2), 91-103.

Buylaert, J.P., Jain, M., Murray, A.S., Thomsen, K.J., Thiel, C., Sohbati, R. **2012**. A robust feldspar luminescence dating method for Middle and Late Pleistocene sediments. *Boreas*, 41, 435–451.

Duller, G.A.T. 2007. Assessing the error on equivalent dose estimates derived from single aliquot regenerative dose measurements. *Ancient TL*, 25, 15-24.

Duller, G.A.T. **2015**. The Analyst software package for luminescence data: overview and recent improvements. *Ancient TL*, 33, 35-42.

Duval, M. **2008**. Évaluation du potentiel de la méthode de Résonance de Spin Électronique (ESR) appliquée aux gisements du Pléistocène inférieur : étude des gisements d'Orce (bassin de Guadix – Baza, Espagne) et contributuon à la connaissance des premiers peuplements de l'Europe. Thèse du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 522 pp.

Duval, M., Moreno, D., Shao, Q., Voinchet, P., Falguères, C., Bahain, J.-J., Garcia, T., García, J., Martínez, K. **2011.** Datación por ESR del yacimiento arqueológico del Pleistoceno inferior de Vallparadís (Terrassa, Cataluña, España). *Trabajos de Prehistoria*, 68(1), 7-24.

Falguères, C. **1986**. Datations de sites acheuléens et moustériens du Midi

méditerranéen par la méthode de spin électronique. Thèse du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 173 pp.

Falguères, C., Miallier, D., Sanzelle, S., Fain, J., Laurent, M., Montret, M., Pilleyre, T. et Bahain, J.J. **1994**. Potential use of the E' center as an indicator of initial resetting in TL/ESR dating of volcanic materials. *Quaternary Geochronology (Quaternary Science Reviews)*, 13, 619-623.

Falguères, C., Bahain, J.-J., Saleki, H. **1997** U-series and ESR dating of teeth from Acheulian and Mousterian levels at la Micoque (Dordogne, France). *Journal of Archaeological Science*, 24, 537-545.

Fattahi, M., R. Walker, J. Hollingsworth, A. Bahroudi, H. Nazari, M. Talebian, S. J. Armitage and Stokes, S. **2006**. Holocene slip-rate on the Sabzevar thrust fault, NE Iran, determined using optically stimulated luminescence (OSL). *Earth and Planetary Science Letters*, 245(3-4), 673-684.

Fuchs, M., and Owen, L.A. **2008**. Luminescence dating of glacial and associated sediments: review, recommendations and future directions. *Boreas*, 37, 636–659.

Gribenski, N. **2016**. Comparison of dating methods for paleoglacial reconstruction in Central Asia. PhD dissertation. Stockholm University, 63 pp.

Ikeya, M. **1975**. Dating a stalactite by electron paramagnetic resonance. *Nature*, 255, 48-50.

Ikeya, M. **1978**. Electron spin resonance as a method of dating. *Archaeometry*, 20, 147-158.

Laurent, M. **1993**. Datation par résonance de spin électronique (ESR) de quartz de formations quaternaires : comparaison avec le paléomagnétisme. PhD dissertation. Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, 103 pp.

Laurent, M., Falguères, C., Bahain, J.-J., Rousseau, L. & van Vliet Lano, B. **1998**. ESR dating of quartz extracted from quaternary and neogene sediments: method, potential and actual limits. *Quaternary Geochronology*, 17, 1057–1062.

Le Dortz, K., B. Meyer, M. Sébrier, H. Nazari, R. Braucher, M. Fattahi, L. Benedetti, M. Foroutan, L. Siame, D. Bourlès, M. Talebian, M. D. Bateman, Ghoraishi, M. **2009**. Holocene right-slip rate determined by cosmogenic and OSL dating on the Anar fault, Central Iran. *Geophysical Journal International*, 179, 700-710.

Murray, A.S., and Wintle, A.G. **2000**. Luminescence dating of quartz using an improved single aliquot regenerative-dose protocol. *Radiation Measurements*, 32, 57–73.

Porat, N., E. Zilberman, R. Amit, Enzel, Y. **2001**. Residual ages of modern sediments in an hyperarid region, Israel. *Quaternary Science Reviews*, 20(5-9), 795-798

Prescott, J.T., Hutton, J.R. **1988.** Cosmic ray and gamma ray dosimetry for TL and ESR. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 14, 223–227.

Prescott, J.-R. & Hutton, J.T. **1994**. Cosmic ray contributions to dose rates for luminescence and ESR dating: large depths and long-term time variations. *Radiation Measurements*, 23, 497-500.

Preusser, F., Degering, D., Fuchs, M., Hilgers, A., Kadereit, A., Klasen, N., Krbetschek, M., Richter, D., and Spencer, J.Q.G. **2008**. Luminescence dating: basics, methods and applications. *Eiszeitalter und Gegenwart Quaternary Science Journal*, 57, 95–149.

Reimann, T., Thomsen, K.J., Jain, M., Murray, A.S., and Frechen, M. **2012**. Single-grain dating of young sediments using the pIRIR signal from feldspar. *Quaternary Geochronology*, 11, 28–41.

Richter, D., Pintaske, R., Dornich, K., Krbetscheck, M. **2012**. A novel beta source design for uniform irradiation in dosimetric applications. *Ancient TL*, 30(2), 57-63.

Richter, D., Richter, A., Dornich, K. **2013**. Lexsyg – A new system for luminescence research. *Geochronometria*, 40(4), 220-228.

Rizza, M. **2010**. Analyses des vitesses et des déplacements co-sismiques sur des failles décrochantes en Mongolie et en Iran - Approche morphotectonique et paléosismologique. PhD dissertation. Université Montpellier II, Sciences et Techniques du Languedoc, 408 pp.

Roberts, H.M., and Duller, G.A.T. **2004**. Standardised growth curves for optical dating of sediment using multiple-grain aliquots. *Radiation Measurements*, 38, 241–252.

Schwarcz, H. **1985**. ESR studies on tooth enamel. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 10, 865-867.

Smedley, R.K., Duller, G.A.T., Pearce, N.J.G., and Roberts, H.M. **2012**. Determining the Kcontent of single-grains of feldspar for luminescence dating. *Radiation Measurements*, 47, 790–796.

Tanaka, K., Machette, M.N., Crone, A.J., Bowman, J.R., **1995**. ESR dating of aeolian sand near Tennant Creek, Northern Territory, Australia. *Quaternary Geochronology*, 14, 385.

Tissoux, H., Falguères, C., Voinchet, P., Toyoda, S., Bahain, J.-J, Despriée, J. **2007**. Potential use of Ti-center in ESR dating of fluvial sediment. *Quaternary Geochronology*, 2, 367 – 372.

Toyoda, S., Voinchet, P., Falguères, C., Dolo, J.-M., & Laurent, M. **2000**. Bleaching of ESR signals by the sunlight: a laboratory experiment for establishing the ESR dating of sediments. *Applied Radiation and Isotopes*, 52, 1357 – 1362.

Voinchet, P. **2002.** Datation par résonance paramagnétique électronique (RPE) de quartz blanchis extraits de sédiments fluviatiles pléistocènes: contribution méthodologique et application aux systèmes de la Creuse, du Loir et de l'Yonne. Thèse du Muséum National d'Histoire Naturelle, Paris, France, 234 pp.

Voinchet, P., Falguères, C., Laurent, M., Toyoda, S., Bahain, J.-J., Dolo, J.M. **2003**. Artificial optical bleaching of the aluminium centre in quartz implications to ESR dating of sediments. *Quaternary Science Reviews*, 22, 1335–1338.

Voinchet, P., Bahain, J.-J., Falguères, C., Laurent, M., Dolo, J.-M., Despriée, J., Gageonnet, R., Chausse, C. **2004.** ESR dating of quartz extracted from Quaternary sediments : Application to fluvial terraces system of Northern France. *Quaternaire*, 15, 135-141.

Voinchet, P., Falguères, C., Tissoux, H., Bahain, J.-J., Despriée, J. & Pirouelle, F. **2007**. ESR dating of fluvial quartz: Estimate of the minimal distance transport required for getting a maximum optical bleaching. *Quaternary Geochronology*, 2, 363 – 366.

Voinchet, P., Toyoda, S., Falguères, C., Hernandez, M., Tissoux, H., Moreno, D. & Bahain, J.-J. **2015**. Evaluation of ESR residual dose in quartz modern samples, an investigation on environmental dependence. *Quaternary Geochronology*, 30, 506 – 512.

Wallinga, J. **2002**. Optically stimulated luminescence dating of fluvial deposits: a review. *Boreas*, 31, 303–322.

Wintle, A.G., and Murray, A.S. **2006**. A review of quartz optically stimulated luminescence characteristics and their relevance in single-aliquot regeneration dating protocols. *Radiation Measurements*, 41, 369–391.

Wintle, A.G. **2008**. Luminescence dating: where it has been and where it is going. *Boreas*, 37, 471–482.

Yokoyama, Y., Falguères, C., Quaegebeur, J.-P. **1985a**. ESR dating of sediment baked by lava-flows: comparison of palaeodoses for Al and Ti centers. *In*: *Falguères, C., Quaegebeur, J.-P. (Eds.), ESR Dating and Dosimetry. IONICS, Tokyo*, 197 – 204.

Yokoyama, Y., Falguères, C. & Quaegebeur, J.-P. **1985b**. ESR dating of quartz from quaternary sediments: first attempt. *Nuclear Tracks*, 10, 921-928.

Chapitre Cinq

Évolution présumée du processus d'incision concernant la vallée de la Têt, du Miocène ancien à l'actuel



Mont Coronat vu depuis Vernet – les – Bains, en juillet 2016. C'est dans ce secteur, où des porches sont visibles, que la majorité de nos travaux ont été effectués.

« En ces temps de tromperie universelle, dire la vérité est un acte révolutionnaire. »
G. Orwell

Contenu du chapitre 5

1- Le fleuve Têt....233
2- Article soumis à Quaternary Geochronology....235
3- Discussions autour de données absentes de l'article....286
3.1- Datations ESR au regard des travaux de Camille Manel (M2 BRGM 2015-2016)....286
3.2- Essais de datations ESR sur les alluvions meubles des cavités du Conflent....288
3.3- Essais de datations sur la grotte de Roquefumade....299
3.4- Une influence de néon hérité ? Le tunnel de Nyer....300
Références (hors partie 2)....304

1- Le fleuve Têt

La Têt prend sa source à 2405 m d'altitude dans le massif du Carlit. Elle coule vers le sud-est durant toute sa traversée du massif cristallin de Mont-Louis, puis change de direction pour suivre le tracé nord-est – sud-ouest du fossé du Conflent. Elle traverse ensuite le graben du Roussillon et se jette dans la Méditerranée après 116 km de course, à Canet-en-Roussillon (Figure 5-1).



Figure 5-1 : Exutoire de la Têt sur la côte méditerranéenne, à hauteur de Canet – en – Roussillon.

Mes travaux de thèse sont focalisés sur les chaînons calcaires bordant à la fois les massifs cristallins de la haute-chaîne (Carlit, Canigou) et le piedmont matérialisé par la plaine du Roussillon. L'étude se situe à hauteur du village de Villefranche-de-Conflent (Figure 5-2), traversé par le fleuve.



Figure 5-2 : *En haut* : vue plongeante sur la basse vallée du Conflent à hauteur de Villefranche, depuis le Correr des Horts (assemblage de photos réalisées par Y. Crest). La vallée de la Têt ainsi que son lit alluvial sont clairement visibles, tout comme les massifs de Badebany (B), la Serre (S) et d'Ambouillat (A). Le Canigou est visible en arrière-plan. *En bas* : vue du massif du Coronat (C) depuis Vernet – les – Bains. Les flèches représentent les points de vue approximatifs de chaque photographie.

Ce travail s'est effectué en collaboration avec Gabriel Hez, spécialiste du karst de la région de Villefranche-de-Conflent, qui a étudié la karstogenèse des massifs de Coronat (rive gauche de la Têt), de la Serre, de Badebany et d'Ambouillat (rive droite de la Têt) dans le cadre de ses travaux de M2. Les systèmes se trouvent dans des calcaires dévoniens plissés et sont caractérisés par de grands systèmes endokarstiques horizontaux aux conduits relativement larges (Hez, 2012). Ces tronçons de galeries ont été creusés par les eaux de la Têt, de la Rotja et du Cady, ses affluents, qui découpent les massifs sus-cités.

Les différents niveaux de terrasses alluviales du fleuve sont visibles dans la plaine du Roussillon. Les études réalisées depuis près de deux siècles concernent aussi bien leur géométrie (*e.g.*, Depéret, 1885 ; Monaco, 1971 ; Calvet, 1994 ; Giret, 1995), que leur état d'altération (*e.g.*, Collina-Gérard, 1975 ; Calvet, 1994 ; Debals, 1998) ou encore les artéfacts archéologiques qu'elles contiennent (*e.g.*, De Lumley, 1969 ; Collina-Gérard, 1975). Cependant, très peu de datations absolues de ces terrasses ont été entreprises (Monaco, 1971 ; Laaraich, 1996 ; Debals, 1998 ; Giresse & Martzluff, 2015). La version retenue par le BRGM et adoptée dans la majorité des cas est la nomenclature de Calvet (1994), retenant 5 niveaux de terrasses alluviales. Cette nomenclature reposant sur l'hypothèse forte selon laquelle le système alluvial subsistant aurait un âge maximal du Quaternaire ancien (terrasse T5) implique que les terrasses T4, T3, T2 et T1 sont supputées avoir été mises en place, respectivement, durant le Quaternaire moyen à ancien, le Quaternaire moyen, le Quaternaire moyen à récent et, enfin, le Quaternaire récent. Sur la base de critères sédimentologiques, la terrasse T3 est décomposée en 4 niveaux (T3, T3 inférieure, T3 moyenne et T3 supérieure). La Têt s'écoule actuellement dans un niveau T0 de l'époque Holocène (plaine d'inondation).

Dans la portion de la vallée de la Têt étudiée au cours de mes travaux de thèse, 4 niveaux de terrasses en sus de la plaine d'inondation peuvent être considérés comme présents : la basse terrasse T1 relativement continue et bien représentée, la moyenne terrasse T2 peu représentée et plutôt discontinue, et, supposément, un lambeau de la terrasse T5 à hauteur de Fort-Libéria, en rive gauche. Comme décrit dans la partie présentant l'article soumis, la majorité des grands réseaux peuvent être calés sous le niveau de T2 (+ 10 à 20 m), et le troisième étage de karstification, celui du Faubourg, peut être supposé comme étant un équivalent direct de T5 (+ 110 m).

La région compte neuf niveaux épiphréatiques étagés sur près d'un kilomètre de dénivelée (voir description exhaustive ci-après). Des travaux publiés au début de ma thèse (Calvet *et al.*, 2015) avaient supposément permis de déterminer des durées d'enfouissement $^{26}Al/^{10}Be$ pour deux niveaux : Notre-Dame-de-Vie perchée à +270 m relativement au talweg de la Têt (étage 5),

et grotte du Faubourg perchée à +110 m (étage 3). Une durée d'enfouissement moyen de 4,93 ± 0,57 Ma était ainsi estimée pour des dépôts dans Notre-Dame-de-Vie, et de 2,23 ± 0,23 Ma et 1,20 ± 0,286 Ma, respectivement, pour des dépôts dans deux galeries de la grotte du Faubourg. Ces travaux concluent que la vallée aurait donc été incisée régulièrement (taux moyen d'incision de 55 m/Ma depuis le début du Pliocène, suivi d'une accélération sur le dernier million d'année), et qu'il n'y aurait pas de paléocanyon messinien exhumé dans ce segment de vallée.

Étant donné l'exceptionnelle densité de niveaux et de cavités, ainsi que le lien à la Méditerranée, un des objectifs de mes travaux a consisté à compléter l'enregistrement en étudiant l'intégralité des niveaux présents dans la vallée, et à effectuer un travail méthodologique rigoureux *via* l'étude de sédiments de rivières et d'échantillons multiples au sein d'un même niveau. L'ensemble des résultats de ces études est synthétisé dans l'article soumis à *Quaternary Geochronology* présenté ci-dessous. Ce dernier propose une interprétation alternative à celle initialement présentée par Calvet *et al.* (2015) en raison de la ré-évaluation des durées d'enfouissement obtenues lors des travaux antérieurs. Les résultats présentés dans l'article suivant fournissent également une nouvelle contrainte à considérer et à confirmer concernant la formation d'Escaro et potentiellement celle du col de Fins.

2- Article révisé soumis à *Quaternary Geochronology*

Les données de terrain (photographies, localisations, topographies), sont disponibles en annexe 5 du manuscrit.

Deciphering landscape evolution with karstic networks: A Pyrenean case study

Amandine Sartégou *(1,2), Didier L. Bourlès (2), Pierre-Henri Blard (3), Régis Braucher (2), Bouchaib Tibari (3), Laurent Zimmermann (3), Laëtitia Leanni (2), and ASTER Team[+] (2)

(1) Université de Perpignan–Via Domitia, CNRS UMR 7194 Histoire Naturelle de l'Homme Préhistorique, 52 avenue Paul Alduy, F-66860 Perpignan Cedex, France ; (2) Aix-Marseille Université, CNRS-IRD-Collège de France, UM 34 CEREGE, Technopôle de l'Environnement Arbois-Méditerranée, BP80, 13545 Aix-en-Provence, France ; (3) CRPG, UMR 7358, CNRS-Université de Lorraine, 15 rue Notre-Dame des Pauvres, 54501 Vandœuvre-lès-Nancy, France

[+] *Georges Aumaître, Karim Keddadouche*

**corresponding author at: Université de Perpignan – Via Domitia, UMR 7194 CNRS, 52 avenue Paul Alduy, 66860 Perpignan, France.*
E-mail address: amandine.sartegou@univ-perp.fr (A. Sartégou).

Abstract

The rates and chronologies of valley incision are closely modulated by the tectonic uplift of active mountain ranges and were controlled by repeated climate changes during the Quaternary. The continental collision between the Iberian and Eurasian plates induced a double-vergence orogen, the Pyrenees, which has been considered a mature mountain range despite significant seismicity and evidence of neotectonics. Nevertheless, recent studies indicated that the range may have never reached a steady state. One option for resolving this controversy is to quantify the incision rates since the Miocene by reconstructing the vertical movement of geometric markers such as fluvial terraces. However, the few available ages for the Pyrenean terrace systems do not exceed the Middle Pleistocene. Thus, we study alluvium-filled horizontal epiphreatic passages in limestone karstic networks to increase the span of this dataset. Such landforms are used as substitutes of fluvial terraces because they represent former valley floors. These features record the transient position of former local base levels during the process of valley deepening. The Têt river valley (southern Pyrenees) is studied near the Villefranche-de-Conflent limestone gorge, where 8 cave levels have been recognized over a vertical height of 600 m. In this setting, already published $^{26}Al/^{10}Be$ cosmogenic burial data were limited to the last ~5 Ma. This work extends this initial dataset through the acquisition of cosmogenic $^{10}Be/^{21}Ne$ data, which should enable us to reconstruct a more

complete valley incision chronology. We also revise the $^{26}Al/^{10}Be$ record for the lowest portion of the valley. The obtained quantitative results are surprising relative to certain geological evidence, and the limitations of such an approach in the investigated geodynamic context are discussed. In particular, sampling within a detrital deposit (the Escaro Formation) and in the riverbeds suggests that the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios that are associated with the lower cave levels could have been inherited by pre-burial episodes. Similarly, pre-burial catchment denudation rates that do not exceed hundreds of cm/ka are probably tainted by the same amalgamation processes.

Keywords

Cave deposits, cosmogenic burial dating, ^{26}Al, ^{10}Be, ^{21}Ne, incision rates, Pyrenees.

Highlights

- Exceptional preservation of a Neogene canyon in the eastern Pyrenees is observed, with 8 epiphreatic cave levels
- $^{26}Al/^{10}Be$ and $^{10}Be/^{21}Ne$ burial durations are obtained for intrakarstic alluvial deposits in 8 cave levels
- The post-Messinian inferred incision rates and the ^{10}Be-derived denudation rates cannot be used as proxies for quantifying landscape development because of possible amalgamation processes
- The results indicate valley incision since the Burdigalian with possible pronounced fluctuations since the Messinian

1. Introduction

The formation and evolution of a mountain range are considered to result from both internal (tectonics) and external (climate) forcing. Numerous authors attempted to demonstrate that the climate would have a major influence on the dynamics of this antagonism at various spatial and/or temporal scales (e.g., Molnar et England, 1990; Reiners et al., 2003; Whipple et al., 2009), although this primary control is still ardently discussed (e.g., Godard et al., 2014). However, highlighting the retroactive interactions between these two forces is as complicated as comparing phenomena that occur on variable timescales. A key point to better constrain the formation and evolution of mountain ranges is to determine the distribution of the deformation and its temporal evolution. The Pyrenees, which have preserved distinct Mesozoic and Cenozoic geodynamic environments, are a unique mountain

range within European orogens. However, our understanding of the recent geodynamic evolution of this chain remains quite fragmentary. Researchers have identified an initial phase of orogeny between ~84 Ma and ~65 Ma, followed by a potential quiescence phase up to 59 Ma long that predated a recovery in orogenesis (Ford et al., 2015). Furthermore, the eastern section of the chain could never have reached a steady state. Despite the improvement in observational techniques over the past decade and the acquisition of numerous thermochronological data (e.g., Fitzgerald *et al*., 1999, Maurel et al., 2008, Vacherat et al, 2016), supplementary data are still required to constrain the recent evolution (last 20 Ma) of the chain. As an example, the origin of the flat surfaces at high altitudes (e.g., Babault et al., 2005; Calvet and Gunnell, 2008; Bosch et al., 2016; see Supp. Info) and their significance with regard to a potential post-orogenic uprising is still debated, these paleo-surfaces being (deeply) incised (e.g., Ortuño et al., 2013; Monod et al., 2016; Mouchené et al., 2017). Another critical point is the high microseismicity of the chain, which is quite incompatible with a moderate potential activity (e.g., Chevrot et al., 2011). In addition, recent work on the Lannemezan mega-cone showed that intense Mio-Pliocene tectonic activity is not required to form this mega-structure (Mouchené et al., 2017).

One option for resolving this controversy is to quantify the incision rates since the Miocene by reconstructing the vertical movement of geometric markers, such as fluvial terraces. However, the few available ages for the Pyrenean terrace systems do not exceed the end of the Lower Pleistocene (e.g., Stange et al., 2013; Delmas et al., 2015). Moreover, alluvial terraces are poorly preserved in some valleys. Thus, we study alluvium-filled horizontal epiphreatic passages in limestone karstic networks to increase the time span of this dataset. Such landforms are used as substitutes of fluvial terraces because they represent former valley floors (e.g., Palmer, 2007; Audra et al., 2013). These features record the transient position of former local base levels during the process of valley deepening. Until now, only relative dating based on correlations between staged levels and external terraces have been conducted on caves in the study area. However, establishing the absolute chronology of a cave's genesis remains rather complex, even if the absolute dating of the trapping of alluvium in caves with the cosmogenic burial dating method may be relevant in this case (e.g., Granger et al, 1997; Häuselmann et al., 2005; Tassy et al., 2013). The classical cosmogenic nuclide chronometer for this task is the combination of in situ-produced ^{26}Al and ^{10}Be cosmogenic nuclides that are measured in quartz, which cover the 0.2-6 Ma period. A preliminary study of two stepped systems in the Têt river valley was led by Calvet et al. (2015). The obtained burial durations yielded a mean incision rate of ~55 m/Ma since the Zanclean (5.3 – 3.6 Ma), which increased to 92 m/Ma during the Quaternary. These authors also established that pre-burial catchment denudation rates ranged from 35 to 7 m/Ma, with an

increase during the Early Quaternary. Nevertheless, this method has several limitations: notably, the ^{26}Al-^{10}Be couple cannot be used to date objects older than 6 Ma because of their respective half-lives (^{26}Al: (0.717±0.024) Ma; ^{10}Be: (1.387±0.012) Ma) alongside the sensitivity of the accelerator mass spectrometry technique. To overcome this limitation, one solution involves analyzing the concentration in the stable nuclide ^{21}Ne within the same mineral to obtain the ^{21}Ne-^{10}Be burial durations (e.g., Balco and Shuster, 2009; McPhilipps et al., 2016).

Considering the promising results from this initial study (Calvet et al., 2015), we decided to complete the dataset and densify the sampling in the already studied cavities. For this purpose, eight levels in the Têt river catchment, which is one of the easternmost valleys of the Pyrenees, were explored. We surveyed fifteen horizontal caves and collected alluvial deposits in eleven of them to measure their cosmogenic nuclide concentrations (^{10}Be, ^{26}Al and/or ^{21}Ne). We also re-analyzed the samples that were measured by Calvet et al. (2015) and additional samples from the same caves. The quantitative data that were acquired and presented in this paper reveal inconsistencies with some of the geological observations, so the methodology will be questioned through the investigation of potential non-visible effects, such as particle sizes and lithology disparities. The basic methodology, including the need to consider that the burial durations and/or paleo-denudation rates are calculated from TCN concentrations averaged from an amalgams of quartz grains taken from sedimentary deposits, is also questioned. Methodological cross-checking between the ^{21}Ne-^{10}Be and ^{26}Al-^{10}Be cosmogenic pairs have thus been conducted when possible for a better understanding of the related impacts of these parameters. Finally, the obtained scattered paleo-denudation rates and the limitations of such an approach in the Pyrenean geodynamic context are discussed.

2. Geological and geodynamical contexts

2.1. Lithological and structural contexts of the eastern Pyrenees

The Pyrenees are a mountain range in southwestern Europe. This mountain range, which forms a 400 km-long geographical barrier of N110°-orientation and had developed along the boundary between the Iberia and European plates (Choukroune, 1992), is the result of the Late Cretaceous–Cenozoic inversion of a Cretaceous transcurrent hyper-extended rift that was created during the opening of the Bay of Biscay (Lagabrielle et al., 2010). The structures continue along the southern shore of the Bay of Biscay to the Asturias to the west, which extends this chain to 600 km.

The axial zone of the Pyrenees consists of various terrains of Precambrian and Paleozoic ages, which were folded during the Hercynian orogeny in the Carboniferous (355-

295 Ma; Engel, 1984). The studied catchment area (Figure 1) includes the Puigmal-Canigou, Carlit and Madrès massifs. The axis of the Madrès massif consists of the WNW-ESE syncline of Villefranche-de-Conflent (Guitard et al., 1998), which is a stack of Hercynian late-folded syncline foliage that affected the sedimentary or slightly metamorphosed formations from the Middle and Upper Paleozoic. The base of the valley has massive outcrops of Devonian and Carboniferous limestones and dolomites. Towards the top of the stratigraphic series (Silurian - Upper Ordovician and Lower Carboniferous - Visean), pelites, calcschists, argillites and sandstone schists, which are generally less resistant to erosion because of their laminated structure, are predominant. Two thick sets of Ordovician, Cambrian and probably Precambrian schistose rocks flank this axis. These various petrographic formations (pelitic, schistous, marble, microconglomeratic and volcanodetritic facies) form the Canaveilles (Laumonier et al., 1996, 2015) and Jujols series from the base to the summit (Laumonier et al., 1996, 2015). These rocks are intruded by Ordovician granite plutons.

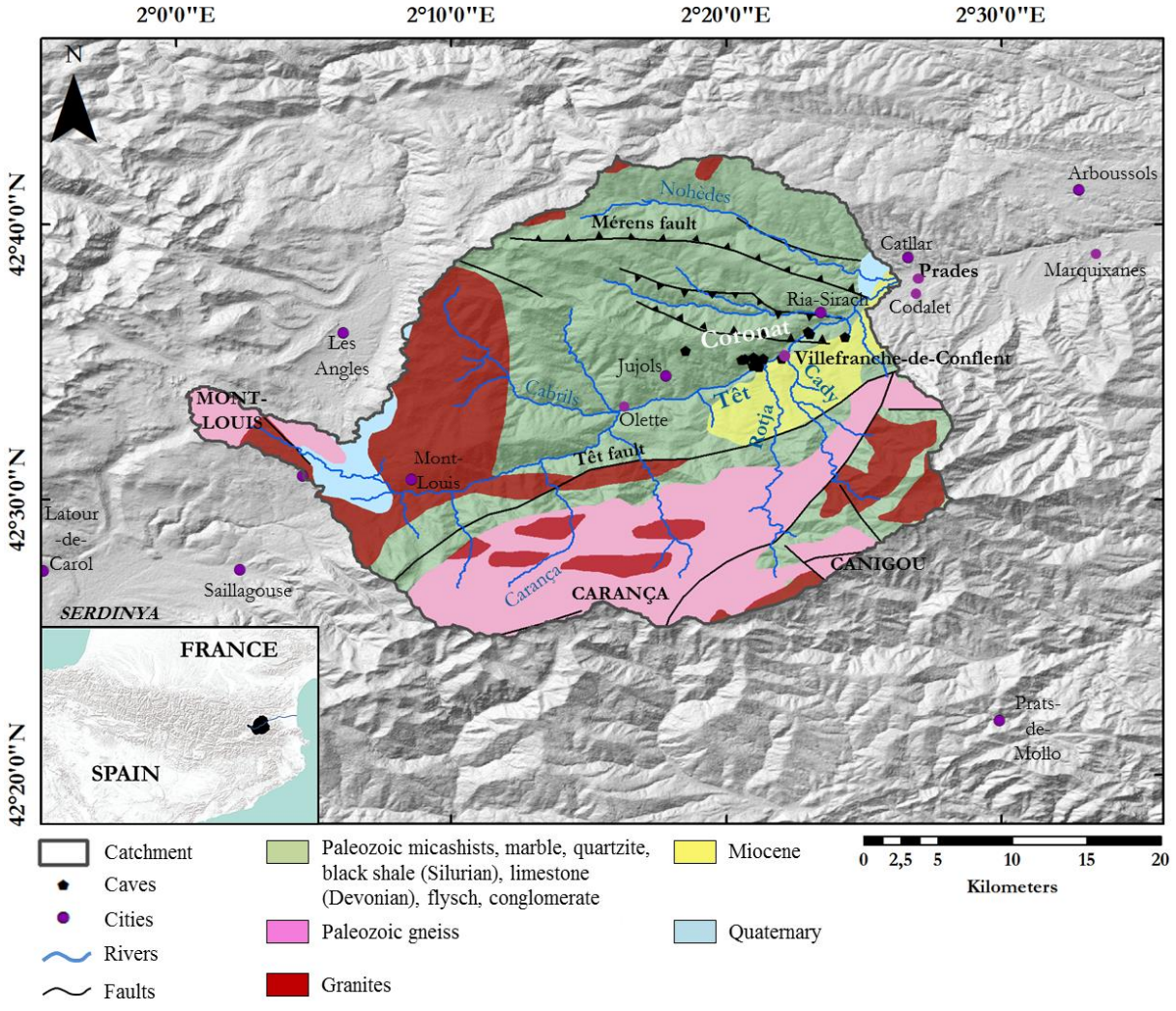


Figure 1 : Lithostructural features of the Têt catchment (according to IGME – BRGM data). Alluvial sediments that were trapped in karstic networks originated from Paleozoic crystalline massifs (gneiss, granites), metasediments and supposed Miocene deposits from the Escaro Formation because of the

Miocene extension phase. The watershed also includes glacial deposits at high altitudes. For a more detailed map of the studied area, refer to Calvet et al. (2015).

Around 20-25 Ma ago, collision-related deformation in the central and eastern Pyrenees ceased, the crustal deformation resulting from the convergence between the Iberia and European plates being then accommodated by the Betic Cordillera (Vergés et al., 2002). After the collision or during the last phase of plate convergence, while the central and western Pyrenees remained under a compressive regime, the eastern Pyrenees were affected by a period of crustal thinning that was related to the well-defined Oligocene–Early Miocene rifting that affected the Gulf of Lions (e.g., Ortuño et al., 2013). During the Lower Miocene (21-15 Ma), the eastern Pyrenean domain collapsed and was then divided into grabens that were filled with thick detrital sedimentary series (Guitard et al., 1998 and references therein). These features in the Roussillon and Conflent basins, the Escaro and Col de Fins formations, are estimated to have been deposited during the Lower Miocene (Figure 1; Supp. Info). These are fluviatile formations, composed of clasts coming from the Têt River high valley and the surrounding massifs such as the Canigou massif. This succession of collapse events followed by filling phases towards the Early Miocene has sometimes been called into question.

Then, the closure of the strait between the Atlantic Ocean and the Mediterranean Sea at the end of the Miocene (~5.9 Ma; Gautier et al., 1994; Suc et al., 1994) leaded to a drop of 1500 m of the base level (Hsü et al., 1973) which broke the eustatic equilibrium. This event, called the Messinian Salinity Crisis (MSC), induced a major incision of the peri-Mediterranean pre-MSC drainage systems (e.g., Hsü et al., 1973; Clauzon, 1982). Very deep canyons were then dug. Some vestiges of Pliocene detrital deposits filling these canyons (e.g. Depéret, 1895) as well as the upstream propagation of the incision, depicted by knickpoint migration, have been studied (e.g., Loget and Van Den Driessche, 2009). The morphology of the canyons is *a priori* indeed well preserved because of the sudden rise of the base level (+80 m from the current level) and of the concomitant deposition of sediments in Gilbert deltas which reduced the rivers erosive power (e.g., Clauzon et al., 1995; Loget et al., 2006). Opinions differ as to whether the Têt River valley, particularly the Conflent area, is a Messinian paleo-canyon. The history of the Upper Miocene and of the Messinian evolution of the Conflent Basin is still debated. It is currently accepted that deposits of the late Miocene, the Col de Fins Formation, which is consisting of fluvial facies and quartzite blocks, would be present west of the basin. This deposit would have been largely denuded in response to the MSC, leaving only a few scraps.

The Lower Pliocene formations of and near the area consist of marine clay, while the Upper Pliocene formations are dominated by fluvial arkosic sands and conglomerates. These

detrital sedimentary series were partially removed and remobilized by river downcutting during the Upper Pliocene and Pleistocene. Staircased alluvial terraces that range from 20 to 200 m above the present-day thalweg support this incision. Based on current weathering profiles (Calvet, 1996), cartographic relationships (Delcaillau et al., 2004), and heavy mineral contents (Debals, 2000), the chronology of this fluvial downcutting still requires absolute dating to be better constrained. In this area, the Quaternary superficial formations are represented by the high terraces to the SE of Ria (Calvet et al., 2015). The lower terraces occupy a large portion of the Têt valley between Serdinya and Prades. Their location and their relationship to karstic networks are described in Hez et al. (2015). Alluvial terraces into the Villefranche-de-Conflent gorges are poorly preserved. The T1 terrace (~+20 m) is continuous and well-represented. The T2 terrace (25-30 m) is poorly represented in the gorges and poorly conserved. Within the gorges, the T3 and T4 levels are absent. Altimetric correlations between terraces and cavity levels have been proposed (Calvet et al., 2015, Hez et al., 2015). However, in addition to the fact that the absolute age of the alluvial terraces is poorly constrained, a convincing correspondence remains to be established through notably classical petrological and mineralogical studies and through geochemical characterizations of the source of the material.

The study area is drained to a local base level by the Têt and its main tributaries. The Têt is a river that is connected to the Mediterranean domain. This river originates at an altitude of 2405 m in the Carlit massif, pours towards the southeast as it crosses the crystalline massif of Mount-Louis, and then changes direction at Fontpédrouse to flow towards the northeast – southwest along the plane of the Conflent graben (Figure 1). The Cady and the Rotja, which are tributaries along the right bank of the Têt, drain augen orthogneiss and biotite granites, which are represented on most of the Canigou massif. Most of the drainage is confined to canyons with a flat alluvial floor, but a portion of the river or its tributaries seems to be systematically lost over time in the carbonate massifs (Figure 1).

2.2. Karst features and cave systems

The confined karst of Villefranche develops in the Devonian carbonate rocks in the eastern portion of the syncline. This geological unit is characterized by metamorphic limestones and some marbles (Guitard et al., 1998). The syncline extends from west to east over approximately thirty kilometers, with a width of approximately 4 km on its eastern section, where the karstification is most important. The Hercynian major fault of Mérens borders the northern Coronat massif (Figure 1) and confines the karst in the Têt river valley. The Hercynian orogeny would be responsible of the main structuration of the massif. Paleogene compression, which deforms the already folded Paleozoic terrains, has probably

reactivated old faults. Thus, a plurikilometric shortening has created significant volumes and allowed the circulation of water in the massifs.

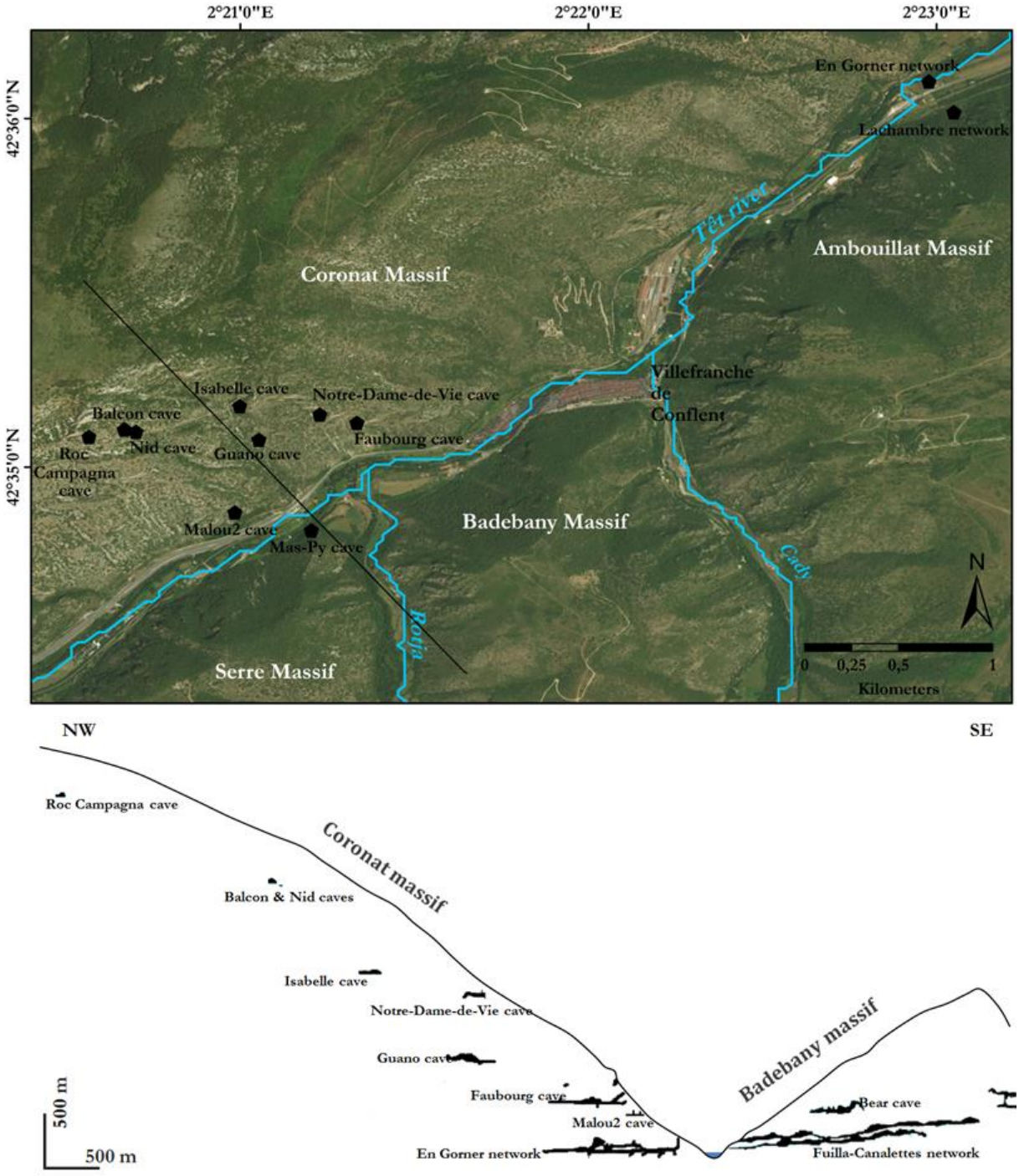


Figure 2: Map and projected section (modified after Calvet et al., 2015) of the Têt River valley near Villefranche-de-Conflent, which shows the karstic network's spatial distribution and patterns in the massifs. Eight epiphreatic levels are clearly identifiable at the massifs of Badebany (right bank) and Coronat (left bank) and have been investigated. Their establishment is influenced by the Têt and its tributaries, the Cady and the Rotja. The floors close to the current base level are the most developed. The perched levels have probably been trimmed because of the removal of the flanks of the massif over time.

Few surface karst features are present in this area, and most of the networks are horizontal. If wells, cascades or potholes were present, they disappeared because of the

backwards slopes or erosion. However, underground karst features are well developed in four main massifs (Coronat in the left bank, Serre, Badebany and Ambouillat in the right bank), which were largely described by Calvet et al. (2015).

We can distinguish eight epiphreatic levels at ~600-m height on a valley transect near Villefranche-de-Conflent (Figure 2; Calvet et al., 2015; Hez et al., 2015). This study area is therefore very original and complex because of the high density of levels in this area, even if this fact is quite classical in the Pyrenees. The first level, which is close to the current base level of the Têt River, corresponds to the large underground networks of the karst of Villefranche. This level is particularly developed, with ~75 km of galleries discovered (En Gorner, Lachambre and Fuilla – Canalettes networks), probably because of a pronounced base-level stationary phase (Audra, 1994). The seven epiphreatic levels above the large karstic systems retain only limited sections of galleries under development because of (i) erosion, which led to the retreat of the southern slope of the massif, thus reducing the size of the horizontal duct; (ii) the total clogging of galleries by gravitational deposits, concretions, and detrital deposits, preventing any speleological exploration towards the logical sequence; and (iii) sudden interruptions of galleries because of faults or fractures, disconnecting the conduits by shifting the blocks of the massif, as observed in the caves of Faubourg and Notre-Dame-de-Vie (Calvet et al., 2015; Hez et al., 2015).

One of the crucial points of this area is the rarely observed inter-connections of sub-horizontal cavities (Hez, 2015; Hez et al., 2015). Indeed, unlike a staggered network, whose levels are inter-connected by vertical wells, the staging of cavities in the Villefranche karst seems to consist of distinct sub-horizontal networks from repeated base-level fluctuations in the Têt River.

Erosion morphologies provide valuable information on previous underground circulations, including the direction of the flows. The waves of erosion that were observed on the walls of the staging cavities support their functioning towards the interior of the massif in the direction of the axis of the Villefranche syncline (Faubourg cave) and parallel to the Têt River (SO-NE), as in the Guano cave and in a majority of the En Gorner network (Hez, 2015; Hez et al., 2015). These stretches of staged epiphreatic levels can therefore correspond to successive self-capture levels of the Têt on the left bank. On the right bank, cavity staging is limited to two or even three levels in the massif, significantly lower than those in the Coronat massif (Figure 2).

3. Methods

3.1. Sampling strategy

3.1.1. Cave sediments

The use of karst as a paleoenvironmental marker and the study of karstic infillings are particularly interesting because karst is a conservative environment in which alluvial sediments are protected from denudation. Sediments are transported to galleries by interrupted streams or stream piracy from an epigeous river, and their analysis enables us to determine their surface origin and their mode of deposition. In addition, karst records the position of the bottom of the valley at some point. Epiphreatic galleries indicate water-table proximity. During valley deepening, various levels of horizontal conduits are generated, with recent networks forming below previously abandoned generations. However, the opposite is also possible during base-level rise (Mocochain et al., 2009; Tassy et al., 2013). Thus, staged karstic systems record the transient positions of previous local base levels, similar to fluvial terraces during valley deepening. The shape of the galleries and the morphologies on the walls describe the modalities of the digging, filling and draining of the galleries (Figure 3a). In any case, the duration of the development of these networks is supposed to be negligible relative to the duration of the processes that are quantified in this work. However, the scale transfer from the average burial duration that is recorded by the analyzed quartz grains to the "age" of the sedimentary deposit that contained them is far from straightforward, as is the subsequent deduction of the "age" of the gallery where the sampling occurred and, *a fortiori,* the "age" of the network. Moreover, the basic assumption that a single burial age can be extrapolated to the entire sedimentary sequence in the same network is not straightforward, which supports collecting several samples along the same unit to have a constant burial age. Furthermore, we must face ill-defined conceptual principles, such as the notion of the formed network. Is a network considered to have been formed when it loses its active karst status and becomes a paleokarst, or is it still in formation when climatic or eustatic processes cause the reuse of its conducts? Moreover, to our knowledge, no studies exist that quantify the required time to form a cavity or a network through pertinent absolute dating, the estimates being essentially based on dissolution and structural criteria. In addition, if these studies exist, such studies would only be relevant in their particular context, with the network formation duration greatly depending on the geological, tectonic, climatic, and eustatic contexts of a given region during the investigated period.

To estimate the incision rate of the main river, the morphology of each gallery was analyzed and the alluvium that was trapped and preserved in these horizontal passages was sampled for absolute dating (Figure 3b, c, d).

311 The Notre-Dame-de-Vie (+ 275 m; Table 1) and Faubourg (+ 110 m; Table 1) caves
312 have been thoroughly described by Calvet et al. (2015).

Caves	Samples ID	Latitude (°)	Longitude (°)	Elevation (m)	Relative elevation (m)	Development (m)
Puits des Racines	PDR	n.c.	n.c.	443	8	17600
Lachambre	AM	42.600306	2.384164	455	20	26000
Mas-Py	MP	42.580303	2.353403	486	20	100
Malou-2	MA2	42.581167	2.349739	501	43	100
Ours	OU	42.585528	2.367028	515	57	552
Sirach	SI	42.598639	2.405250	487	100	1350
Faubourg	F	42.585447	2.355583	545	110	485
Guano	GU	42.584639	2.350889	600	180	250
Notre-Dame-de-Vie	NDV	42.585846	2.353801	710	275	60
Balcon	BA	42.585139	2.344447	907	500	5
Nid	NID	42.585019	2.345003	914	500	14
Roc Campagna	CAM	42.584778	2.342750	1050	580	30
Roquefumade	RF	42.590344	2.308719	1358	836	120

313 Table 1: Location of the sampled cavities. The provided altitude is that of the current entrance of the
314 cavities. These levels are horizontal, and the altitude of the paleo-drain varies by only a few meters.
315 The relative altitude is that calculated by projection on a perpendicular plane to the current course of
316 the Têt, ignoring its past shifting. The developments of the cavities are those that are known through
317 current speleological exploration. The coordinates of En Gorner's network entrance cannot be
318 transmitted. The point is placed close on the map of Figure 2, but not at the exact location.

319 The Lachambre network (+ 20 m; Table 1) is located on the right bank. This network
320 consists of two main galleries that are parallel to the Têt (SW-NE) and intersected by
321 meanders because of SE-NW fractures. Numerous morphologies of fluvial erosion and
322 alluvial deposits (Figure 3c), including large concretions that are marked by scallops, are
323 observed. Notches are visible on the walls of the large ducts, marking the passage of an
324 underground river. The Sirach cave could indicate the paleo-emergence of a higher level to
325 the Lachambre network (Hez, 2015). This atypical cavity largely develops in a Burdigalian
326 limestone tectonic breccia. The Mas Py cave was probably a leakage of the Rotja River that
327 emerged in the Têt valley.

328 The En Gorner network (+ 8 m; Table 1) is a major cavity in the Coronat Massif that
329 was partially traversed by a river, in which two floors can be discriminated. This network is
330 close to the current level of the Têt. The ducts are mainly oriented SO-NE. These ducts are
331 large (Figure 3a) and exhibit many collapses and highly concretionary areas. Some galleries
332 may still experience water rise during snowmelt periods or prolonged episodes of heavy
333 precipitation. In this case, the downstream siphon of the underground river saturates and
334 returns the unabsorbed quantity to the upper galleries. Leakages of the neighboring Nohèdes
335 valley also could have poured water into and shaped the network (Hez, 2015).

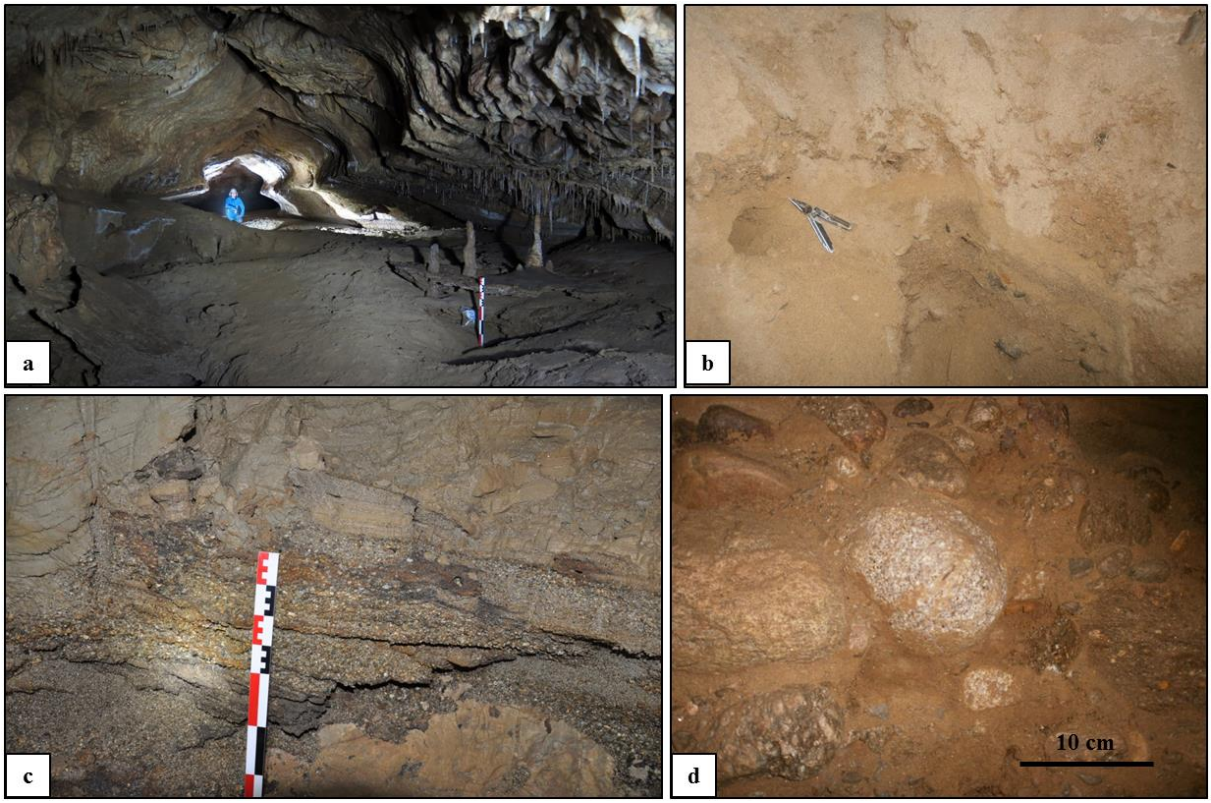


Figure 3: a) Porte de Fer gallery (En Gorner's network), PDR2 sampling site. The morphology of this section is characteristic of the recorded paragenetic regime in the network (Hez, 2015; Hez et al., 2015). The calcite floor, which is visible in the foreground, seals fine deposits. Sand filling partially covers this carbonate deposit. A more recent generation of concretions sporadically seals the deposit. b) PDR7 sampling site in the Sablier (En Gorner's network). The sandy bench is located above the picked pebbles (PDR8 to PDR13). c) AM2 sampling site. Sandy-bedded deposits in the Lachambre network are surmounted by laminated clay loams, indicating a prolonged episode of paragenetism. d) PDR5 to PDR13 sampling sites. Granites and gneiss pebbles in the En Gorner's network. The deposit is massive and clogs the Sablier gallery.

Most of the other prospected cavities (Table 1) that exhibit similar characteristics but were not sampled are small (1 to 2 m wide), except for the main gallery of the Guano cave, which is approximately ten meters wide, similar to the Notre-Dame-de-Vie cave. These differences in cavity size may be related to time-varying paleo-regimes.

The siliciclastic fillings that were trapped in the ducts of the different cavities in the Villefranche karst have variable particle sizes and are found in the form of clay, silt, sand (Figure 3b, c), gravel and pebble (Figure 3d). These detrital fillings were brought by a paleo-Têt and its tributaries (mainly Cady and Rotja) and were conserved in the endokarst at almost all levels of the tier. We sampled amalgams among the few available deposits, provided that we could rely on the classic markers of phreatic and epiphreatic circulation, the geometry of the deposits, and the selected deposit was an alluvial deposit and not an intrakarstic deposit. These deposits consisted of gneiss, granitoid, quartzite, micaceous sands, schist, and micashist at almost all levels of staging. Considering the lithologies in the Têt watershed, the Têt and its tributaries were likely responsible for the transport and deposition of these trapped alluvial

deposits in the cavities of the Villefranche karst. The lithologies and particle sizes within each cavity are detailed in Table 4.

3.1.2. Riverbeds

To constrain the current denudation rates and concentration ratios, we sampled sediments that were transported by the main active rivers (Figure 4; Table 2), with sand and pebbles being treated separately for comparison.

Such sampling was also conducted to analyze the potential effects on the concentration ratios of the collected sediments from alluvial deposits that were remobilized by the rivers before being deposited in the cavities, even if extrapolating the current results to the prospected cavity deposits is inappropriate because of likely different hydrological conditions. Thus, a modern sediment sample was taken upstream of these deposits at Thuès-entre-Valls to detect possible interference from the cosmogenic signal from the Escaro Formation (TT point; Figure 4d).

Location	Samples ID	Latitude (°)	Longitude (°)	Elevation (m)
Têt-Villefranche	TV	42.585722	2.363639	456
Têt-Thuès	TT	42.525000	2.226750	806
Rotja - Fulla	RO	42.578806	2.355861	494
Cady - Canalettes	CAD	42.581694	2.371055	451

Table 2: Location and elevation of the four riverbed sediment sampling sites in Figure 4.

When possible, we distinguished the lithologies. Certain infrastructures are present upstream of the course of the Têt, especially the Bouillouses dam, which was built between 1903 and 1910. Development works have also been conducted along the Rotja River in recent decades. Fortunately, most drains in the watershed do not pass through this point. Moreover, the measurements of cosmogenic nuclide concentrations in modern river samples in different drainage basins enable us to calculate the local catchment-integrated production rates for ^{26}Al and ^{10}Be. The use of present-day rivers to determine the past production rate is correct assuming a constant denudation rate and stable altitude for the riverbed.

Given their actual drainage networks, the Cady and the Rotja Rivers may have incised the Neogene Escaro Formation (see Supp. Info) and transported embedded sediments, which were included in their bed loads. We must verify such a hypothesis because pebbles that were transported by these tributaries may have been deposited in the studied cavities of the Badebany and Serre massifs. The other massifs in the area, whose drains could potentially feed the Têt, must also be considered. Additionally, we must examine whether this potential influence was attenuated in sands. A much larger number of grains can be analyzed in a sand sample (compared to pebble samples), so sands may more accurately represent the

concentrations of the erosion products of these two sub-watersheds. Therefore, sediments were collected both before the confluence between the Rotja and the Têt, specifically, at the RO point, and after their confluence at the TV point (Figure 4c). The TV point is 1.3 km downstream of the RO point. Finally, we sampled the Cady before its confluence with the Têt (Figure 4b) at the CAD point. At these last three locations, we distinguished the particle sizes and lithologies. We could not collect riverbed sediments after the confluence between the Têt and the Cady because of accessibility issues.

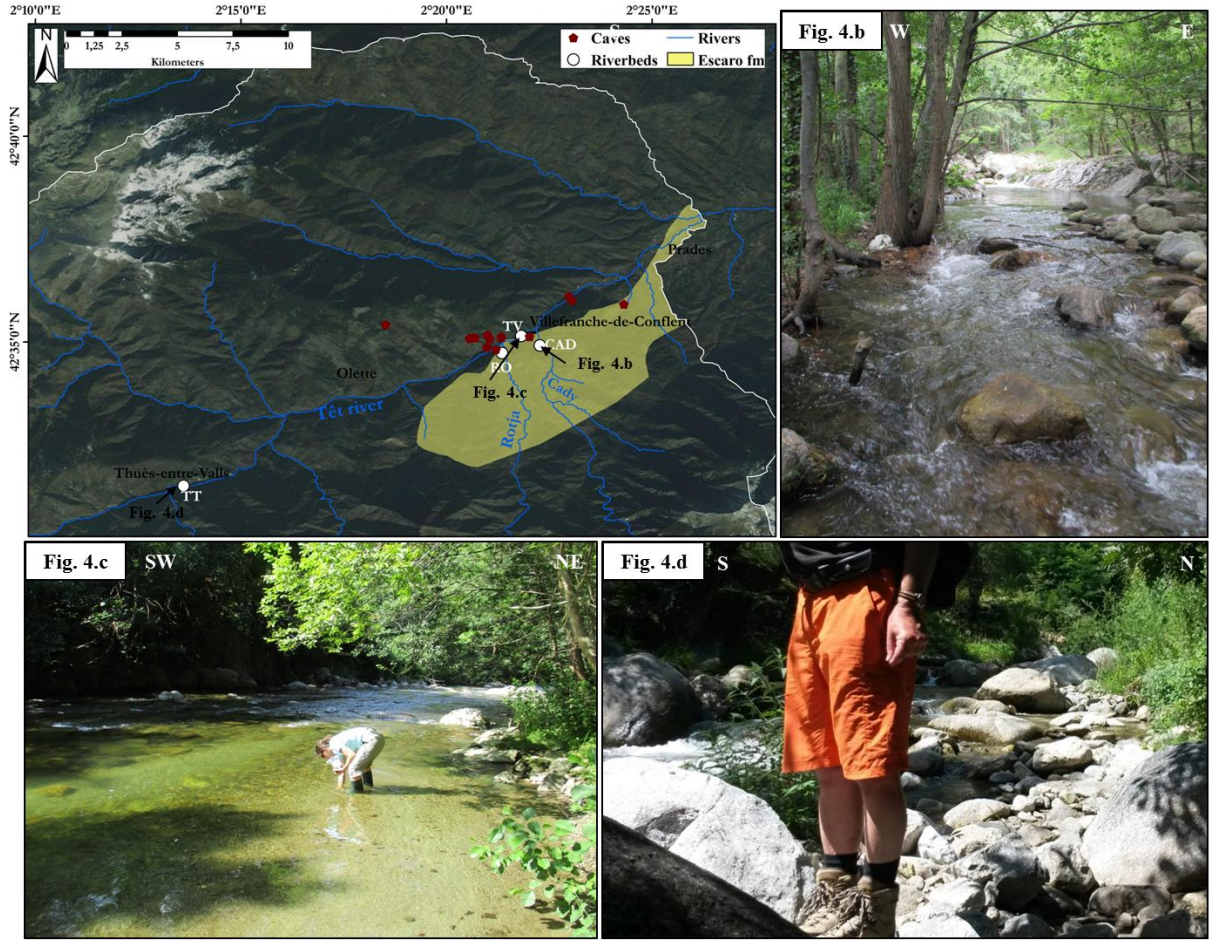


Figure 4: Details of the riverbed sediment sampling sites. The locations are given in Table 2. Pictures were taken during low-water periods. a) Map that shows the four sampling locations (white dots) and their relationships with both the Miocene Escaro Formation (in yellow) and cave entrances (red dots). b) Cady sampling site. The riverbed is 5-7 m wide and contains metric blocks. The flow is torrential, and particle sizes smaller than coarse sands were absent, even on the banks. c) Villefranche-de-Conflent sampling site on the Têt river. The particle sizes range from fine sands on the banks to metric blocks within the bed of the river. d) Thuès-entre-Valls sampling site. The riverbed's width does not exceed five meters, and the flow is torrential. At this point, the river flows on steeper slopes. Particle sizes smaller than coarse sands were absent, even on the banks.

3.1.3. Escaro Formation

The Escaro Formation was sampled to determine whether the cosmogenic nuclide ratios of the material that enters the caves are significantly affected by the potential complex

burial/re-exposure histories of its components (Table 3). While some authors assigned a Miocene age to the Escaro Formation (Guitard et al. (1998) and references therein), other authors assumed this formation as being a component of a late Pliocene set (e.g., Clauzon et al., 2015 and references therein). Solving this controversy is beyond the scope of this study. The samples were collected from a quarry that was exploited at the beginning of the last century for hematite and fluorite. According to the aforementioned authors, it should be pointed out that this quarry may equally well be found in the Escaro Formation as in a gneissic thrust slice of the olistoliths. In the end, it does not matter, some of these slices being intercalated in the Escaro Formation (e.g., Oele et al., 1963). In the western area of the basin between Prades and Escaro, the yellowish formation consists of an alternation of very poorly sorted quartz-feldspathic sands and essentially gneissic metric-sized block levels (Guitard et al., 1998). The predominance of gneiss indicates that the Canigou massif is the main source of the clasts, which is reasonable because of the large exhumation of the massif in response to the opening of the Gulf of Lion (Maurel et al., 2008). The base of the formation has a large dip of approximately 30° towards the N-NE at the outcrop (Figure 5). This formation's thickness, which is at least 600 m, can be estimated north of Escaro. The degrees of alteration vary. It is worth noting that there is apparently no paleosoils within the Escaro formation.

Gneiss pebbles, quartzite pebbles and sands were separately analyzed in the samples EB1, EB2 and EB3 from the base of the formation to distinguish particle sizes and lithologies. The same protocol was applied to one of the samples (ET1, ET2 and ET3) from the mid-slope bench, which enabled us to quantify the accumulation rates.

Location	Samples ID	Latitude (°)	Longitude (°)	Elevation (m)
Escaro quarry - halfway up bench	ET	42.543278	2.313500	926
Escaro quarry - base of the formation	EB	42.542972	2.308694	951

Table 3: Location and elevation of the two Escaro quarry sampling sites in Figure 5.

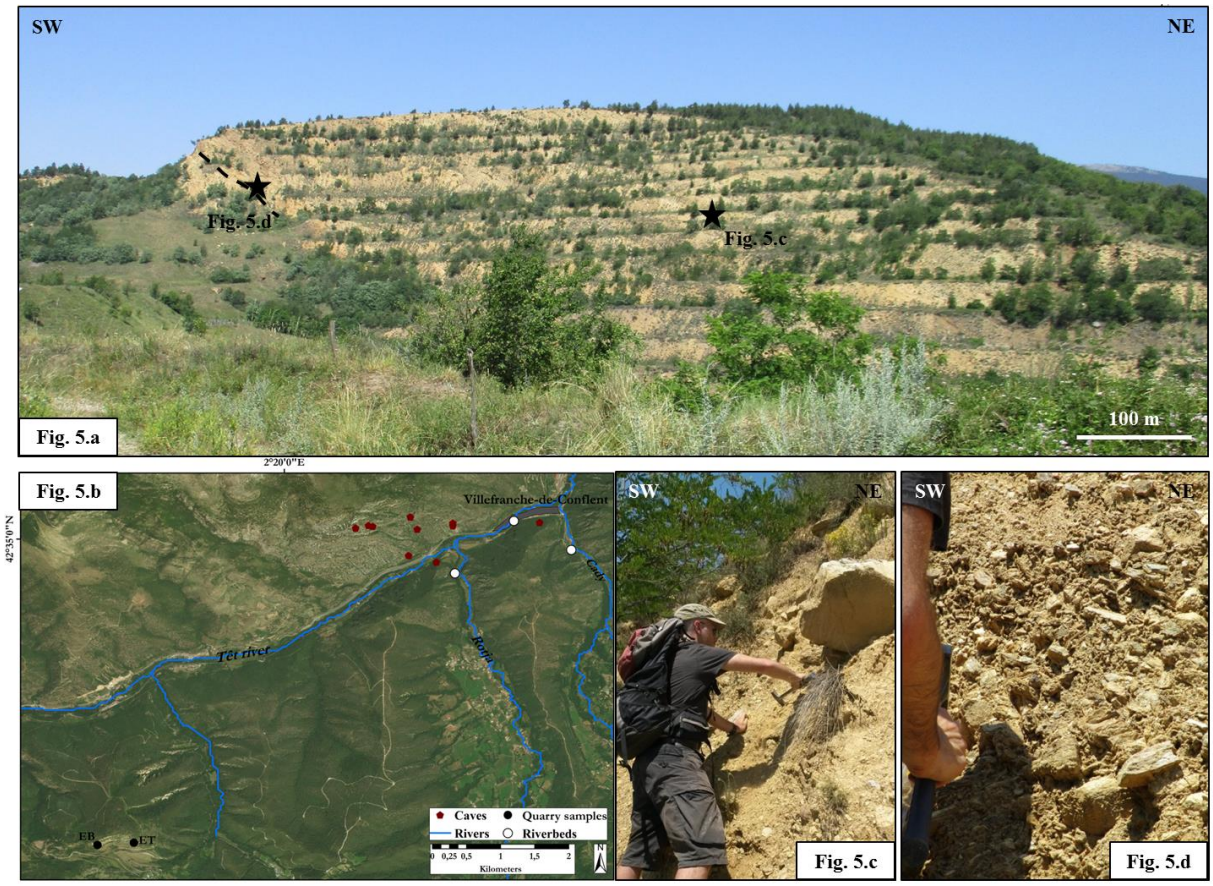


Figure 5 : Escaro quarry site. The locations are given in Table 3. a) Panorama of the quarry that was exploited during the 20th century. The re-exposure period is negligible, and the selected sites are properly shed under more than 30 m of sediment. The base of the supposed Miocene formation is plotted with a dip of 30° to the NNE. b) Map that shows the two sampling locations (black dots) and their relationships with both the three riverbed sampling sites (white dots) and cave entrances (red dots). EB represents the base of the formation samples and ET the halfway-up crossing samples. c) Halfway-up bench-sampling site. The particle sizes range from medium sands to gneiss metric blocks. d) Base of the formation sampling site, which is mainly sandy deposits and clasts of gneiss and quartzites.

3.2. Burial duration determination systematics

The burial dating method is based on the differential radioactive decay of two cosmogenic nuclides, which accumulate in quartz minerals of surface rocks that are exposed to cosmic rays. At a depth of 8–10 m, in situ-production from neutrons is stopped, and muons represent only 1% of the total surface production, so the significant burial of the sample of interest halts the in situ production of cosmogenic nuclides. The concentrations of initially accumulated radionuclides (^{26}Al and ^{10}Be) then decrease as a function of their respective half-lives. Knowing the production ratio of the cosmogenic nuclides of interest in quartz minerals, enables us to determine their burial age and the maximum denudation rates that prevailed in the source area before the samples were buried by measuring the ^{26}Al/^{10}Be and/or ^{10}Be/^{21}Ne ratios in the samples.

Caves provide a nearly ideal configuration for such burial duration determinations because exposure to cosmic rays since the burial episode is usually negligible. The galleries

of the caves that were sampled in this study are always overlain by more than 30 m of rocky material in all directions, therefore making post-burial production negligible. The accuracy of the results ($^{26}Al/^{10}Be = R_{AB}$) relies on the following assumptions: (i) the quartz from which the TCN are extracted was exposed long enough at the surface to accumulate measurable concentrations of cosmogenic radionuclides; (ii) the transport time before burial was negligible compared to the exposure duration to cosmic rays on a surface under a denudation regime, so the storage duration within the catchment was limited; and (iii) burial was rapid and deep enough to avoid cosmogenic nuclide post-burial production.

3.2.1. $^{26}Al/^{10}Be$ based burial duration determination

A rock that is exposed to cosmic radiation accumulates terrestrial cosmogenic nuclides (TCN) such as ^{26}Al and ^{10}Be, whose concentrations can be calculated by using the following equation (Braucher et al., 2011):

$$C(x,\varepsilon,t) = C(x,\varepsilon',t')\exp(-\lambda t) + \frac{P_{sp}.\exp\left(-\frac{x}{L_n}\right)\left(1-\exp\left(-t\left(\frac{\varepsilon}{L_n}+\lambda\right)\right)\right)}{\frac{\varepsilon}{L_n}+\lambda} + \frac{P_{\mu slow}.\exp\left(-\frac{x}{L_{\mu slow}}\right)\left(1-\exp\left(-t\left(\frac{\varepsilon}{L_{\mu slow}}+\lambda\right)\right)\right)}{\frac{\varepsilon}{L_{\mu slow}}+\lambda} + \frac{P_{\mu fast}.\exp\left(-\frac{x}{L_{\mu fast}}\right)\left(1-\exp\left(-t\left(\frac{\varepsilon}{L_{\mu fast}}+\lambda\right)\right)\right)}{\frac{\varepsilon}{L_{\mu fast}}+\lambda} \quad \text{(eq. 1)}$$

where C(x,ε,t) is the nuclide concentration as a function of the attenuation depth *x* (typically expressed as a function of depth *z*, in cm, and bedrock density ρ, in g/cm^3), denudation rate ε, ε' (in g/cm^2/a), and exposure times and t'*t* (in years). The term $C(x, \varepsilon', t')$ is the inherited concentration. P_{sp}, $P_{\mu slow}$, and $P_{\mu fast}$ and L_{sp} (160 g/cm^2), $L_{\mu slow}$ (1500 g/cm^2), and $L_{\mu fast}$ (4320 g/cm^2) (Braucher et al., 2011) are the production rates and attenuation lengths of neutrons, slow muons and fast muons, respectively; λ is the radioactive decay constant of the TCN under investigation. C(x,0) is the ^{10}Be or ^{26}Al concentration that is acquired during periods of exposure time prior to denudation.

The chemical procedure for ^{10}Be and ^{26}Al extraction from all the samples to measure their ^{10}Be and ^{26}Al concentrations was conducted at CEREGE (Aix-en-Provence, France) and followed Brown et al. (1991) and Merchel and Herpers (1999). Pebbles were crushed and sieved (250-800-µm fraction). Quartz was concentrated through magnetic separation and selective dissolution in a 1/3 HCl – 2/3 H_2SiF_6 mixture. Quartz was decontaminated from the atmospheric ^{10}Be by dissolving 30% in mass through three successive HF leaching steps. Pure

quartz was then spiked with 100 µL of a (3025±9)-ppm in-house ^{9}Be carrier (Merchel et al., 2008) and with an adapted amount of a 985 µg/g ^{27}Al carrier. The natural ^{27}Al concentrations in the dissolved samples were measured by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) on an ICAP6500 Thermo Scientific unit spectrometer. We performed this analysis of replicate aliquots using two emission lines (394 and 396 nm, axial sight) and two standards (Merck of 999 ± 2 mg/L, and Fluka TraceCert of 985 ± 2 µg/g). Finally, dissolution was conducted in concentrated HF.

The abundance of muscovites (with high ^{27}Al content) in the rocks from the watershed forced us to regularly check the purification of the samples with a binocular microscope. If not removed from the quartz before total dissolution, these muscovites would cause the formation of thick solid crusts, from which properly recovering all the dissolved aluminum would become difficult.

BeO and Al_2O_3 were then purified and extracted by using a succession of alkaline precipitation and separations on ionic-exchange resins (used exchange resins: DOWEX 1x8 100–200 mesh, DOWEX 50Wx8 100–200 mesh). Finally, full oxidization was performed at 700°C for one hour. The obtained BeO and Al_2O_3 oxides were mixed with Nb and Ag conductive powders, respectively, and then introduced in a copper cathode to be pressed. The ^{10}Be/^{9}Be and ^{26}Al/^{27}Al ratios were finally measured at the French national AMS facility ASTER. The measured ^{10}Be/^{9}Be ratios were calibrated against the ^{10}Be/^{9}Be SRM 4325 NIST (National Institute of Standards and Technology) standard with an assigned value of $(2.79 \pm 0.03)\cdot10^{-11}$ (Nishiizumi et al., 2007). The measured ^{26}Al/^{27}Al ratios were calibrated against the ASTER in-house standard SM-Al-11, whose nominal value is ^{26}Al/^{27}Al = $(7.401 \pm 0.064)\cdot10^{-12}$ (Merchel and Bremser, 2004). The half-lives (^{10}Be: 1.387 ± 0.012 Ma (Korschinek et al., 2010; Chmeleff et al., 2010); ^{26}Al: 0.717 ± 0.024 Ma (Samworth et al., 1972)) and the standardization method that were used at ASTER (SM-Al-11/07KNSTD) implied that the ^{26}Al/^{10}Be spallation production ratio was ~6.61 ± 0.52. Analytical uncertainties included the counting statistics, the machine's stability (~0.5%; Arnold et al., 2010 for ^{10}Be) and blank correction.

All the calculations were conducted with a sea-level, high-latitude (SLHL) ^{10}Be spallation production rate of 4.01±0.18 at g^{-1} a^{-1} (Borchers et al., 2016), which was assumed to be constant over time and scaled for latitude (Stone, 2000) and elevation. Corrections for mass shielding were calculated by using the equation of Dunai (2009). Muon contributions from Braucher et al. (2011) were only scaled for altitude. The production rate is calculated for each cell of the 30 m ASTER DEM and the 9.03±0.95 at/g(Qz)/yr mean catchment production rate is computed following a Matlab script and the CREp tool (Martin et al., 2017), using a

rock density of 2.5 g/cm^3. Areas without quartz-bearing rocks and not linked to the stream network were excluded from calculations. No corrections were performed for ice cover since it only represents a very small proportion of our studied area. We used the globally averaged P10 obtained in CREp and the 21/10 production ratio (P21/P10=4.13) defined in Kober et al. (2007).

3.2.2. ^{10}Be/^{21}Ne-based burial duration determination

The cosmogenic burial dating method was based on the evolution of the ^{26}Al/^{10}Be ratio and limited to the last ~6 Ma, so we had to expand the investigated period to pinpoint the chronology of the valley incision. Thus, we implemented the cosmogenic burial dating method based on the evolution of the ^{10}Be/^{21}Ne ratio.

The neon isotopes, whose concentrations were measured on the Helix-SFT™ mass spectrometer at CRPG (Nancy, France), originated from both the fluid inclusions in the quartz minerals and the surface of the quartz grains. The same quartz fractions (250 – 800 µm) as those that were used to determine the ^{26}Al and ^{10}Be concentrations were analyzed (same sample splits), even if the finest fraction was more suitable to reduce the contribution of atmosphere-like Ne that was trapped in the fluid inclusions. All the samples were wrapped in tin foil and loaded into the carousel of a new induction furnace that was designed at the CRPG lab (Zimmermann et al., 2017). Following conclusive validation tests, neon was extracted in one single heating step at ~1500°C over at least 25 min. Atmospheric contamination was low enough to ensure a proper estimate of the non-cosmogenic component. After gas extraction by heating, chemically active gases were removed in two Ti sponge getters; Ar–Kr–Xe was trapped in a charcoal finger at liquid-nitrogen temperature. Ne was cryo-focused at 35 K before being released at 90 K. The neon concentrations and isotopic compositions were determined via peak jumping mass spectrometry by using detectors with multipliers. Neon isotopes were corrected for isobaric interferences, instrumental mass fractionation and analytical blanks. Aliquots of the quartz standard CRONUS-A that were measured during the sample batch yielded a ^{21}Ne excess of (331 ± 6).10^6 at/g, which matched the reference concentration of (348 ±10).10^6 at/g (Vermeesch et al., 2015).

The cosmogenic component was computed by using the following formula:

$$^{21}\mathrm{Ne}_{\mathrm{cosmogenic}} = {}^{21}\mathrm{Ne}_{\mathrm{sample}} - {}^{20}\mathrm{Ne}_{\mathrm{atmospheric}} \times \left(\frac{^{21}\mathrm{Ne}}{^{20}\mathrm{Ne}}\right)_{\mathrm{air}}$$

The concentration of excess ^{21}Ne ($^{21}Ne^*$) was determined as follows (Vermeesch et al., 2015):

$$^{21}Ne^* = R_c \times {}^{20}Ne_m \times \frac{R_m - R_a}{R_c - R_a}$$

where $^{20}Ne_m$ is the measured neon-20 concentration; R_c = 1.1, the cosmogenic $^{21}Ne/^{20}Ne$ production ratio (Niedermann, 2002); R_m is the measured $^{21}Ne/^{20}Ne$ ratio; and R_a= 0.002905, the atmospheric $^{21}Ne/^{20}Ne$ ratio (Honda et al., 2015).

4. Results

4.1. ^{10}Be and ^{26}Al

All the measured ^{10}Be and ^{26}Al concentrations and the resulting $^{26}Al/^{10}Be$ ratios with their associated uncertainties are presented in Table 4. $^{10}Be/^{9}Be$ ratios that were significantly different from the background value, the mean analytical blank $^{10}Be/^{9}Be$ ratio being $(2.94 \pm 0.21).10^{-15}$, were measured for all samples but F4C. They lead to ^{10}Be concentrations ranging from (0.40 ± 0.06) to $(51.1 \pm 17.5).10^4$ atoms per gram. .

Some of the measured $^{26}Al/^{27}Al$ ratios were not significantly different from the analytical blank ($(1.31\pm0.56).10^{-15}$), which suggests burial durations outside the methodological framework. For the remaining samples, the ^{26}Al concentrations range between (1.25 ± 0.74) and $(84.32 \pm 5.51).10^4$ atoms per gram.

Only the $^{10}Be/^{9}Be$ ratios were measured in the samples from the Ours, Guano, Balcon, Nid, Roc Campagna, Roquefumade and Notre-Dame-de-Vie caves because of their high muscovite content (for the first two cases) or because of their $^{26}Al/^{27}Al$ ratios not significantly different from the background value.

All the burial durations and the derived maximum paleo-denudation rates (denudation rates that prevailed before the burial event (ε' in equation 1), which were calculated by using either the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios or the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios, are presented in Table 6. In the river sands, the measured ^{10}Be and ^{26}Al concentrations were assumed to indicate the concentration of all quartz-bearing rocks that outcropped in the drainage basin, in addition to a sufficiently long exposure duration to reach a ^{10}Be - ^{26}Al steady-state concentration (Brown et al., 1985). Thus, we could determine the average denudation rate for an entire drainage basin by measuring the cosmogenic nuclide concentration in riverbed sands. Tests with coherent sensible variations did not lead to significant differences, so an average paleo-elevation of the catchment basin that was similar to the current value was assumed.

	Sample	Site	Facies and lithologies	^{10}Be (kat/g)	^{26}Al (kat/g)	^{26}Al/^{10}Be
Caves	PDR1	Puits des Racines	6 amalgamated pebbles (quarzites, gneiss, granites)	39.13±5.66	55.96±20.26	1.43±0.56
	PDR2	Puits des Racines	Sand, fine	113.76±9.09	79.96±10.91	0.70±0.11
	PDR3	Puits des Racines	Sand, medium to coarse	116.29±4.27	569.17±42.07	4.89±0.40
	PDR4	Puits des Racines	15 amalgamated pebbles & gravels (quarzites, gneiss, granites)	126.11±11.15	159.42±25.78	1.26±0.23
	PDR6	Puits des Racines	4 amalgamated weathered granites pebbles	8.42±0.97	20.99±8.06	2.49±1.00
	PDR7	Puits des Racines	Sand, medium	71.99±4.48	477.82±47.18	6.64±0.77
	PDR8	Puits des Racines	Quartzite pebble	29.86±3.65	125.42±27.33	4.20±1.05
	PDR10	Puits des Racines	Gneiss pebble	4.05±0.60	17.24±12.75	4.26±3.21
	PDR12	Puits des Racines	Quartzite pebble	102.87±6.23	542.57±55.72	5.27±0.63
	PDR13	Puits des Racines	Granite pebble	15.03±4.38	23.78±17.38	1.58±1.25
	AM1	Lachambre	Clast-supported gravel	101.11±5.03	B.D.L	-
	AM2	Lachambre	Sand, medium to coarse	120.27±10.31	133.33±41.48	1.11±0.36
	AM3	Lachambre	7 amalgamated pebbles (quarzites, gneiss, granites)	67.00±7.63	B.D.L	-
	AM4	Lachambre	8 amalgamated pebbles (quarzites, gneiss, granites)	203.78±11.97	555.72±70.56	2.73±0.38
	AM5	Lachambre	4 amalgamated pebbles (quarzites, gneiss, granites)	99.60±6.78	388.99±85.26	3.91±0.90
	AM6	Lachambre	3 amalgamated pebbles (quarzites, gneiss, granites)	101.40±5.21	155.86±24.20	1.54±0.25
	AM7	Lachambre	8 amalgamated gneiss pebbles	116.29±5.39	640.06±65.94	5.50±0.62
	AM8	Lachambre	10 amalgamated granites pebbles	72.01±8.35	81.61±27.37	1.13±0.40
	AM9	Lachambre	8 amalgamated granites pebbles	511.22±17.71	2932.44±236.36	5.74±0.50
	MP1	Mas-Py	Amalgamated pebbles and sands (fine to coarse)	134.54±6.25	B.D.L	-
	MP2	Mas-Py	Medium to very coarse sand, may be pebbly	171.11±7.12	398.42±74.13	2.33±0.44
	MP3	Mas-Py	Sand, medium to coarse	150.17±11.07	91.35±9.96	0.61±0.08
	MA2-1	Malou-2	Sand, medium	127.25±5.74	256.72±58.91	2.02±0.47
	OU1	Ours	Clast-supported gravel	84.23±10.83	B.D.L	-
	OU2	Ours	Clast-supported gravel	68.78±11.34	B.D.L	-
	GU1	Guano	Coarse to very coarse sand, may be pebbly	85.06±4.83	B.D.L	-
	GU2	Guano	Sand, fine to locally loamy	56.78±2.66	B.D.L	-

	Si1	Sirach	Matrix supported very coarse to pebbly sandstones	119.03±8.84	57.67±19.31	0.48±0.17
	F1S	Faubourg	Sand, fine to medium	68.68±10.30	71.40±21.61	1.04±0.35
	F2S	Faubourg	Sand, fine to medium	171.65±45.62	39.53±20.09	0.23±0.13
	F3S	Faubourg	Sand, medium to coarse	132.02±7.92	37.18±13.25	0.28±0.10
	F2A	Faubourg	3 amalgamated unweathered granites pebbles	125.92±19.55	108.38±38.35	0.86±0.33
	F2B	Faubourg	2 amalgamated growan pebbles	105.04±10.46	71.16±15.5	0.68±0.16
	F2C	Faubourg	3 amalgamated unweathered gneiss pebbles	38.78±5.80	63.56±13.89	1.64±0.43
	F2D	Faubourg	2 amalgamated weathered gneiss pebbles	40.77±4.84	15.43±7.79	0.38±0.20
	F3	Faubourg	Granite pebble	89.33±6.18	19.86±4.06	0.22±0.05
	F4A	Faubourg	Gneiss pebble	41.25±7.63	B.D.L	-
	F4B	Faubourg	Quartzite pebble	29.73±4.40	41.92±17.66	1.41±0.63
	F4C	Faubourg	3 amalgamated unweathered granites pebbles	B.D.L	42.72±24.67	-
	NDVG	Notre-Dame-de-Vie	Amalgamated pebbles (quarzites, gneiss, granites)	34.51±2.26	B.D.L	-
	BA2	Balcon	5 amalgamated quartzite pebbles	20.75±4.16	B.D.L	-
	BA3	Balcon	Sand, medium	16.72±2.43	B.D.L	-
	NID1	Nid	Fine to medium rubbish sand	10.29±1.68	B.D.L	-
	NID2	Nid	Sand, Fine to medium	11.10±2.55	B.D.L	-
	CAM1	Roc Campagna	Matrix supported medium to coarse pink sandstones	7.02±1.38	B.D.L	-
	RF3	Roquefumade	Fine to very coarse rubbish sand, may be pebbly	87.59±5.75	B.D.L	-
Riverbeds	CAD1	Cady - Canalettes	8 amalgamated granite pebbles	149.91±19.43	213.33±24.27	1.42±0.25
	CAD1b	Cady - Canalettes	10 amalgamated quartzite pebbles	105.41±5.27	502.04±49.92	4.76±0.53
	CAD2	Cady - Canalettes	Sand, coarse	133.92±10.46	756.97±112.30	5.65±0.95
	RO1	Rotja - Fulla	9 amalgamated granite pebbles	51.10±4.72	102.90±19.64	2.01±0.43
	RO1b	Rotja - Fulla	10 amalgamated quartzite pebbles	80.62±6.36	225.63±31.38	2.80±0.45
	RO2	Rotja - Fulla	Sand, coarse	119.90±11.66	346.43±60.39	2.89±0.58
	TT1	Têt-Thuès	Sand, coarse to very coarse	152.90±8.55	843.20±55.14	5.51±0.47
	TT2	Têt-Thuès	11 amalgamated quartzite pebbles	96.12±9.07	499.60±39.51	5.20±0.64
	TT3	Têt-Thuès	10 amalgamated granite pebbles	28.66±3.47	172.01±25.59	6.00±1.15
	TV1	Têt-Villefranche	Sand, medium to coarse	117.0±9.03	581.41±38.28	4.97±0.5

	TV2	Têt-Villefranche	12 amalgamated quartzite pebbles	93.88±7.20	226.45±30.07	2.41±0.37
	TV3	Têt-Villefranche	12 amalgamated granite pebbles	73.95±10.80	59.05±14.42	0.80±0.23
Escaro formation	EB1	Escaro quarry - base of the formation	5 amalgamated quartzite pebbles	9.58±1.13	27.88±12.48	2.91±1.35
	EB2	Escaro quarry - base of the formation	6 amalgamated altered gneiss pebbles	10.86±2.45	20.02±20.01	1.84±1.89
	EB3	Escaro quarry - base of the formation	Sand, fine to medium	9.62±1.19	12.55±7.37	1.30±0.78
	ET1	Escaro quarry - halfway up bench	7 amalgamated altered gneiss pebbles	6.55±1.24	57.88±33.86	8.84±5.43
	ET2	Escaro quarry - halfway up bench	6 amalgamated quartzite pebbles	24.59±5.10	31.11±8.63	1.26±0.44
	ET3	Escaro quarry - halfway up bench	Sand, fine to medium	8.90±0.97	18.26±6.00	2.05±0.71

587 Table 4: ^{10}Be and ^{26}Al concentrations at all the sampling sites in their corresponding caves. B.D.L means “below detection limit”.

588

A significant dispersion of the cosmogenic nuclide ratios independent of the stage within the same cave, which led to significantly different burial durations, was highlighted (Tables 4 and 5) for the Lachambre network (AM samples), the En Gorner network (PDR samples) and the Mas-Py cave (MP samples). The Faubourg cave contained two distinct populations: one was centered on a $^{26}Al/^{10}Be$ ratio of (0.89 ± 0.17), which implies a burial duration of roughly 3 Ma, and another was centered on a $^{26}Al/^{10}Be$ ratio of (0.27 ± 0.08), which implies a burial duration of roughly 6 Ma. Determining whether the samples with a deduced burial duration of ~3 Ma are an exception or if the cavity would have undergone two episodes of filling is difficult because the geometry of the deposits does not provide any clues to this subject. Concerning these samples, no influence from the analyzed lithology or the size of the particles could be considered (Table 4).

At the most upstream point at Thuès-entre-Valls (TT1, TT2 and TT3 samples; Table 4), the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios are inter-consistent no matter the particle size or lithology. The same trend was observed for the Rotja samples (RO1, RO1b and RO2; Table 4). Their $^{26}Al/^{10}Be$ ratios indicated burial episodes, so the Rotja samples could have been buried in the Rotja catchment before being remobilized by the river. The $^{26}Al/^{10}Be$ ratios of the Cady (CAD1, CAD1b and CAD2; Table 4) were scattered, and the pebbles indicated burial episodes. Moreover, the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios of quartzites were similar to those of sands but were significantly different from those of granites. Finally, the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios of the samples from the Têt at Villefranche-de-Conflent (TV1, TV2 and TV3; Table 4) after the confluence with the Rotja were scattered and significantly different from those of the Thuès-entre-Valls (TT1, TT2 and TT3) samples. This difference was particularly striking for the granite pebbles.

4.2. ^{21}Ne

All the neon measurements are presented in Table 5.

All the samples in the neon three-isotope diagram (Figure 6) plotted on the spallation line because of their associated uncertainties, which confirms the cosmogenic origin of the ^{21}Ne and ^{22}Ne in excess relative to the atmospheric end-member. In addition, the re-extractions that were conducted between 1446 and 1469°C were not significantly different from the background, demonstrating that all the neon had been initially extracted.

No ^{21}Ne concentrations were determined for the samples from caves at the base of the staging (AM4 (Lachambre network), OU1 (Ours cave) and PDR3 (En Gorner network)) because the measured ratios were not significantly different from those in the air.

Sample	Cave	Mass (mg)	$^{21}Ne^*/^{20}Ne^*$ (x10^3)	$^{22}Ne^*/^{20}Ne^*$ (x10)	^{20}Ne (Gat/g)	^{21}Ne (Mat/g)
MP2	Mas-Py	111.8	2.905±0.041	1.009±0.007	4.62±0.31	0.59±0.19
MA2-1	Malou-2	109.0	3.227±0.052	1.008±0.008	3.76±0.25	1.77±0.2
Si1	Sirach	165.3	3.496±0.052	1.005±0.007	2.78±0.18	2.1±0.14
F1S	Faubourg	289.9	3.604±0.2	1.045±0.033	1.29±0.05	1.02±0.26
F2S	Faubourg	382.4	3.472±0.051	1.044±0.008	1.7±0.06	1.12±0.09
F3S	Faubourg	300.6	3.176±0.044	1.042±0.007	2.91±0.1	1.03±0.13
GU1	Guano	111.0	3.637±0.081	0.998±0.013	2.16±0.14	1.96±0.18
NDVG	Notre-Dame-de-Vie	363.3	3.338±0.061	1.048±0.009	2.4±0.08	1.24±0.15
BA2	Balcon	336.1	3.576±0.045	1.072±0.008	3.17±0.11	2.42±0.14
BA3	Balcon	300.4	3.423±0.03	1.051±0.007	2.86±0.1	1.74±0.09
NID2	Nid	284.2	3.845±0.073	1.049±0.012	1.57±0.05	1.63±0.11
CAM1	Roc Campagna	264.8	3.877±0.035	1.031±0.004	6.78±0.45	7.88±0.24
		225.7	3.9±0.049	1.01±0.006	6.59±0.44	7.91±0.32
AM4	Lachambre	126.1	2.649±0.043	1.001±0.007	4.11±0.27	-
OU1	Ours	82.8	2.799±0.095	0.989±0.016	2.35±0.16	-

Table 5: Ne isotope ratios and derived cosmogenic ^{21}Ne concentrations.

The Balcon and Nid caves, which are located at the same elevation, produced similar $^{10}Be/^{21}Ne$ burial durations: their $^{26}Al/^{27}Al$ ratios were not significantly different from the background value because of the complete radioactive decay of all their initially accumulated ^{26}Al.

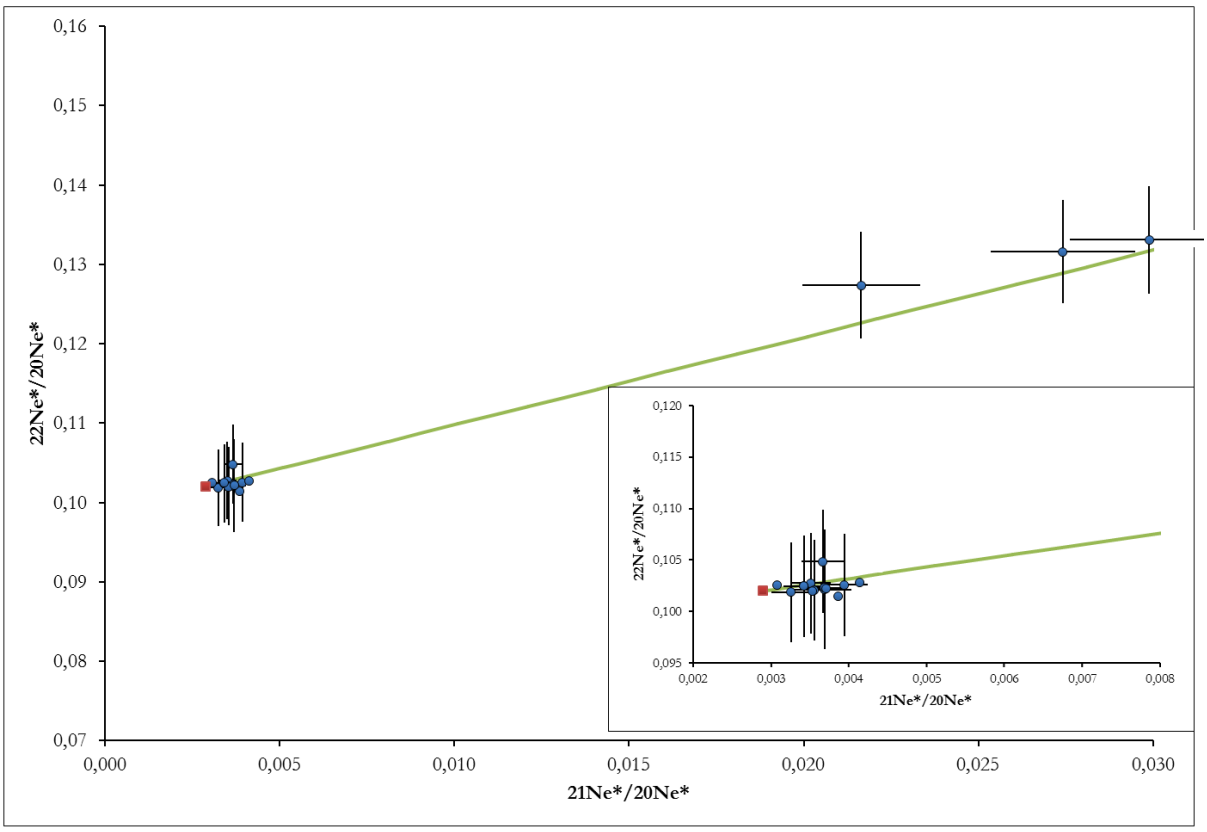


Figure 6: Neon three-isotope diagram of the quartz samples from the Têt river catchment. Most of the data from the Têt samples (blue circles) plot on the green spallation line.

5. Discussion

5.1. Methodological implications

5.1.1. Usefulness of $^{26}Al/^{10}Be$ and $^{10}Be/^{21}Ne$ comparisons

Although the ^{26}Al-^{10}Be-^{21}Ne combination is the most obvious to solve the inconsistencies and enhance the validity of the proposed burial durations, a thorough comparison of the burial durations from samples within the same deposits with both implemented burial dating methods is difficult within the framework of this study. Indeed, the most perched stages had measured $^{26}Al/^{27}Al$ ratios that were not significantly different from the background, and the cosmogenic neon concentrations within the samples from the Lachambre and En Gorner networks were below the detection limit.

Nevertheless, when possible, this comparison is informative. For the highest caves in which this comparison is possible (Faubourg (F2S and F3S) and Sirach (Si1)) and in the Mas-Py (MP2) cave, the burial durations that were deduced by using both burial dating methods agreed within the uncertainties (Table 6; Figure 7). An interesting case concerned the samples from the lowest floors of the Malou2 cave (MA2-1) and Faubourg cave (F1S). The $^{26}Al/^{10}Be$ ratios of these samples were reassessed (Calvet et al., 2015), and the burial durations from their respective $^{26}Al/^{10}Be$ and $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios were significantly different. We propose that these differences may reflect either complex histories of multiple burials and re-exposures or mixtures of sediments of different ratios. Although the $^{26}Al/^{10}Be$ ratio could recover its surface value through multiple burials and re-exposures, this phenomenon is most likely not possible for the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratio because ^{21}Ne is a stable isotope. This finding is coherent with the $^{26}Al/^{10}Be$-deduced burial duration, which was roughly 2 times lower than the $^{10}Be/^{21}Ne$-deduced burial duration. Regarding the second proposition, mixtures of sediments of different ratios may occur between two levels that are linked by a vertical connection or may result from external events, such as (i) more pronounced basal stagnation phases (as it is potentiality the case in Arkansas (Keen-Zebert et al., 2016; Paces et al., 2017)) with the remobilization of previous deposits; or (ii) substantial fluctuations in the base level, which led to the partial re-use of the ducts, remobilization of previous deposits, and potential refreshment of the morphologies. Indeed, if the sediments have not had time to consolidate, their remobilization may have erased old morphologies. However, this last hypothesis seems likely because of the on-site remodeling of sand or pebbles from 4 to 7 Ma. Indeed, these networks seem to have fluvial sediments that form the same sedimentary deposit. This hypothesis is difficult to verify with few stratigraphic elements that could also be linked to the ultimate deposition phase in some cavities. Nevertheless, this hypothesis might explain why "free" sands (PDR2, for example) have higher burial durations than consolidated sands in stratigraphy or clasts.

5.1.2. Cave dating and inheritance: riverbeds and Escaro Formation

In the context of the second hypothesis, we investigated one of the most significant sedimentary deposits in the study area, namely, the Escaro Formation, to examine the potential influence of sediments that are drained at the surface from sedimentary deposits on the measured cosmogenic nuclide ratios in cave deposits. The formation of the Col de Fins, which is supposedly of Neogene age, and the terrace levels were not considered here but could have also played a role.

Sample	Site	$^{26}Al/^{10}Be$ burial duration (Ma)	$^{10}Be/^{21}Ne$ burial duration (Ma)	Derived paleodenudation rate (cm/ka)
PDR1	En Gorner	3.12±0.8		11.4±1.7
PDR2	En Gorner	4.58±0.33		3.9±0.3
PDR3	En Gorner	0.58±0.17		3.8±0.1
PDR4	En Gorner	3.37±0.38		3.5±0.3
PDR6	En Gorner	1.97±0.83		53.3±6.1
PDR7	En Gorner	0.12±0.24		6.2±0.4
PDR8	En Gorner	0.9±0.51		15±1.8
PDR10	En Gorner	0.87±1.55		110.8±16.4
PDR12	En Gorner	0.43±0.25		4.3±0.3
PDR13	En Gorner	2.91±1.62		29.8±8.7
AM2	Lachambre	3.65±0.89		5.1±0.4
AM4	Lachambre	1.82±0.41		3±0.2
AM5	Lachambre	1.05±0.47		4.5±0.3
AM6	Lachambre	2.97±0.34		4.4±0.2
AM7	Lachambre	0.34±0.23		3.9±0.2
AM8	Lachambre	3.59±0.73		6.3±0.7
AM9	Lachambre	0.26±0.18		0.9±0.5
MP2	Mas-Py	2.3±0.44	4.33±2.61	3.6±0.2
MP3	Mas-Py	4.88±0.27		3.1±0.2
MA2-1	Malou-2	2.59±0.61	7.12±0.96	5.2±0.8
GU1	Guano	-	8.13±0.85	0.3±0.0
Si1	Sirach	5.41±1.88	7.6±0.81	5.2±0.6
F1S	Faubourg	3.77±0.7	6.87±2.1	2±0.4
F2S	Faubourg	6.87±1.18	7.13±0.98	7±0.9
F3S	Faubourg	6.38±2.35	6.37±1.12	4.6±1.7
F2A	Faubourg	4.2±0.91		4.5±0.7
F2B	Faubourg	4.69±0.72		5.4±0.5
F2C	Faubourg	2.87±0.36		14.7±2.2
F2D	Faubourg	5.89±2.77		14±1.7
F3	Faubourg	6.98±1.92		6.3±0.4
F4B	Faubourg	3.18±0.67		19.2±2.9
NDVG	Notre-Dame-de-Vie	-	9.03±1.07	0.2±0.0
BA2	Balcon	-	11.88±1.68	0.1±0.0
BA3	Balcon	-	11.78±1.23	0.1±0.0
NID2	Nid	-	11.84±1.93	0.1±0.0
CAM1	Roc Campagna	-	15.92±1.59	0.1±0.0
CAD1	Cady - Canalettes	-		3.5±0.5
CAD1b	Cady - Canalettes	-		5±0.3
CAD2	Cady - Canalettes	-		3.9±0.3
RO1	Rotja - Fulla	-		10.7±1

RO1b	Rotja - Fulla	-		6.8±0.5
RO2	Rotja - Fulla	-		4.5±0.4
TT1	Têt-Thuès	-		4.5±0.3
TT2	Têt-Thuès	-		7.1±0.7
TT3	Têt-Thuès	-		24.1±2.9
TV1	Têt-Villefranche	-		4.5±0.4
TV2	Têt-Villefranche	-		5.6±0.4
TV3	Têt-Villefranche	-		7.2±1.1
EB1	Escaro quarry - base of the formation	1.65±0.95		46.8±5.5
EB2	Escaro quarry - base of the formation	2.63±2.26		70.8±16
EB3	Escaro quarry - base of the formation	3.34±0.95		79.9±9.9
ET1	Escaro quarry - halfway up bench	-		115.4±21.9
ET2	Escaro quarry - halfway up bench	3.4±0.59		30.7±6.4
ET3	Escaro quarry - halfway up bench	2.37±0.71		50.4±5.5

Table 6: Burial durations that were calculated with either the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios or the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios and derived maximum paleo-denudation rates. Note that the ^{10}Be concentration is used by default for derived paleodenudation rate calculations.

As suggested by the riverbed samples (Table 6), it is likely that sediments of the Cady and Rotja rivers have experienced a different history from than those of the Têt River, influencing the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios measured in the latter. Based on these findings, the favored explanation is that the streams that are draining the Escaro Formation are reworking material that had already been buried. Once trapped in the cave deposits, these sediments increased the variability of the determined $^{26}Al/^{10}Be$ ratios and, therefore, the deduced burial durations and paleo-denudation rates if the sole burial event in the cave was considered.

According to this scenario, sediments that are collected in such cavities may therefore have ^{26}Al and ^{10}Be concentrations (and thus final $^{26}Al/^{10}Be$ ratios) that indicate a burial in the cave that was associated with one pre-burial episode.

Although all the studied caves could present this bias, extrapolating this scenario to the upper stages, whose burial durations are clustered for the Nid and Balcon caves and the dispersion reduced for the Faubourg cave, is more difficult. Moreover, if the burial duration that was determined in this study for the Escaro Formation was proven, the bias that was induced by this pre-buried material would involve only the lowest stages, which probably developed within the same temporal range. Indeed, samples from the Escaro Formation produced burial durations from 2.63 ± 2.26 Ma to 3.40 ± 0.59 Ma (Figure 5; Table 6). Such late Pliocene ages for the deposition of this formation match a hypothesis that was proposed by some authors (Pannekoek, 1935; Oele et al., 1963; Clauzon et al., 2015) but rejected by others (Guitard et al., 1998 and references therein).

Thus, as previously highlighted, the main difficulty from the Têt river valley context is to approximately quantify the effect of the detrital formations on the exhibited records

because their quartz grains have experienced multiple burial/exposure cycles. Indeed, some authors (Calvet, 1996 and references therein) reported sufficient thicknesses for these formations to influence all the cavities of the staging. If true, all the analyzed sediments could have had an initial ratio that was more or less different from the expected theoretical production ratio when assuming only one burial event (Laureano et al., 2016). Nonetheless, the clustering of the results for the most perched levels, when sampling several deposits or several caves at the same level was possible, questions the possibility of such an inheritance for these perched levels because of the agreement of the burial durations from both burial dating methods. However, the clustering of their burial durations may have also resulted from a statistical bias. Indeed, few cavities could be studied at high altitudes. Moreover, these cavities exhibited slight development and were small sections, which may not have always been the case because of the morphology of the valley (Figure 2). This finding questions the representativeness of the sampled deposits. Indeed, the retreat of the cliffs could erase morphologies that are essential to the interpretations. In addition, the elevation of the current section may not be representative of the average altitude of the cavities or the altitude of the base levels at the time of their development. It is therefore critical to have the best possible cavity mappings and associated morphological measurements to insure an as accurate as possible altitude location of the selected samples. Finally, only a few remaining deposits are available in the majority of cases, particularly for the most perched levels. Therefore, identifying potential multiple phases of deposition is not guaranteed.

Moreover, the age from the measured $^{26}Al/^{10}Be$ ratios of the Escaro Formation (Table 6) has geodynamic implications that contradict those from a Lower Burdigalian age (~20 Ma; Baudelot et Crouzel, 1974) based on the occurrence of Lentilla mammal fauna within the same formation and lateral shift in facies (Calvet, 1996 and references therein). Similarly, the thermochronological data from Maurel et al. (2008) suggested a contrasting thermal history that was recorded by two gneiss blocks, with one annealing interpreted as a geothermal effect that occurred during the replay of a fault in the basin ~10 Ma ago. These estimates contradict a Pliocene age based on an apparent continuity and a facies analogy with the Roussillon deposits (e.g., Clauzon et al., 2015 and references therein). To resolve these controversies, investigating other available outcrops near rivers, badlands and mammalian deposits in the Col de Fins and Escaro detrital formations is important to constrain their ages and potentially discard diachronic emplacements.

5.2.Tentative evolution of the Conflent valley since the Burdigalian

5.2.1. Early and Mid-Miocene evolution of the Têt River valley

Despite all the limitations from the methodological uncertainties, a temporal evolution of the valley can nevertheless be proposed based on the acquired data (Figure 7). The reconstructed "continuous" record of incision evidenced successive stages since the Burdigalian. During the formation of horizontal networks, phases of incision and stagnation must succeed one another (Audra, 1994). Although we cannot accurately constrain when the incision was initiated in the studied area, the results for the Roc Campagna cave enabled us to pinpoint its initiation between 14 and 18 Ma. Several samples were analyzed in the corresponding perched cavities, the burial durations were seemingly clustered from the Burdigalian to the Serravallian. However, only sections of galleries with low development remained, which raises the question of the representativeness of the sampled deposits. Nevertheless, these data from the beginning of the record to approximately 11 - 11.5 Ma produced incision rates from 17 to 21 m/Ma (Figure 7).

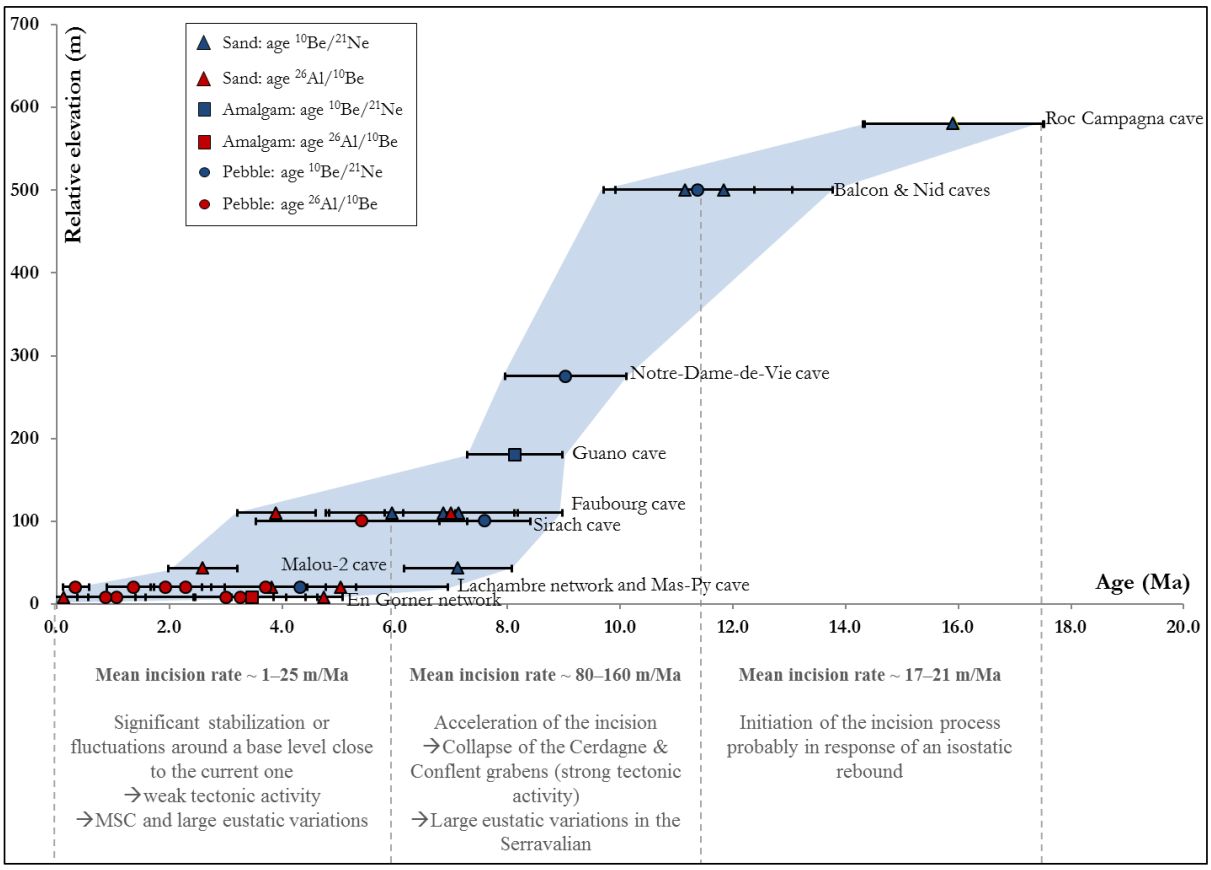


Figure 7: Evolution of the Têt canyon since the Burdigalian. The deduced burial durations from the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios are distinguished from the deduced values from the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios. Incision rates were obtained according to the relative altitudes between two cave entries and the burial durations for these two levels. The small variations in relative altitudes, which were related to gaps in the networks, were included in the uncertainties. The Faubourg and Sirach caves are considered at the same level but on different banks. The same principle was applied to the Lachambre and En Gorner networks. The results for the En Gorner (Puits des Racines), Faubourg and Lachambre networks were not represented (without altering the meaning) to make the graph more readable. "Pebbles" refers to clasts larger than 10 cm. "Amalgam" refers to pebble mixing.

A significant acceleration of the incision (from x4 to x6) occurred at around 11 - 11.5 Ma. This intensification seemed to continue until approximately 6 to 8 Ma ago.

The eastern area of the Pyrenees could have been affected by crustal thinning during the 18 – 14 Ma time interval, either after the collision phase or during the last phase of convergence, because of rifting that was linked to the opening of the Gulf of Lion during the Oligo-Miocene (Mauffret et al., 2001). Thenceforth, an uplift episode from an isostatic rebound that was caused by lithospheric thinning in the eastern Pyrenees in response to the opening of the Gulf of Lion and the uplifting of the Canigou massif may have occurred (Maurel et al., 2008). Other hypotheses have been proposed, such as the thermal erosion of the crustal root (Gunnell et al., 2008) or a still-active delamination phenomenon (Vanderhaeghe and Grabkowiak, 2014). Recent geophysical data for the crustal root that were published by Chevrot et al. (2014) did not seem to contradict these assumptions. Therefore, a combination of these phenomena may have been responsible for the initiation of the incision phenomenon, which was mainly linked to an internal forcing.

According to Mauffret et al. (2001), a second phase of Late-Miocene extension (ante-Messinian) from 11.5 -11 Ma to ~6 Ma would have caused the formation of the majority of the faults. Additionally, the opening of the grabens of Cerdagne and Conflent occurred from ~12 and ~24 to 6 Ma, respectively (e.g., Guitard et al., 1998). At around the Langhian – Serravallian transition, the global sea level dropped from +90 to -100 m (e.g., Haq et al., 1987). The initiation of the incision acceleration along the record that was reconstructed from this study corresponds to both the opening of the Conflent graben and the drastic Langhian – Serravallian base-level drop. However, can an extensional episode generate incision? The potential creation of relief during this extension episode could have indeed accentuated the incision. .Are internal forcings the only possible explanation? Furthermore, why did we not observe a record that was perturbed by an external forcing, such as base level variations, over this period? Base-level fluctuations were most likely not detectable from the Langhian to the Messinian because of the low proportion of remaining conduits and/or the absence of cavities at the pertinent altimetric range.

Finally, if incision from the Burdigalian to the Messinian was caused by both an uprising and variations in the global base level, this could have not been recorded in our dataset because such changes are too subtle in view of the low resolution of the record. Anyway, drawing conclusions regarding the controls of the Miocene incision remains difficult.

5.2.2. Messinian to present evolution of the Têt River valley

The deduced burial durations during the recent Miocene were scattered at each sampled cave (Figure 7). As previously presented and discussed, this finding may have resulted from the scattered initial $^{26}Al/^{10}Be$ ratios of the sediments that were deposited within the cavities, which depend on both the pre-burial episode histories and proportion of the Escaro Formation material that was remobilized by the Cady and Rotja rivers and included in the sampled deposits. These rivers specifically contributed to the formation of the Lachambre network and the Ours and Mas-Py caves (right bank of the Têt), which could explain both the scattering of the deduced burial duration in the Lachambre network and the discrepancies between the $^{10}Be/^{21}Ne$ and $^{26}Al/^{10}Be$ burial durations at the Mas-Py cave. However, such dispersions can also be explained by differences in grain sizes (e.g., Codilean et al., 2014), variability in the sources of the catchment, temporary sediment storages (e.g., Wittmann et al., 2011), or stochastic phenomena.

Moreover, global events such as the Messinian Salinity Crisis (MSC, e.g., Clauzon et al., 2015) and the low Pliocene tectonic activity in this area (Delcaillau et al., 2004) may have also been involved in the production of the obtained record, further complicating our interpretations. According to Loget et al. (2005), the MSC caused the fast retreat of the shoreline at the Bourcart canyon (~140 km between 5.6 and 5.46 Ma), which prevented regressive erosion waves from reaching the Têt canyon. The subsequent rise in the overall base level would have been even more intense, probably biphasic, with an episode from 5.46 to 5.33 Ma followed by an almost instantaneous episode whose duration was estimated at 11 years (Pérez-Asensio et al., 2013). Such time intervals would not allow the whole drainage system to amortize these events given the conclusions regarding the migration rate of knickpoints drawn by Loget and Van Den Driessche (2009). A very intense sedimentation phase then occurred in the Roussillon plain, and remnants of Pliocene marine deposits can be observed 7 km from Prades, east of Marquixanes (see Figure 1 for these cities' locations). Furthermore, Molliex et al. (2016) calculated the paleo-denudation rates that affected the Têt sediments, which were 2 to 3 times lower than their and our current rates for the Pliocene sediments. This result can be interpreted as either the result of different climatic conditions that influenced the weathering rate or a reduction in the incision and denudation because of the abrupt rise of the base level. Thus, the incision process in the Conflent could have been modulated by Pliocene eustatism and an aggradation phase may have occurred during the base-level upturns. Finally, the Cerdagne and Conflent faults, similar to those of the Têt, were sealed by the Messinian erosion surface (MES) and were exhumed by denudation processes (Delcaillau et al., 2004). Thus, the tectonic activity likely persisted until the beginning of the Pliocene but did not continue beyond this point. According to this scenario, the near cessation of tectonic activity could explain the overall slowdown in the evolution of the valley.

However, some authors have denied this hypothesis (e.g., Briais et al., 1990) because the extension phase continued and these tectonic events were active during the Quaternary. These authors argued that the eustatic control would not have been negligible during this period because of the MSC and subsequent eustatic variations. We cannot currently determine which factors predominantly controlled the incision over this period, so straightforwardly linking incision and uplift rates is impossible.

Finally, staggered horizontal galleries that developed during several stages were often linked to the deepening of the valleys. By deduction, the highest level would correspond to the initial position of the river, while the levels close to the river would be contemporaneous with the most recent phases of valley deepening. Although this *per descensum* scheme has long been systematically applied to interpret the staggering of the networks, this scheme has been invalidated in another context (Ardèche) by Mocochain et al. (2009), who proposed an inverse chronology, namely, a *per ascensum* staging of the galleries. This *per ascensum* scenario was based on morphological arguments and, in particular, the peculiar morphology of wells that connected these galleries, which evidenced ascending water circulation in response to base level uprising after the MSC. This type of morphology seems to be absent in the cavities of the Têt canyon (except in the Fuilla-Canalettes network and a well between two galleries in a cave in the Badebany massif), the galleries of which are ample subterranean crossings of the river. This hypothesis thus seems irrelevant in our case to explain the variability of the ratios since the Messinian. However, these observations fall within the current knowledge framework. As already mentioned, we do not know the nature of the networks at the time of their formation because of their subsequent dismantling and/or obstruction.

5.3.Reliability of the derived paleodenudation rates

With the exception of three samples from the lowest stage, namely, the En Gorner's network, which were clasts and not sands, all the samples' concentrations produced maximum paleodenudation rates that were lower than 150 cm/ka (Table 6; Figure 8), similar to those that are characteristic of cratonic zones and to those that were determined in the French Massif Central, which is a component of the Hercynian orogenic belt (Olivetti et al., 2016). Such low maximum paleodenudation rates imply that large initial ^{10}Be, ^{26}Al and ^{21}Ne concentrations accumulated within the quartz minerals of the samples, which in turn implies a long pre-exposure duration at the surface. This finding could support the stability of the massive sources before the initiation of the incision. The maximum paleodenudation rate from the cosmogenic nuclide concentrations in the Roc Campagna alluvium suggests a potential small flat surface that was incised during the Burdigalian. This finding is consistent with the

thermochronology data from the Carlit area but not with those from the Canigou and Carança massifs (Maurel et al., 2008).

This would mean that the sediments collected in the cavities come from watersheds that have been relatively stable since about 25 Ma, which is not contradictory with the thermochronological data of Maurel et al. (2008) and Gunnell et al. (2009). The presence of Highly-Elevated Low-Relief surfaces can thus partly explain these findings.

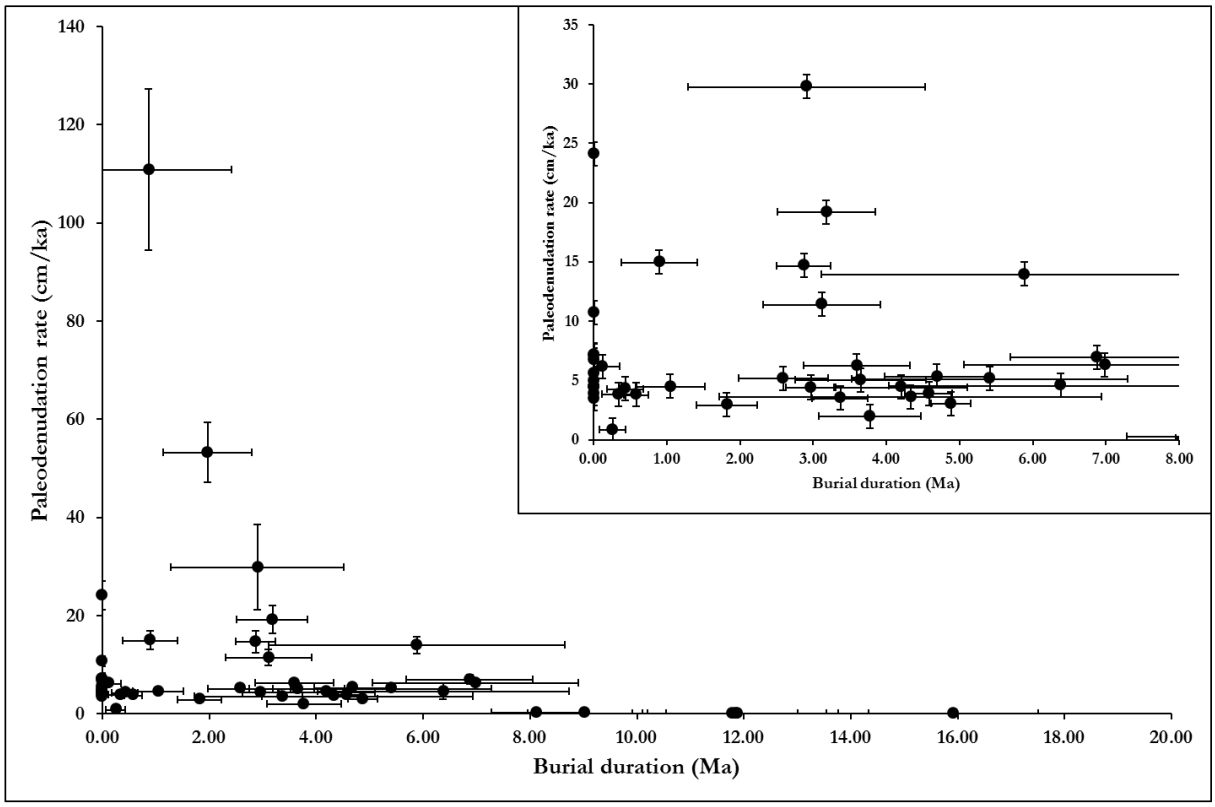


Figure 8: Paleodenudation rates as a function of time (see Table 6). Most of the data are from the Pliocene to the present. No trend is clearly visible.

The thermochronological data acquired for the most part in the west and southwest of the study area document denudations of the order of several hundred meters for the end of the Eo-Oligocene compression period (e.g., Sinclair et al. 2005, Gibson et al., 2007, Jolivet et al., 2007). The thick deposits in the central piedmonts testify to this intense exhumation activity before 30 to 25 Ma, that is during the Eocene and the Oligocene (Poudingues de Palassou in the North and Berga in the South). However, the acquired data do not agree with such high paleodenudation rates and are incompatible with 1 to 2 km thick continental detrital deposits in the Roussillon basin between 23 and 16 Ma. It should also be noted that at least 500 meters thick deposits have been accumulated in the Conflent and Cerdagne basins between 12 and 6 Ma (e.g., Calvet, 1996). Such discrepancies have already been observed, but to a lesser extent, by Molliex et al. (2016) who compared the paleodenudation rates derived from the Roussillon basin deposits in the piedmont relative to those derived from continental shelf deposits. They

propose that this may result from significantly different time periods over which the denudation processes are integrated. Regarding the ^{10}Be and ^{26}Al cosmogenic nuclides which integrate over several hundred years, the stochastic events are averaged, and are not, or hardly, perceivable in the obtained records. This assertion is all the more true for ^{21}Ne which integrates over a much longer time period and accumulates at each exposure episode. Therefore, although, due to the steady-state assumption, the denudation rates calculated from cosmogenic nuclide concentrations are theoretically maximum denudation rates, they may in fact, due to the occurrence of potential massive stochastic events, be geologically minimum denudation rates.

Regarding the significantly higher maximum paleodenudation rates calculated from the concentrations of the En Gorner network samples, no relationship existed between the maximum paleodenudation rates and the particle sizes, so our only possible explanation is the origin of the clasts. Indeed, similar lithologies were found at very remote locations in the watershed. Therefore, we could not discriminate whether the pebbles originated from proximal or distal points in the catchment or whether these rocks were produced in more sloping areas, during particular climatic events, or during stochastic events, among others. Moreover, the high paleo-denudation rates that were determined in this cavity may not be accurate because of potential inheritance of the measured ^{26}Al/^{10}Be ratios at the lower levels from the Escaro Formation.

Previous paleodenudation rates from TCN concentrations in the Pyrenees were mainly associated with studies of alluvial terraces in piedmonts (Stange et al., 2012, 2014; Delmas et al., 2015; Nivière et al, 2016; Mouchené et al., 2017), alluvial deposits from large catchments (Molliex et al., 2016), or subglacial and supraglacial ridgetop deposits (Crest et al., 2017). Some preliminary dating of alluvial cave sediments (Genti, 2015) are also available. For the alluvial terraces from the Pleistocene and Holocene, the denudation rates that were derived by these authors were predominantly lower than 20 cm/ka. The rates in the glacial context were also reported to be relatively low, including in the Carlit massif, one of the sources of the studied sediments (Delmas et al., 2009), and river fluvial deposits that were collected from the Têt River watershed produced comparable denudation rates to those in the French Massif Central and the plains (Molliex et al., 2016). Finally, all these published results, which enabled us to distinguish potential paleodenudation gradients between the eastern and western sections of the chain and between the southern and northern piedmonts, are consistent with those in this study.

6. Conclusions

Burial durations from $^{26}Al/^{10}Be$ and/or $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios that were measured in alluvial deposits from 11 caves documented a Têt valley incision that occurred in successive stages. The incision likely began during the Early Miocene, probably before 168 Ma, from poorly incised post-orogenic surfaces possibly because of an isostatic rebound that compensated for lithospheric thinning from the opening of the Gulf of Lion. Although we could not determine whether this event was caused by the opening of the Conflent graben and/or a drastic lowering of the global base level around the Langhian – Serravallian transition (~11 Ma), acceleration from ~20 m/Ma to ~80–160 m/Ma of the Têt valley entrenchment was evidenced. The obtained record from the Messinian to the present questioned the methodological assumptions rather than facilitating relatively straightforward geomorphological interpretations and demonstrated the need for a reasoned sampling. This necessity to be cautious regarding the origin and history of the deposits when sampling within cavities (Laureano et al., 2016) is evidenced by both the analyses of riverbed samples and the dating of the Escaro Formation to the Pliocene (at this location). The latter undoubtedly must be further investigated, but this new dataset about this Escaro formation, if true, may have important consequences regarding the global evolution of the massif. This assertion is most likely valid no matter the period (and therefore the level of the karstic system), the relics, or the investigated events, assuming the possible presence of pre-buried material upstream.

Finally, this work demonstrated the scope of the use of cosmogenic ^{21}Ne combined with the determination of ^{10}Be and ^{26}Al concentrations in karstic deposits to determine the abandonment age of karst systems, notably for the oldest systems via the use of the ^{10}Be-^{21}Ne paired nuclides.

Acknowledgments

We thank the financial and technical support of the BRGM, within the framework of the RGF – Pyrenées program. We also thank Mary Ford, Philippe Audra, Stéphane Jaillet, Gemma de Vicente i Bosch, Philippe Vernant, Patrick Sorriaux and Yanni Gunnell for fruitful discussions during meetings. We thank Marc Calvet for our discussions about previous versions of this manuscript and fieldwork assistance. We are especially grateful to Gabriel Hez, Jean-Louis Perez and Stéphane Jaillet for their fieldwork assistance and the invaluable discussions that resulted, as well as the sharing of topographic data. We sincerely thank V. Regard and H. Wittmann for their constructive reviews that improved the quality of this manuscript. The ASTER AMS national facility (CEREGE, Aix-en-Provence) is supported by

the INSU/CNRS, the ANR through the “Projets thématiques d’excellence” program for the “Equipements d’excellence” ASTER-CEREGE action and IRD.

References

Arnold, M., Merchel, S., Bourles, D.L., Braucher, R., Benedetti, L., Finkel, R.C., Aumaître, G., Gottdang, A., Klein, M., 2010. The French accelerator mass spectrometry facility ASTER: Improved performance and developments. *Nucl. Instr. Methods Phys. Res. B*, 268, 1954–1959. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2010.02.107

Audra, P. 1994. Karsts alpins – Genèse de grands réseaux souterrains. *Karstologia Mémoires*, 5. In French

Audra P., Palmer A.N. 2013. The Vertical Dimension of Karst: Controls of Vertical Cave Pattern. *In*: John F. Shroder (Editor-in-chief), Frumkin, A. (Volume Editor) *Treatise on Geomorphology*, Vol 6, *Karst Geomorphology*, San Diego, Academic Press, p. 186-206. https://doi.org/10.1016/B978-0-12-374739-6.00098-1

Babault, J., van den Driessche, J., Bonnet, S., 2005. Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain. *Tectonics*, 24, TC2010. https://doi.org/10.1029/2004TC001697

Balco, G., and Shuster, D.L. 2009. ^{26}Al – ^{10}Be – ^{21}Ne burial dating. *Earth and Planetary Science Letters*, 286(3-4), 570-575. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2009.07.025

Baudelot, S., Crouzel, F. 1974. La faune burdigalienne des gisements d’Espira-du-Conflent (Pyrénées-Orientales). *Bull. Soc. Hist. Nat. Toulouse*, 110(3–4), 311–326.

Borchers, B., Marrero, S., Balco, G., Caffee, M., Goehring, B., Lifton, N., Nishiizumi, K., Phillips, F., Schaefer, J., and Stone, J. 2016. Geological calibration of spallation production rates in the CRONUS-Earth project. *Quaternary Geochronology*, 31, 188–198. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2015.01.009

Bosch, G.V., Van Den Driessche, J., Babault, J., Robert, A., Carballo, A., Le Carlier, C., Loget, N., Prognon, C., Wyns, R. and Baudin, T. 2016. Peneplanation and lithosphere dynamics in the Pyrenees. *Comptes Rendus Geoscience*, 348, 194-202. https://doi.org/10.1016/j.crte.2015.08.005

Braucher, R., Merchel, S., Borgomano, J., Bourlès, D.L., 2011. Production of cosmogenic radionuclides at great depth: a multi element approach. *Earth Planet. Sci. Lett*. 309, 1–9. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2011.06.036

Briais, A., Armijo, R.., Winter, T., Tapponnier, P. and Herbecq, A. 1990. Morphological evidence for Quaternary normal faulting and seismic hazard in the eastern Pyrénées. *Annales tectonicae*, IV, 19-42

Brown, E.T., Edmond, J.M., Raisbeck, G.M., Yiou, F., Kurz, M.D., Brook, E.J., 1991, Examination of surface exposure ages of Antarctic moraines using in situ produced ^{10}Be and ^{26}Al. *Geochim. Cosmochim. Acta* 55, 2269–2283. https://doi.org/10.1016/0016-7037(91)90103-C

Brown, E.T., Stallard, R.F., Larsen, M.C., Raisbeck, G.M., Yiou, F. 1995. Denudation rates determined from the accumulation of in situ produced ^{10}Be in the Luquillo Experimental forest, Puerto Rico. *Earth and Planetary Science Letters*. 129, 193-202. https://doi.org/10.1016/0012-821X(94)00249-X

Calvet M. 1996. Morphogenèse d'une montagne méditerranéenne : les Pyrénées orientales. Documents du BRGM, Orléans, n° 255, 3 vol., 1177 p.

Calvet, M., Gunnell, Y., Braucher, R., Hez, G., Bourles, D., Guillou, V., Delmas, M. & ASTER Team. 2015. Cave levels as proxies for measuring post-orogenic uplift: Evidence from cosmogenic dating of alluvium-filled caves in the French Pyrenees. *Geomorphology*, 246, 617-633. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2015.07.013

Chevrot S., Sylvander M., Delouis B. 2011. A preliminary catalog of moment tensors for the Pyrenees. *Tectonophysics*, 510, 239-251. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2011.07.011

Chevrot, S., Villaseñor, A. et Sylvander, M. 2014. High resolution imaging of the Pyrenees and Massif Central from the data of the PYROPE and IBERARRAY portable array deployments. *Journal of Geophysical Research*, 119(8), 6399-6420. https://doi.org/ 10.1002/2014JB010953

Chmeleff, J., von Blanckenburg, F., Kossert, K., Jakob, J, 2010. Determination of the ^{10}Be half-life by multicollector ICP-MS and liquid scintillation counting. *Nucl. Instr. Methods Phys. Res*. B. 268, 192–199. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2009.09.012

Choukroune, P. 1992. Tectonic evolution of the Pyrenees, *Ann. Rev. Earth Planet. Sci*., 20, 143

Clauzon, G. 1982. Le canyon messinien du Rhône : une preuve décisive du « dessicated deep basin model » (Hsü, Cita and Ryan, 1973). Bulletin de la Société Géologique de France, 24, 231-246.

Clauzon, G., Rubino, J.L., Savoye, B. 1995. Marine Pliocene Gilbert-type fan deltas along the French Mediterranean coast. A typical infill feature of preexisting subaerial Messinian canyons. IAS-16th egional Meeting of Sedimentology, Field Trip Guide Book, ASF Ed., vol.23, Paris, pp. 145-222.

Clauzon, G., Le Strat, P., Duvail, C., Do Couto, D., Suc, J.-P., Molliex, S., Bache, F., Besson, D., Lindsay, E.H., Opdyke, N.D., Rubino, J.-P., Speranta-Maria Popescu, S.-P., Haq, B.U. and Gorini, C. 2015. The Roussillon Basin (S. France): A case-study to distinguish local and regional events between 6 and 3 Ma. *Marine and Petroleum Geology*, 66, 18-40. https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2015.03.012

Codilean, A.T., Fenton, C.R., Fabel, D., Bishop, P., Xu, S., 2014. Discordance between cosmogenic nuclide concentrations in amalgamated sands and individual fluvial pebbles in an arid zone catchment. *Quaternary Geochronology*, 19, 173-180. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2012.04.007

Debals, B. 2000. Mise au point sur la chronostratigraphie des dépôts alluviaux quaternaires de la plaine du Roussillon : exemple de la vallée de la Têt (France). *Quaternaire*, 1, 31-39. https://doi.org/10.3406/quate.2000.1653

Delcaillau, B., Carozza, J.-M. and Font, M. 2004. The northern segment of the Têt Fault (Pyrenees-Orientales): Neogene evolution and geomorphic implications. *Bulletin de la Société. Géologique de France*, 175(3), 257-272. https://doi.org/10.2113/175.3.257

Delmas, M., Braucher, R., Gunnell, Y., Guillou, V., Calvet, M., Bourlès, D.L. and ASTER Team. 2015. Constraints on Pleistocene glaciofluvial terrace age and related soil chronosequence features from vertical ^{10}Be profiles in the Ariège River catchment (Pyrenees, France). *Global and Planetary Change*, 132, 39-53. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2015.06.011

Depéret, C. 1895. Aperçu de la structure générale et l'histoire de la formation de la vallée du Rhône. Annales de Géographie, 4, 432-452.

Dunai, T. J. 2010. Cosmogenic Nuclides, Principles, Concepts and Applications in the Earth Surface Sciences. *Cambridge University Press*, 198 pages; ISBN-13: 9780521873802

Engel, W. 1984. Migration of folding and flysch sedimentation on the southern flank of the Variscan belt (Montagne Noire, Mouthoumet massif, Pyrenees). *Z. dt. Geol. Ges*., 135, 279-292.

Fitzgerald, P.G., Muñoz, J.A., Coney, P.J., Baldwin, S.L. 1999. Asymmetric exhumation across the Pyrenean orogen: implications for the tectonic evolution of a collisional orogen. *Earth and Planetary Science Letters*, 173, 157-170. https://doi.org/10.1016/S0012-821X(99)00225-3

Ford, M., Hemmer, L., Vacherat, A., Gallagher, K and Christophoul, F. 2015. Retro-wedge foreland basin evolution along the ECORS line, eastern Pyrenees, France. *Journal of Geological Society*, 173, 419-437. https://doi.org/10.1144/jgs2015-129

Gautier, F., Clauzon, G., Suc, J.-P., Cravatte, J., Violanti, D. 1994. Âge et durée de la crise de salinité messinienne. Comptes-Rendus de l'Académie des Sciences de Paris, 318(II), 1103-1109.

Genti, M. 2015. Impact des processus de surface sur la déformation actuelle des Pyrénées et des Alpes. Thèse de doctorat, Université de Montpellier, France, 255 pp. In French

Gibson, M., Sinclair, H.D., Lynn, G.J. et Stuart, F.M. 2007. Late- to post-orogenic exhumation of the Central Pyrenees revealed through combined thermochronological data and modeling. *Basin Redearch*, 19, 323-334

Godard, V., Bourlès, D. L., Spinabella, F., Burbank, D. W., Bookhagen, B., Fisher, G. B., Moulin, A. & Léanni, L. 2014. Dominance of tectonics over climate in Himalayan denudation. *Geology*, G35342-1. https://doi.org/10.1130/G35342.1

Granger, D.E., Kirchner, J.W., Finkel, R.C. 1997. Quaternary downcutting rate of the New River, Virginia, measured from differential decay of cosmogenic ^{26}Al and ^{10}Be in cave-deposited alluvium. *Geology*, 25, 107–110. . https://doi.org/10.1130/0091-7613(1997)025<0107:QDROTN>2.3.CO;2

Guitard, G., Laumonier, A., Autran, A., Bandet, Y. and Berger, G.M. 1998. Notice explicative de la carte géologique de Prades (1095) au 1/50000ème. BRGM – Service Géologique National, Ministère de l'Economie, des Finances et de l'Industrie. Editions du BRGM, pp. 198

Gunnell, Y. and Calvet, M. 2006. Comment on « Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain », by J. Babault et al. *Tectonics*, 25, TC3003. https://doi.org/10.1029/2004TC001697

Gunnell Y., Zeyen H., Calvet M. 2008. Geophysical evidence of a missing lithospheric root beneath the Eastern Pyrenees: consequences for post-orogenic uplift and associated

geomorphic signatures. *Earth and Planetary Science Letters*, 276, 302-313. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2008.09.031

Gunnell, Y., Calvet, M., Brichau, S., Carter, A., Aguilar, J.P. et Zeyen, H. 2009. Low long-term erosion rates in high-energy mountain belts: Insights from thermo- and biochronology in the Eastern Pyrenees. *Earth and Planetary Science Letters*, 278, 208-218

Haq, B.U., Hardenbol, J, Vail, P.R., 1987. Chronology of Fluctuating Sea Levels Since the Triassic. *Science*, 235, 1156-1167. https://doi.org/10.1126/science.235.4793.1156

Häuselmann P., Granger D.E. 2005. Dating of caves by cosmogenic nuclides: method, possibilities, and the Siebenhengste example (Switzerland). *Acta Carsologica*, 34(1), 93-100.

Hez, G. 2015. Un remarquable enregistreur de l'incision de la vallée de la Têt : Le karst étagé des gorges de Villefranche de Conflent Pyrénées-Orientales – France. Mémoire de M2, Université de Savoie Mont-Blanc, 117 pp. In French

Hez, G., Jaillet, S., Calvet, M., and Delannoy, J.-J. 2015. Un enregistreur exceptionnel de l'incision de la vallée de la Têt : le karst de Villefranche-de-Conflent (Pyrénées-Orientales), France. *Karstologia*, 65, 9-32. In French

Honda, M., Zhang, X., Phillips, D., Hamilton, D., Deerberg, M., Schwieters, J.B. 2015. Redetermination of the ^{21}Ne relative abundance of the atmosphere, using a high resolution, multi-collector noble gas mass spectrometer (HELIX-MC Plus). *International Journal of Mass Spectrometry*, 387, 1–7. https://doi.org/10.1016/j.ijms.2015.05.012

Hsü, K.J., Cita, M.B., Ryan, W.B.F. 1973. The origin oft he Mediterranean evaporates. In: Ryan, W.B.F., Hsü, K.J., Cita, M.B., Dumitrica, P., Lort, J.M., Maync, W., Nesteroff, W.D., Pautot, G., Stradner, H., Wezel, F.C., Kaneps, A.G. (Eds), Initial Reports of the Deep Sea Drilling Project, vol.13, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C., pp. 1203-1231.

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N. et Campani, M. 2007. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the southe Pyrenean basement thrust system (France-Spain). *Tectonics*, 26, TC5007

Keen-Zebert, A., Granger, D.E., Paces, J.B., Hudson, M.R., and Bitting, C. 2016. Combined use of cosmogenic nuclide, U-series disequilibrium, paleomagnetism, and optically stimulated luminescence within Fitton Cave to evaluate the landscape evolution of the Buffalo National River, Arkansas (abs.): *Geological Society of America Abstracts with Programs*, 48(7), doi: 10.1130/abs/2016AM-285655.

Kober, F., Ivy-Ochs, S., Schlunegger, F., Baur, H., Kubik, P.W., Wieler, R. 2007. Denudation rates and a topography-driven rainfall threshold in northern Chile: Multiple cosmogenic nuclide data and sediment yield budgets. *Geomorphology*, 83, 97-120.

Korschinek, G., Bergmaier, A., Faestermann, T., Gerstmann, U.C., Knie, K., Rugel, G.,Wallner, A., Dillmann, I., Dollinger, G., von Gostomski, Lierse Ch., Kossert, K., Maitia,M., Poutivtsev, M., Remmert, A., 2010. A new value for the half-life of ^{10}Be by Heavy-Ion Elastic Recoil Detection and liquid scintillation counting. *Nucl. Instr. Methods Phys. Res. B*, 268, 187–191. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2009.09.020

Lagabrielle, Y., Labaume, P. and de Saint Blanquat, M. 2010. Mantle exhumation, crustal denudation, and gravity tectonics during Cretaceous rifting in the Pyrenean realm (SW Europe): Insights from the geological setting of the lherzolite bodies. *Tectonics*, 29(4), TC4012, doi:10.1029/2009TC002588.

Laumonier, B. et coord., 1996. Cambro-Ordovicien, *in Barnolas A., Chiron J.C.: "Synthèse géologique et géophysique des Pyrénées,"* vol. 1, éditions BRGM-ITGE, pp. 157–209.

Laumonier, B. 2015. Les Pyrénées alpines sud-orientales (France, Espagne) – essai de synthèse. *Rev. Géologie Pyrénéenne*, 2, 1–44.

Laureano, F.V., Karmann, I., Granger, D.E., Auler, A.S., Almeida, R.P., Cruz, F.W., Strícks, N.M., and Novello, V.F. 2016. Two million years of river and cave aggradation in NE Brazil: Implications for speleogenesis and landscape evolution. *Geomorphology*, 273, 63-77. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2016.08.009

Loget, N., van den Driessche, J. and Davy, P., 2005. How did the Messinian salinity crisis end? *Terra Nova*, 17, 414–419. https://doi.org/10.1111/j.1365-3121.2005.00627.x

Loget, N., Van Den Driessche, J. 2009. Wave train model for knickpoint migration. *Geomorphology*, 106, 376-382.

Loget, N., Davy, P., van den Driessche, J. 2006. Mesoscale fluvial erosion parameters deduced from modeling the Mediterranean sea level drop during the Messinian (late Miocene). *Journal of Geophysical Research*, 111, F03005. https://doi.org/10.1029/2005JF000387.

Martin, L.C.P, Blard, P.-H., Balco, G., Lavé, J., Delunel, R., Lifton, N., Laurent, V. 2017. The CREp program and the ICE-D production rate calibration database: A fully parameterizable and updated online tool to compute cosmic-ray exposure ages. *Quaternary Geochronology*, 38, 25-49. https://doi.org/10.1016/j.quageo.2016.11.006

Mauffret, A., de Grossouvre, B. D., Dos Reis, A. T., Gorini, C., & Nercessian, A. (2001). Structural geometry in the eastern Pyrenees and western Gulf of Lion (Western Mediterranean). *Journal of Structural Geology*, *23*(11), 1701-1726. https://doi.org/10.1016/S0191-8141(01)00025-6

Maurel, O., Monié, P., Pik, R., Arnaud, N., Brunel, M., Jolivet, M. 2008. The Meso-Cenozoic thermo-tectonic evolution of the Eastern Pyrenees: an $^{40}Ar/^{39}Ar$ fission track and (U–Th)/He thermochronological study of the Canigou and Mont-Louis massifs. *International Journal of Earth Science*, 97, 565–584. https://doi.org/10.1007/s00531-007-0179-x

McPhillips, D., Hoke, G.D., Liu-Zeng, J., Bierman, P.R., Rood, D.H., and Niedermann, S. 2016. Dating the incision of the Yantze River gorge at the First Bend using three-nuclide burial ages. *Geophysical Research Letters*, 43(1), 101-110. https://doi.org/ 10.1002/2015GL066780

Merchel, S., Herpers, U., 1999. An update on radiochemical separation techniques for the determination of long-lived radionuclides via accelerator mass spectrometry. *Radiochim. Acta* 84, 215–219.

Merchel, S., Bremser, W., 2004. First international 26Al interlaboratory comparison – Part I. *Nuclear Instrumentation Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 223–224, pp. 393–400. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2004.04.076

Merchel, S, Arnold, M., Aumaître, G., Benedetti,L., Bourlès, D.L., Braucher, R., Alfimov, V., Freeman, S.P.H.T, and Wallner, A. 2008. Towards more precise ^{10}Be and ^{36}Cl data from measurements at the 10^{-14} level: Influence of sample preparation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 266, 4921–4926. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2008.07.031

Mocochain, L., Audra, P., Clauzon, G., Bellier, O., Bigot, J.-Y., Parize, O., Monteil, P., 2009. The effect of river dynamics induced by the Messinian Salinity Crisis on karst landscape and caves: Example of the Lower Ardèche river (mid Rhône valley). *Geomorphology*, 106, 46-61. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2008.09.021

Molliex, S., Rabineau, M., Leroux, E, Bourlès, D., Authemayou, C., Aslanian, D., Chauvet, F., Civet, F. and Jouët, G. 2016. Multi-approach quantification of denudation rates in the Gulf of Lion source-to-sink system (SE France). *Earth and Planetary Science Letters*, 444, 101-115. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2016.03.043

Molnar, P., and England, P. 1990. Late Cenozoic uplift of mountain ranges and global climate change: chicken or egg?, *Nature*, 346, 29-34. https://doi.org/10.1038/346029a0

Monod, B., Regard, V., Carcone, J., Wyns, R. and Christophoul, F. 2016. Postorogenic planar palaeosurfaces of the central Pyrenees: Weathering and neotectonic records. *Comptes Rendus Geoscience*, 348(3–4), 184–193, doi:10.1016/j.crte.2015.09.005

Mouchené, M., van der Beek, P., Mouthereau, F. and Carcaillet, J. 2017. Controls on Quaternary incision of the Northern Pyrenean foreland: Chronological and geomorphological constraints from the Lannemezan megafan, SW France. *Geomorphology*, 281, 78–93, doi:10.1016/j.geomorph.2016.12.027

Mouchené, M., van der Beek, P., Mouthereau, F., Carcaillet, J. 2017. Controls on Quaternary incision of the Northern Pyrenean foreland: Chronological and geomorphological constraints from the Lannemezan megafan, SW France. *Geormophology*, 281, 78-93. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2016.12.027

Niedermann, S. 2002. Cosmic-ray-produced noble gases in terrestrial rocks: dating tools for surface processes. *Rev. Mineral. Geochem*. 47, 731-784. https://doi.org/10.2138/rmg.2002.47.16

Nishiizumi, K.; Imamura, M.; Caffee, M.W.; Southon, J.R.; Finkel, R.C.; McAninch, J. 2007. Absolute calibration of ^{10}Be AMS standards. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B*, 258, 403–413. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2007.01.297

Nivière, B., Lacan, P., Regard, V., Delmas, M., Calvet, M., Huyghe, D., Roddaz, B., 2016. Evolution of the Late Pleistocene Aspe River (Western Pyrenees, France). Signature of climatic events and active tectonics. *Comptes Rendus Geoscience*. doi: 10.1016/j.crte.2015.07.003

Norris, T. L., A. J. Gancarz, D. J. Rokop, and K. W. Thomas (1983), Half-life of ^{26}Al, *J. Geophys. Res.*, 88(S01), B331–B333, doi:10.1029/JB088iS01p0B331

Oele, E., Sluiter, W.J., and Pannekoek, A.J. 1963. Tertiary and Quaternary sedimentation in the Conflent, an intramontane rift-valley in the eastern Pyrenees. *Leids geol. Meded*. 28, 297-319.

Olivetti, V., Godard, V., Bellier, O., ASTER Team. 2016. Cenozoic rejuvenation events of Massif Central topography (France): Insights from cosmogenic denudation rates and river profiles. *Earth and Planetary Science Letters*, 444, 179-191. https://doi.org/10.1016/j.epsl.2016.03.049

Ortuño, M., Martí, A., Martín-Closas, C., Jiménez-Moreno, G., Martinetto, E. and Santanach, P. 2013. Palaeoenvironments of the Late Miocene Prüedo Basin: implications for the uplift of the Central Pyrenees. *J. Geol. Soc*., 170(1), 79–92, doi:10.1144/jgs2011-121

Paces, J.B., Hudson, M.R., Hudson, A.M., Turner, K.J., Bitting, CJ., and Sugano, L.L. 2017. Isotopic constraints on Middle Pleistocene cave evolution, paleohydrologic flow, and environmental conditions from Fitton Cave speleothems, Buffalo National River, Arkansas. (abs.): *In: Kuniansky, E.L., and Spangler, L.E., eds., 2017, U.S. Geological Survey Karst Interest Group Proceedings, San Antonio, Texas, May 16–18, 2017: U.S. Geological Survey Scientific Investigations Report 2017–5023, 245 p*., http://doi.org/10.3133/sir20175023.

Palmer A.N. 2007. Cave Geology, *Cave Books, Cave Research Foundation*, Dayton, 454 p.

Pannekoek, A.J., 1935. Évolution du bassin de la Têt pendant le Néogène. *Geogr. Geol. Mad. Rijkuniv*. Utrecht 10, p. 72.

Pérez-Asensio, J.N., Aguirre, J., Jiménez-Moreno, G., Schmiedl, G. and Civis J. 2013. Glacioeustatic control on the origin and cessation of the Messinian salinity crisis. *Global and Planetary Change*, 111, 1-8. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2013.08.008

Reiners, P.W., Ehlers, T. a, Mitchell, S.G., Montgomery, D.R., 2003. Coupled spatial variations in precipitation and long-term erosion rates across the Washington Cascades. *Nature* 426, 645–7. https://doi.org/10.1038/nature02111

Sinclair, H.D., Gibson, M., Naylor, M. et Morris, R.G. 2005. Asymmetric growth of the Pyrenees revealed through measurement and modeling of orogenic fluxes. *American Journal of Science*, 305, 369-406

Stange, K.M., van Balen, R.T., Kasse, C., Vandenberghe J., Carcaillet, J. 2014. Linking morphology across glaciofluvial interface: A ^{10}Be supported chronology of glacier advanced and terrace formation in the Garonne River, northern Pyrenees, France. *Geomorphology*, 207, 71-95. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2013.10.028

Stange, K.M., van Balen, R.T., Carcaillet, J. & Vandenberghe J. 2013. Terrace staircase development in the Southern Pyrenees Foreland: Inferences from ^{10}Be terrace exposure ages at the Segre River. *Global and Planetary Change*, 101, 97-112. https://doi.org/10.1016/j.gloplacha.2012.12.007

Stange, K.M., van Balen, R.T., Vandenberghe J., Peña, J.-L. & Sancho, C. 2012. External controls on Quaternary fluvial incision and terrace formation at the Segre River, Southern Pyrenees. *Tectonophysics*, 602, 316-331. https://doi.org/10.1016/j.tecto.2012.10.033

Stone, J.O., 2000. Air pressure and cosmogenic isotope production. *Journ. Geophys. Res*. 105, 23753–23759. https://doi.org/10.1029/2000JB900181

Suc, J.-P., Clauzon, G., Cravatte, J., Gautier, F., Violenti, D. 1994. Âge et durée de la crise de salinité messinienne. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Paris*, Série II, 318, 1103-1109.

Tassy A., Mocochain L., Bellier O., Braucher R., Gattacceca J., Bourlès D. 2013. Coupling cosmogenic dating and magnetostratigraphy to constrain the chronological evolution of peri-Mediterranean karsts during the Messinian and the Pliocene: Example of Ardèche Valley, Southern France. *Geomorphology*, 189, 81–92. https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2013.01.019

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Bellahsen, N., Gautheron, C., Bernet, M., Daudet, M., Balansa, J., Tibari, B., Jamme, R.P. and Radal, J. 2016. Rift-to-collision transition recorded by tectonothermal evolution of the northern Pyrenees. *Tectonics*, 35(4). https://doi.org/10.1002/2015TC004016

Vanderhaeghe, O. & Grabkowiak, A. 2014. Tectonic accretion and recycling of the continental lithosphere during the Alpine orogeny along the Pyrenees. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 185, 143-155. https://doi.org/ 10.2113/gssgfbull.185.4.257

Vergés, J., Fernàndez, M., Martìnez, A. 2002. The Pyrenean orogen: pre-, syn-, and post-collisional evolution. In: Rosenbaum, G., Lister, G. (Eds.), Reconstruction of the Evolution of the Alpine-Himalayan Orogen, Journal of the Virtual Explorer 8. http://dx.doi.org/10.3809/jvirtex.2002.00058.

Vermeesch, P., Balco, G., Blard, P.-H., Dunai, T.J., Kober, F., Niedermann, S., Shuster, D.L., Strasky, S., Finlay, F.M., Wieler, R. & Zimmermann, L. 2012. Interlaboratory comparison of cosmogenic ^{21}Ne in quartz. *Quaternary Geochronology*, 26, 20-28, https://doi.org/10.1016/j.quageo.2012.11.009

Whipple, K.X., 2009. The influence of climate on the tectonic evolution of mountain belts. *Nature Geoscience* 2, 97–104. https://doi.org/10.1038/ngeo413

Wittmann, H., von Blanckenburg, F., Maurice, L., Guyot, J.-L., Kubik, P.W., 2011. Recycling of Amazon floodplain sediment quantified by cosmogenic ^{26}Al and ^{10}Be. *Geology*, v.; no.5; p. 467-470. https://doi.org/10.1130/G31829.1

Zimmermann, L., Avice, G., Blard, P.-H., Marty, B., Füri, E., and Burnard, P.G. Development of a new full-metal induction furnace for noble gas extraction. *Chemical Geology, under review.*

Supplementary information

Geological and geodynamical contexts

The Conflent geology

The Neogene post-alpine tectonics is very marked in the eastern Pyrenees with the formation of Neogene to Quaternary narrow intramontane basins (e.g., Conflent, Serdinya, Capcir) in the Axial Zone. The Conflent basin is delimited by two major N060°E to E-W Neogene faults: the Têt – Serdinya fault and its eastern relay the Prades fault. The numerous tectonic markers are often hidden under the Neogene Conflent sedimentary filling.

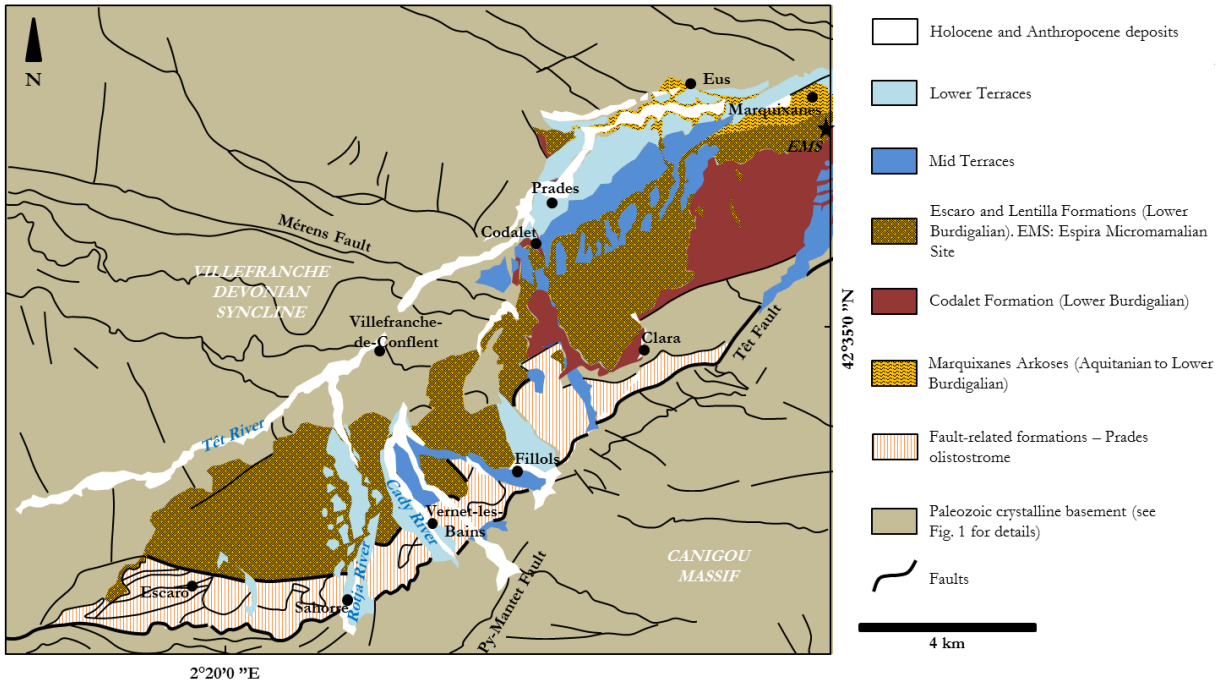


Figure 1: Geological sketch map of the Northwestern Conflent Basin (according to BRGM data). This map details the various Neogene formations present in the study area. It is possible to distinguish: the Escaro and Lentilla formations with the Espira micromammalian site (EMS) of Lower Burdigalian age (Baudelot and Crouzel, 1974), the Codalet Formation of Aquitanian to Lower Burdigalian age, the Marquixanes Formation of Aquitanian age. Fault-related formations, including gneiss and micaschist olistoliths, are also present. Finally, Quaternary formations are represented, without the different levels of terraces being distinguished in this version.

The base of the filling sequence is dated from the Early Miocene (23-20 Ma), the 200-500 m thick Marquixanes Formation consisting of arkosic sandstone and granite boulders. The Lentilla Formation, which overcomes it, has a minimum thickness of 200-400 m. It is composed of fluviatile facies whose clasts come from the crystalline massifs of Canigou, Carança and Mont-Louis. Remains of small mammals dated at ~ 20 Ma (Baudelot et Crouzel, 1974) were found at the base of the formation. The Lentilla Formation laterally shifts in facies to the Codalet Formation which sometimes stratigraphically replaces the Marquixanes Formation. The Codalet Formation is characterized by its reddish color as well as the presence of numerous schistous clasts. Moving westward upstream, the Codalet and Lentilla formations laterally shift to the Escaro Formation, a ~900 m thick sequence constituted by massive torrential debris. Finally, large olistoliths border the Canigou massif and are intercalated in the Escaro Formation. This chronology, although generally accepted, is not unanimous (e.g., Clauzon et al., 2015 and references therein).

Pyrenean highly elevated low-relief surfaces

High-elevation, low-relief surfaces in mountain belts are interpreted as either remnants of post-tectonic peneplains, which are then used to quantify the uplift of the Earth's surface, or remnants of peneplains that developed at high elevation because of a progressive rise of the efficient base level of the drainage system that hampered erosion during the mountain belt building. These two hypotheses were confronted by Bosch et al. (2016), who proposed that the elevation of the chain is isostatically compensated at the lithospheric level. The first hypothesis implying a 2,000-m post-tectonic uprising since the Upper Miocene, these authors favored the hypothesis of a development of the mid-Miocene Pyrenean peneplain at high elevation.

Highly elevated low-relief surfaces (HELR; Babault et al., 2005, Calvet and Gunnell, 2008 and references therein for sources of debate), whose ridges reach altitudes as high as ~2800 m and whose slopes do not exceed 20°, truncate the Paleozoic units of the Pyrenean range's axial zone and the Mesozoic cover. These surfaces carrying Upper Miocene sediments in discordance (11.1 – 8.7 Ma) should therefore be anterior to this period.

The origin of these perched surfaces remains enigmatic. It has been proposed that following an episode of peneplenation, a post-orogenic Pliocene uplift phase would have occurred. According to De Sitter (1952), this uplift phase would have resulted from tangential compressive movements that led to crustal thickening of at least 12 km. However, such movements are not documented. According to Brunet (1986), this phase would have resulted from the disappearance of all or a portion of the crustal root during the Neogene. However, geophysical studies (e.g., Chevrot et al., 2014) revealed the presence of a deep root. Thus,

other hypotheses have been developed over the last ten years. Babault et al. (2005) proposed that the HELRs formed at high elevation because of the substantial filling of the foreland basins by the orogen denudation products, which penetrate in discordance back to the chain interior. This scenario involves a general increase in the base level hampering the erosive capacity of the drainage system, as corroborated by analogue modeling (e.g., Babault et al., 2005). However, this hypothesis has been challenged (e.g., Gunnell and Calvet, 2006; Sinclair et al., 2009). Based on geological, thermochronological or geomorphological data, these authors argue that: (i) surface discrimination would be in dispute; (ii) the erosion surfaces would be staggered and at least multiple, with the lowest level at relatively low altitudes and covering large areas and the highest at altitudes between 2700 and 2900 m; (iii) extrapolating the basin fill model is complex; and (iv) the model assumes significant slopes to connect flattened surfaces and clastic sequences of the piedmont. For these last authors, the heavy and dense lithospheric root that was created during the Pyrenean subduction gradually warmed up and disappeared to the east. The vanishing of this thick root of low-density crust that was edified by the Pyrenean tectonics would have then caused a post-orogenic rebound since 10 Ma that led to the current relief. These assumptions regarding the deep structure of the chain have recently been refuted by the acquisition of new data in the framework of national programs (ANR PYROPE, ANR Pyramid). Recent work that considered these data (Bosch et al., 2016) has suggested that the current elevation of the chain is isostatically compensated at the lithospheric level, which contradicts a 2000-m Upper Miocene to Plio-Quaternary uplift of the Pyrenees and implies that peneplains should have developed during the mid-Miocene at high elevation. Thus, uplift knowledge, if any, in this section of the Pyrenees would provide crucial constraints regarding these still-debated hypotheses.

References

Babault, J., van den Driessche, J., Bonnet, S., 2005. Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain. *Tectonics*, 24, TC2010. https://doi.org/10.1029/2004TC001697

Baudelot, S., Crouzel, F. 1974. La faune burdigalienne des gisements d'Espira-du-Conflent (Pyrénées-Orientales). *Bull. Soc. Hist. Nat. Toulouse*, 110(3–4), 311–326.

Bosch, G.V., Van Den Driessche, J., Babault, J., Robert, A., Carballo, A., Le Carlier, C., Loget, N., Prognon, C., Wyns, R. and Baudin, T. 2016. Peneplanation and lithosphere dynamics in the Pyrenees. *Comptes Rendus Geoscience*, 348, 194-202. https://doi.org/10.1016/j.crte.2015.08.005

Brunet, M.F. 1986. The influence of the evolution of Pyrenees on adjacent basins. *Tectonophysics*, 129, 343-354. https://doi.org/10.1016/0040-1951(86)90260-X

Calvet M., Gunnell Y. 2008. Planar landforms as markers of denudation chronology: an inversion of East Pyrenean tectonics based on landscape and sedimentary basin analysis. *In: Gallagher K., Jones S.J., Wainwright J. (eds), Landscape Evolution: Denudation, Climate and Tectonics Over Different Time and Space Scales, Geological Society, London, Special Publications*, 296, 147–166. https://doi.org/10.1144/SP296.10

Chevrot, S., Villaseñor, A. et Sylvander, M. 2014. High resolution imaging of the Pyrenees and Massif Central from the data of the PYROPE and IBERARRAY portable array deployments. *Journal of Geophysical Research*, 119(8), 6399-6420. https://doi.org/10.1002/2014JB010953

Clauzon, G., Le Strat, P., Duvail, C., Do Couto, D., Suc, J.-P., Molliex, S., Bache, F., Besson, D., Lindsay, E.H., Opdyke, N.D., Rubino, J.-P., Speranta-Maria Popescu, S.-P., Haq, B.U. and Gorini, C. 2015. The Roussillon Basin (S. France): A case-study to distinguish local and regional events between 6 and 3 Ma. *Marine and Petroleum Geology*, 66, 18-40. https://doi.org/10.1016/j.marpetgeo.2015.03.012

De Sitter, L.U. 1952. Pliocene uplift of Tertiary mountain chains. *American Journal of Science*, 250, 297-307. https://doi.org/10.2475/ajs.250.4.297

Gunnell, Y. and Calvet, M. 2006. Comment on « Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain », by J. Babault et al. *Tectonics*, 25, TC3003. https://doi.org/10.1029/2004TC001697

Sinclair, H.D., Gibson, M., Lynn, G., and Stuart, F.M. 2009. The evidence for a Pyrenean Resurrection: a response to Babault *et al*. (2008). *Basin Research*, 21, 143-145. https://doi.org/10.1111/j.1365-2117.2008.00391.x

3- Discussions autour de données absentes de l'article

Cet article, en raison de sa densité, ne présente pas certaines données annexes comme les datations ESR (chapitre 4), les essais de datations sur la grotte de Roquefumade, ainsi que les tests ^{10}Be, ^{26}Al et ^{21}Ne effectués sur le tunnel de Nyer. Ce points seront donc développés dans cette sous-partie.

3.1- Datations ESR au regard des travaux de Camille Manel (M2 BRGM 2015-2016)

Au cours de mes travaux de thèse (2015-2016), j'ai pu collaborer à l'échantillonnage (2014) et à l'encadrement des travaux de M2 de Camille Manel portant sur la « Synthèse cartographique et datations croisées (ESR et nucléides cosmogéniques) des terrasses fluviatiles de la Têt ».

Les cinq étages de terrasses supposés, chaque étage comprenant des niveaux inférieur, moyen et supérieur, ont été prélevés. Le point le plus intéressant est sans conteste celui pris sur le supposé niveau T5 à hauteur de Villefranche-de-Conflent (en contrebas de Fort-Libéria) à des fins de datation ESR. Concernant les profils d'évolution de la concentration en nucléides cosmogéniques en fonction de la profondeur obtenus à travers les terrasses, seuls deux niveaux de terrasses présentés dans le Tableau 5-1 ci-dessous ont donné des résultats probants. Les taux de dénudation modélisés dans le bassin sont comparables à ceux publiés dans l'article ci-dessus, ainsi qu'à ceux obtenus par Molliex *et al.* (2016). En revanche, la modélisation de l'évolution de la concentration en nucléides cosmogéniques le long des profils verticaux ne permet d'établir une datation bien contrainte de la mise en place des niveaux investigués car les concentrations mesurées correspondent à un état stationnaire. Seul un âge minimum de dépôt peut dès lors être établi.

Niveau de terrasse	Âge minimum (ka)	Taux de dénudation probable (m/Ma)	Héritage probable (10^4 at/g)	Densité moyenne
T2 - Escatllars	51,6	*11,7* 10,2 *9,1*	3,9	2,48 ± 0,08
T3 moy - Couragade	146,6	*4,1* 3,7 *2,6*	6,5	2,30 ± 0,14
T3 sup – 4 Chemins	93,6	*6,3* 5,4 *4,2*	9,8	2,30 ± 0,15

Tableau 5-1 : Tableau récapitulatif des résultats des simulations des profils verticaux des différentes terrasses échantillonnées.

Concernant les analyses ESR, les intensités déterminées étant de manière assez similaire aux alluvions intrakarstiques fortement dépendantes de l'angle de mesure, il est ici aussi difficile, comme ce fut le cas pour nos propres résultats, d'ajuster les courbes de croissance brute. Néanmoins, afin de tenter de déterminer des doses équivalentes exploitables et donc d'estimer des âges, les valeurs extrêmes (basses et hautes) et des points jugés aberrants ont été écartés, induisant une minoration « artificielle » de l'incertitude analytique (1σ), significativement inférieure aux véritables incertitudes de mesures. Les datations obtenues doivent dès lors être considérées avec une grande précaution et peuvent conduire à des surinterprétations.

Étant donné le nombre important de données écartées au détriment de la recherche d'une signification physique pour les niveaux les plus anciens (Tableau 5-2), il apparaît que seules les datations relatives aux niveaux de terrasses les plus récents peuvent éventuellement être considérées. Quoiqu'il en soit, la majorité des échantillons conduisent à des dates jugées aberrantes dans le cadre du modèle préconçu. Plusieurs explications, déjà avancées dans le chapitre précédent, concernent l'homogénéité de l'échantillon analysé. En effet, des remaniements inter-terrasses impliquant une succession d'enfouissements et de réexpositions peuvent impacter significativement le signal et ce de façon tout à fait similaire à ce qui a été mis en évidence pour les radionucléides cosmogéniques. Le signal obtenu est dès lors perturbé par la présence à la fois de quelques grains plus anciens que la mise en place et de grains ayant subi plusieurs épisodes de blanchiment impliquant un rajeunissement relativement à la mise en place.

Niveau		Lieu-dit	Nom échantillon	« Âge » ESR (ka)			Validité
T1		Pézilla	TET 14-08	13,1	±	2,6	↑
T2		Escattlars	TET 14-10	174,0	±	44,3	↑
			TET 14-11	518,9	±	90,4	↓
T3	inférieur	Llabanère	TET 14-02	195,1	±	13,7	↓
			TET 14-03	178,6	±	34,2	↓
	supérieur	4 Chemins	TET 14-06	618,9	±	173,1	→
T5		Canet	TET 14-12	1045,9	±	479,1	→
		Villefranche	TET 15-01	1098,3	±	198,2	→
			TET 15-02	1049,6	±	552,5	→

Tableau 5-2 : Synthèse des datations ESR sur les différents niveaux de terrasse . ↑ signifie que la datation peut être considérée ; → indique que la datation possède une incertitude importante ou présente un défaut analytique mais que l'ordre de grandeur peut être considéré ; ↓ propose que la

datation ne se plaçant pas dans le contexte du système de terrasse tel que préconçu possède un biais analytique connu ou pas (sans être absurde).

D'autres échantillons présentent également des cas de figures très similaires aux nôtres, avec des intensités RPE qui ne croissent pas en fonction des doses de chaque aliquote. Par ailleurs, il est à noter que des intensités RPE très variables du centre aluminium ont été relevées, ainsi qu'une absence de signal sur les centres titane, communément à mes échantillons. Ainsi que décrit par C. Manel dans son mémoire : « L'ensemble de ces observations systématiques pose une interrogation sur la radiosensibilité des grains présents dans les sédiments échantillonnés. » Il est à noter que la radiosensibilité, comme décrit dans le chapitre précédent, est dépendante de la composition des quartz et donc de leurs origine et histoire. Il en découle que les quartz peuvent contenir des inclusions fluides et des impuretés recélant des éléments traces, altérant le signal. Par ailleurs, le problème de l'altération de la structure des quartz lors d'épisodes de métamorphisme à haute température et/ou haute pression déjà soulevé précédemment est également valable dans ce cas de figure.

Au regard de l'ensemble de ces constatations, dater en utilisant la technique « ESR » des niveaux de terrasses présents dans les gorges de la Têt semble donc peu pertinent.

3.2- ESR dating tests on the alluvial deposits of the Conflent caves

In the Conflent valley karstic system, only the lowest levels of staging contain easily recoverable sediments, i.e. the Faubourg cave (FG2 sample), the Mas-Py cave (MP3 sample), the En Gorner network (PDR samples) and the Lachambre network (AM samples). These cavities being located between 50 to 55 km from the source of the river which supplies them, many tributaries feed the river upstream of the sampled cavities. Moreover, the slope higher than 1.6%, implying an upstream torrential regime decreases at the level of Villefranche. .

The results of the ESR analyses will be displayed and discussed for these cavities. The ESR measurements repeated two to three times on each sample were unfortunately interrupted due to an electronic disturbance in the liquid nitrogen supply pipe that has avoided any additional measurements.

The complete dataset is presented on Table 5-3 and Table 5-4.

3.2.1- Faubourg cave

This cavity is of particular importance for the purpose of attempting to reconcile the external observations and the chronological constraints obtained from the intrakarstic alluvium.

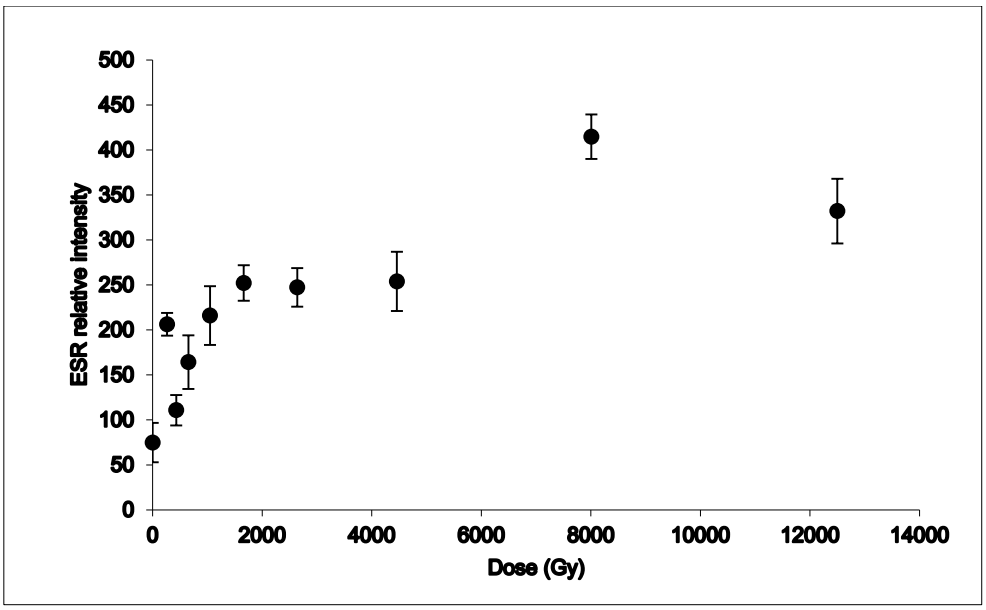


Figure 5-3: First measurement on the FG2 sample.

Only two measurements were carried out on the sample taken from the cave (Figure 5-3 and Figure 5-4). In most cases, at least one or two extreme values at both the lower and upper limits must be removed.

It is necessary to discard a large number of points (5 points) from the first measurement values to obtain a D_E of 408 ± 385 Gy, which with a Da of 4467 ± 102 Gy gives a result of 90 ± 90 ka. The correlation coefficients rarely reach satisfactory values ($r^2 > 90$), and the errors are systematically 100%.

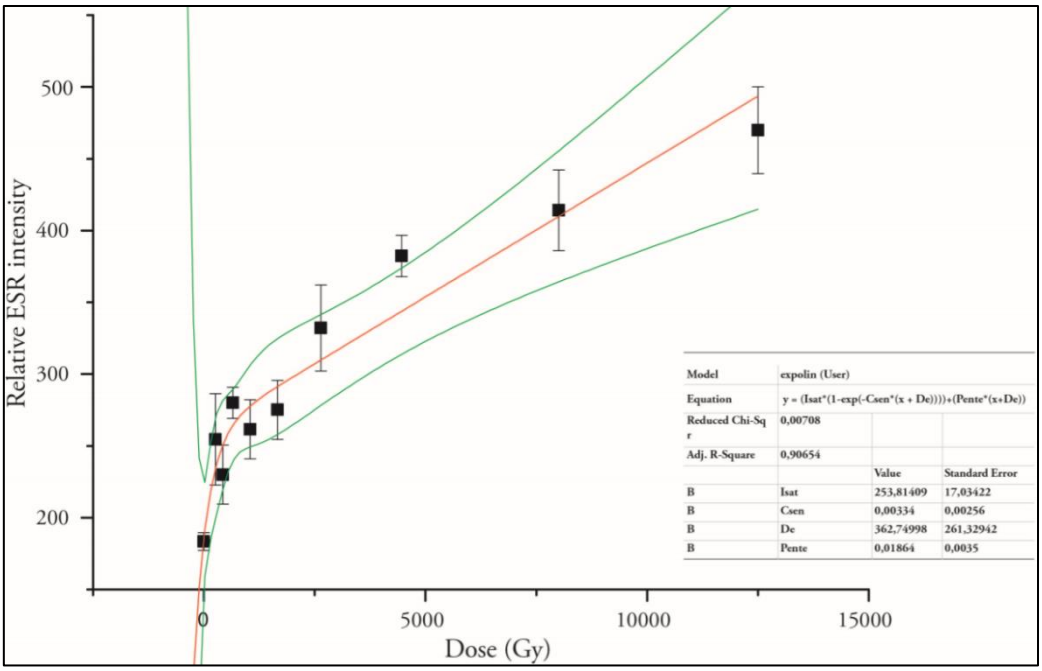


Figure 5-4: Second measurement on the FG2 sample.

Concerning the second measurement (Figure 5-4), discarding three points leads to an estimate between 450 ± 450 and 500 ± 500 ka, with highly variable D_E.

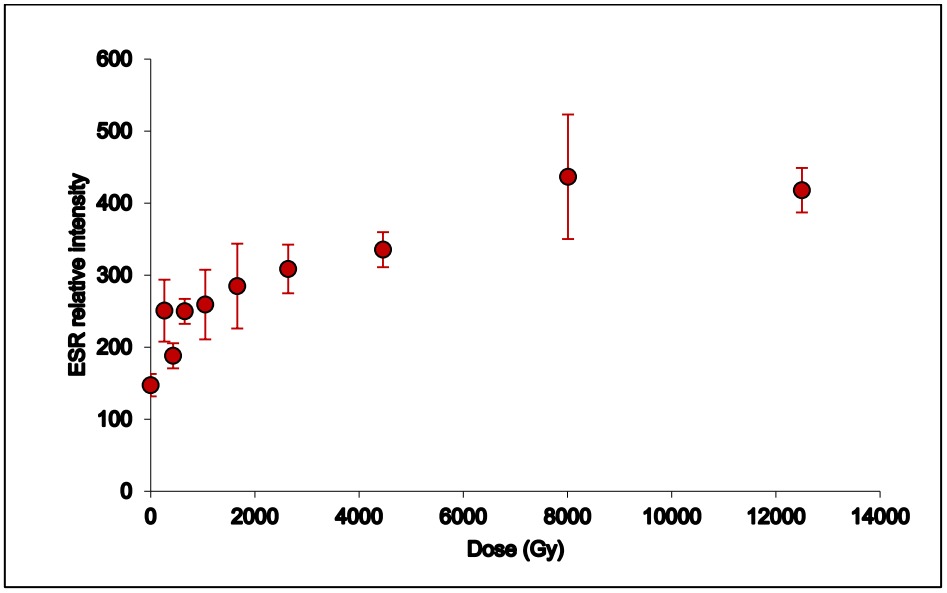


Figure 5-5: Mean of the two measurements on the FG2 sample.

Both measurements were summed (Figure 5-5). Removing three mean-points from the lowest intensity mean-points leads to an estimate of 1567 ± 1409 ka with $r^2 = 0.98$. This thus obtained burial duration does not however correspond to any individual measurements. Moreover, although these lowest intensity points are the most important to constrain the model, the results obtained from the bleached sample, the natural one and those corresponding to the two lowest intensity points are inconsistent. Therefore, the obtained result is indicative but

should not be used as a "solid" burial duration. Finally, modeling is "possible" only because each aliquot has a strong angular dependence that generates large uncertainties at each measurement point.

3.2.2- Mas-Py cave

This cave is also important in order to cross-check TCN and ESR results on the same sediment. However, the same difficulties as those described for the Faubourg cave have been encountered. At least one or two values measured at both the lower and upper limits must be removed. On the one hand, the differences in relative intensities are hardly discernible. On the other hand, the data for the lowest intensities are not intra-consistent.

In this case, the results cannot be exploited (Figure 5-6). Indeed, the measurements are unreliable as evidenced by the results obtained and their overwhelmingly large uncertainties.

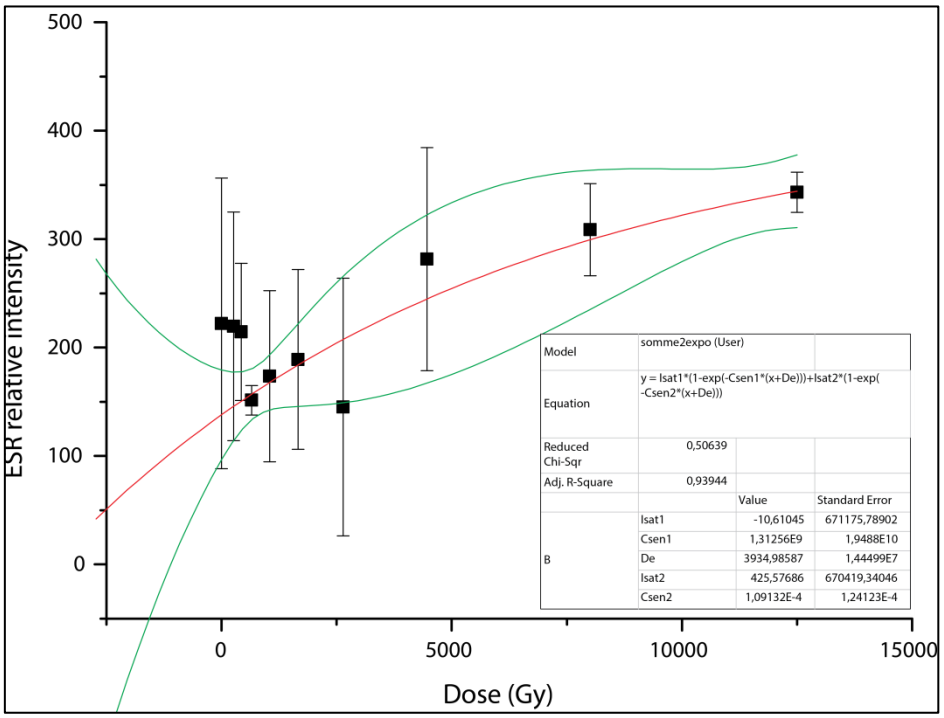


Figure 5-6: First measurement on the MP3 sample.

3.2.3- En Gorner network

This network is also important in order to cross-check TCN and ESR results on the same samples or sampling areas. Indeed, this network has been densely sampled. Given the proximity with the baseline level and the recent rehabilitation of the network during the flood phases, the methodological interest is also certain. In addition, the studied sedimentary phase is probably one of the most mobile during the flood phases.

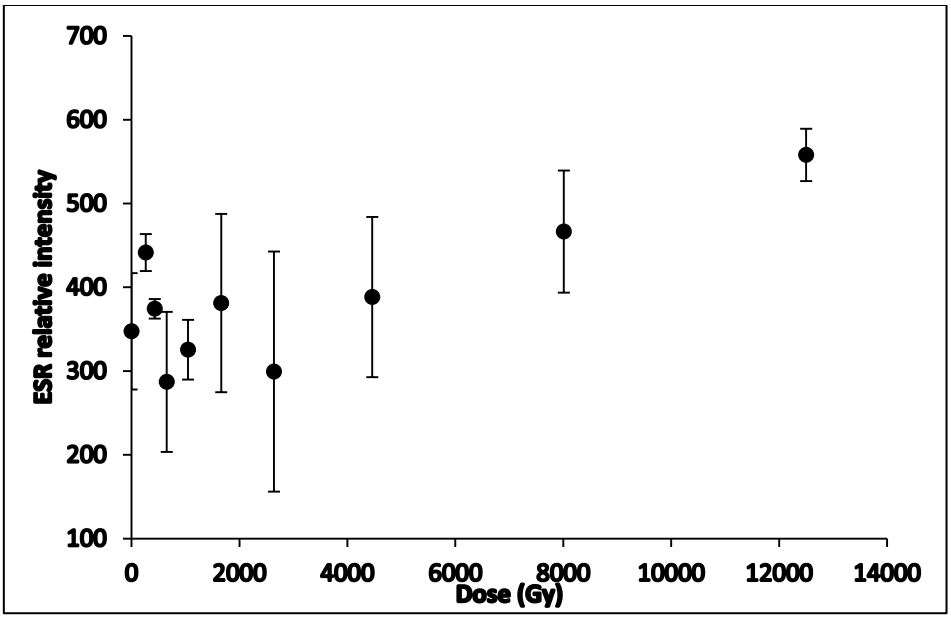


Figure 5-7: First measurement on the PDR7 sample.

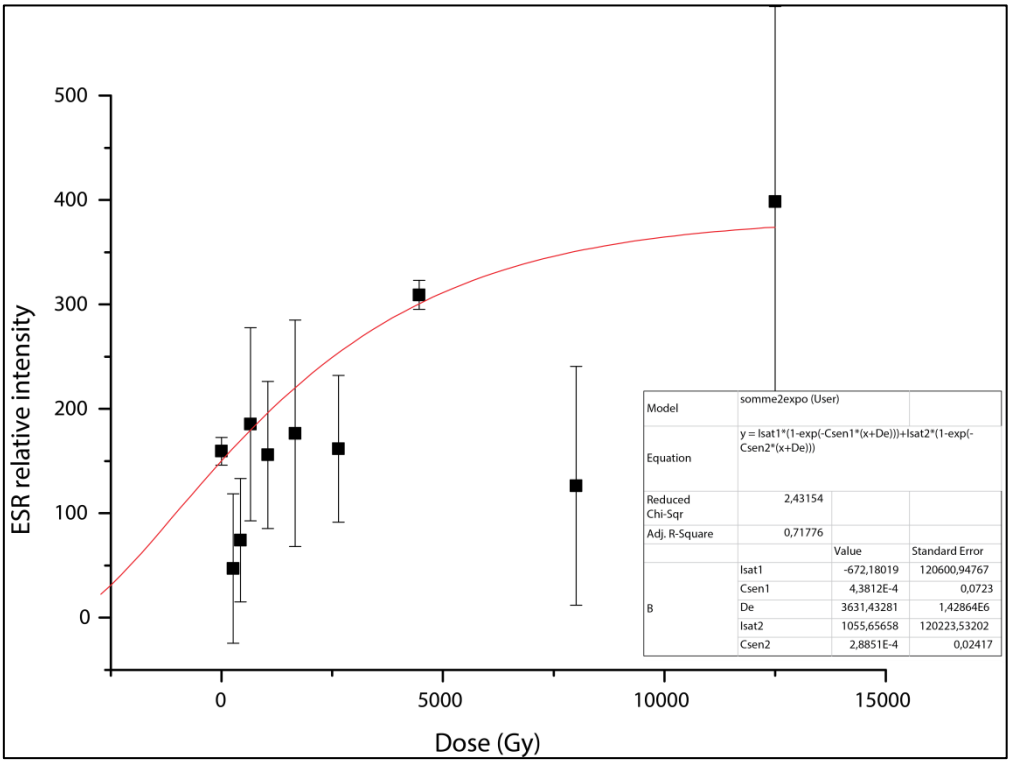


Figure 5-8: First measurement on the PDR3 sample.

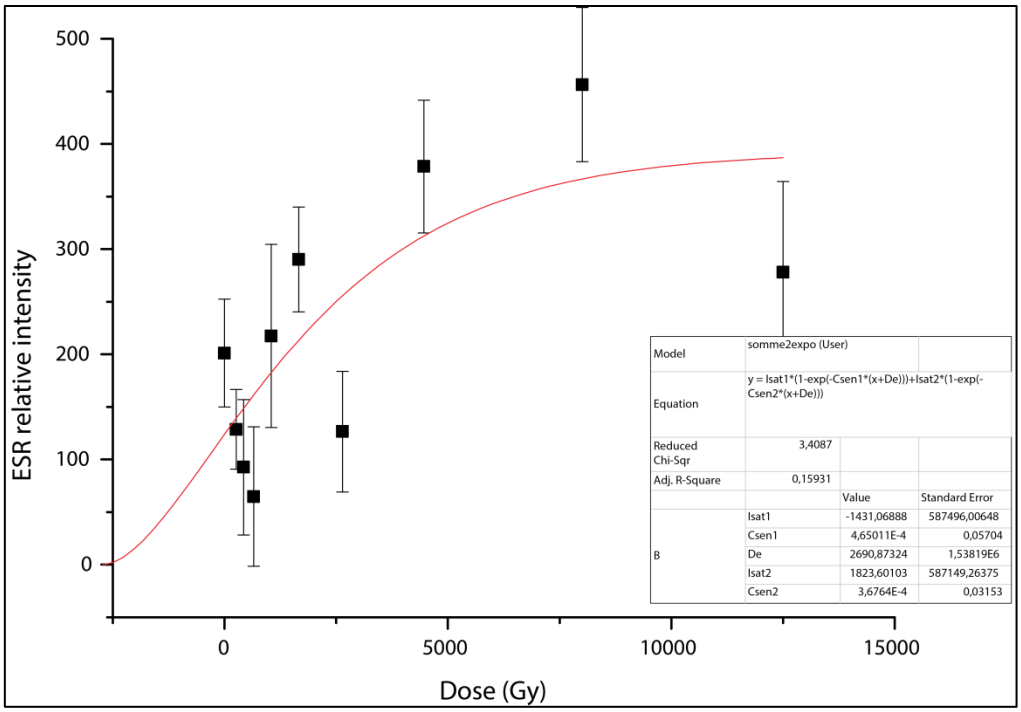


Figure 5-9: First measurement on the PDR2 sample

Unfortunately, none of the results can be exploited (Figure 5-7; Figure 5-8; Figure 5-9). The difficulties encountered previously are fully confirmed by the obtained dataset. The inconsistency is marked for the three samples, he most impressive being that linked to PDR2 which consists of "free" sands.

3.2.4- Lachambre network

Many samples were taken in this network to perform TCN dating. Two samples were taken to perform ESR dating. This network is also important in order to cross-check TCN and ESR results on the same samples or sampling areas. However, the AM6 sample did not contain enough quartz in the requested particle size fraction.

The same difficulties as those previously described are again encountered concerning the AM5 sample. The results obtained from this sample are indeed fully inconsistent (Figure 5-10).

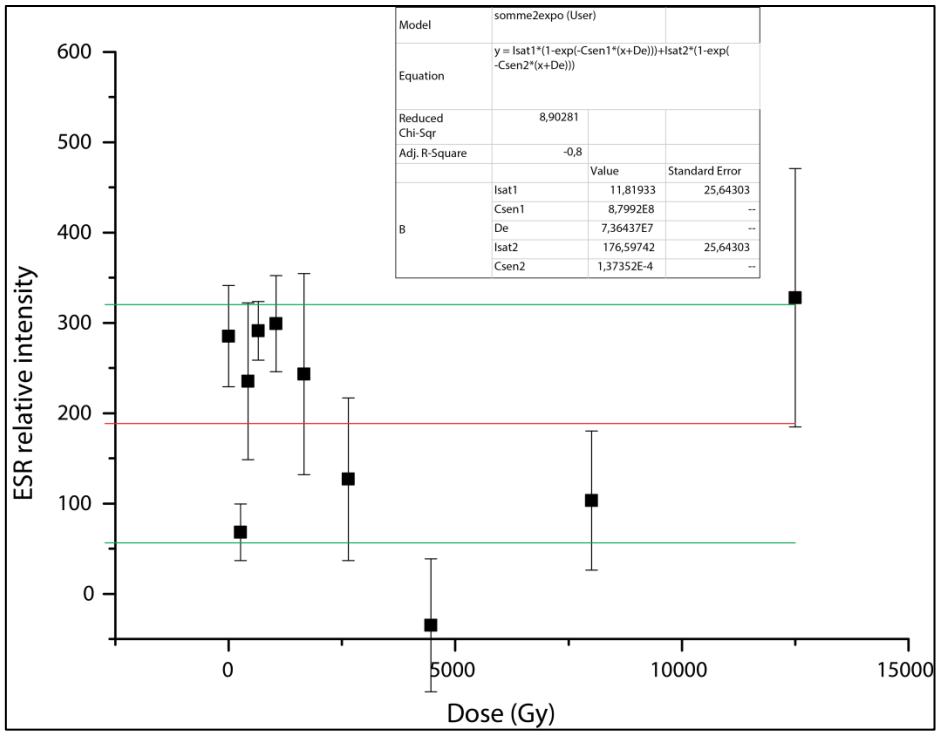


Figure 5-10: First measurement on the AM5 sample.

3.2.6- Attempts on actual riverbed sediments

Faced with these difficulties, we decided to investigate actual riverbed sands. The sands from the torrential Têt River at Thuès-entre-Valls were too coarse (> 250 μm). Similar observations were made for the sediments taken from the Cady River. However, the sands taken from the Têt River at Villefranche-de-Conflent and those from the Rotja River lent themselves to this experiment.

The first measurement performed on actual riverbed sediments taken from the Têt River near Villefranche-de-Conflent seems conclusive (Figure 5-11). The results obtained during the second measurement are nevertheless highly dispersed (Figure 5-12), although the associated large uncertainties due to an excessively marked angular dependence might suggest a first trend. Anyway, it is therefore not easy to draw any conclusions.

The results obtained from the sediments sampled in the torrential Rotja River are also highly dispersed (Figure 5-13).

Even if it is hazardous to extrapolate the obtained signals over an extended time range, a chaotic signal at the time of deposition could explain the signals restituted by the buried sediments.

Sample	Activity (dpm/g)				K (%)	% water	Cosmics (Gy/ka)							Elevation (km)	Bl%
	U	Ra	Rn	Th			Depth (cm)	Lat.	Long.	Geomag. Lat.	F	J	H		
AM5	1.040±0.088	3.063±0.171	2.800±0.030	3.299±0.047	4.096±0.027	14	1500	42.60	2.38	37.58	0.24	0.77	4.1	0.455	34
AM6	0.690±0.078	1.916±0.154	1.810±0.026	2.114±0.040	4.315±0.028	14	1500	42.76	2.09	37.69	0.24	0.77	4.1	0.699	-
FG2	1.217±0.135	2.273±0.261	1.688±0.043	3.198±0.079	3.54±0.044	5	1500	42.82	1.60	37.66	0.24	0.77	4.1	0.545	18 to 25
MP3	0.484±0.131	3.362±0.255	2.656±0.046	2.982±0.070	4.556±0.045	7	1500	42.58	2.35	37.56	0.24	0.77	4.1	0.486	32
PDR2	0.732±0.080	2.565±0.157	2.194±0.027	2.865±0.044	3.396±0.024	17	1500	42.60	2.38	37.58	0.24	0.77	4.1	0.455	29
PDR3	0.493±0.069	1.928±0.133	1.511±0.022	2.178±0.035	4.137±0.024	11	1500	42.60	2.38	37.58	0.24	0.77	4.1	0.443	25
PDR7	0.926±0.131	1.876±0.247	1.711±0.041	2.866±0.072	4.023±0.043	12	1500	42.60	2.38	37.58	0.24	0.77	4.1	0.443	44
TV1	2.215±0.084	1.746±0.160	1.838±0.026	2.384±0.041	5.110±0.030	30	0	42.59	2.36	37.58	0.24	0.77	4.1	0.456	5 to 26
RO2	0.662±0.058	0.530±0.114	0.471±0.016	0.502±0.024	4.128±0.027	28	0	42.58	2.36	37.56	0.24	0.77	4.1	0.494	39

Table 5-3: Radioelement activies of the surrounding sediment used for the external dose calculation, water content of the sediment, dataset for cosmic dose calculation and bleaching rate of the sediment.

Sample	Dγ *in situ* (µGy/a)	Cosmic dose rate (Gy/ka)	De (Gy)	Dα	Dβ	Dγ	Da (µGy/a)
AM5	1563±78	34±2	7	74±2	2909±33	1520±25	3018±41
AM6	1632±82	35±2	-	48±2	2902±32	1323±23	2986±39
FG2	1424±71	34±2	408±85	86±4	2922±59	1580±44	4466±102
MP3	1697±85	34±2	3935±2	67±3	3396±57	1627±41	3496±70
PDR2	1436±72	34±2	2690	58±2	2303±29	1216±22	2396±36
PDR3	-	34±2	3631	48±2	2888±29	1322±21	2969±35
PDR7	1616±81	34±2	-	67±3	2895±52	1456±39	4612±104
TV1	riverbed	231±12		58±2	2844±26	1378±19	3133±32
RO2	riverbed	233±12		15±1	2154±21	834±14	2402±26

Table 5-4: Value and associated error for each component of the dose rate (internal, external alpha, beta and gamma, and cosmic), total dose rate, and D_E.

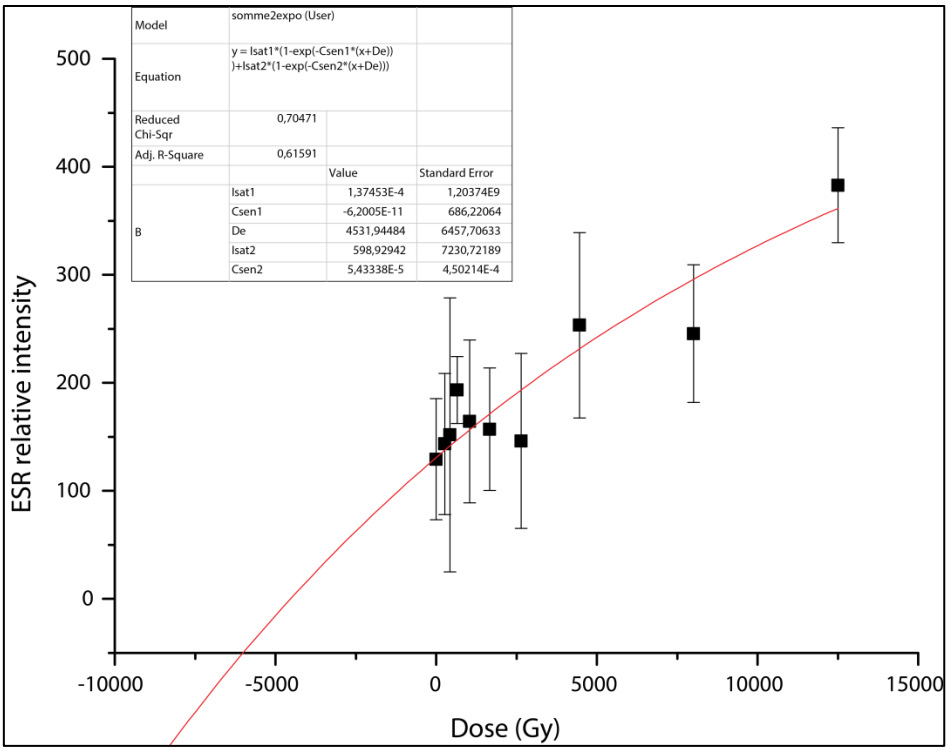


Figure 5-11: First measurement on the TV1 sample.

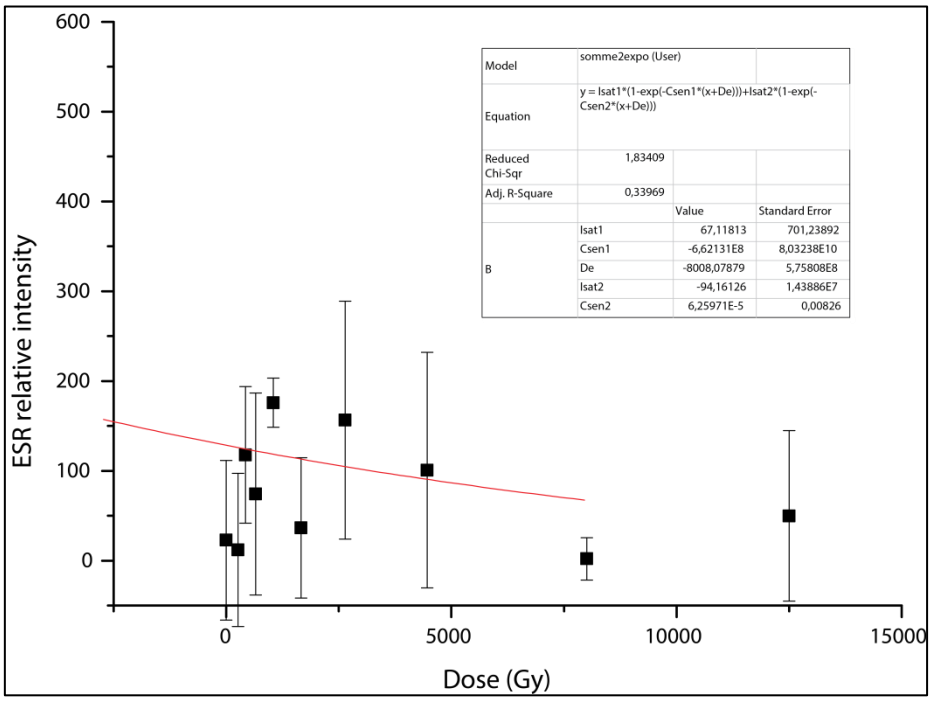


Figure 5-12: Second measurement on the TV1 sample.

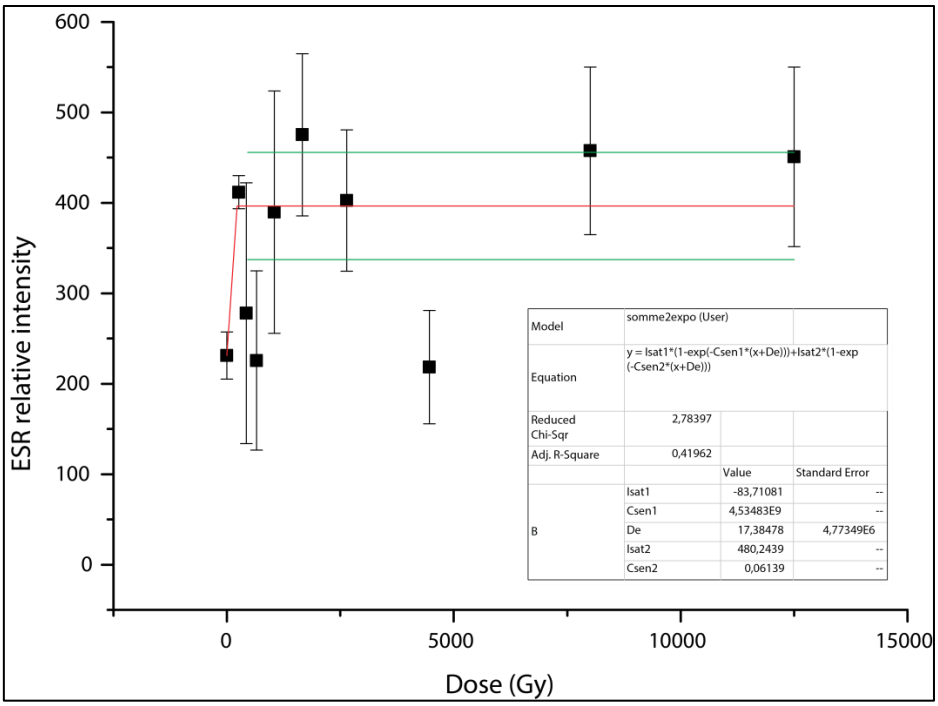


Figure 5-13: First measurement on the RO2 sample.

3.2.6- Discussion

Whatever the studied sample, it is rather complex to derive quantitative reliable results from these first measurements. But, some observations are interesting and deserve attention.

Indeed, again whatever the sample, quartz has a specific signature characterized by low relative intensities linked to ESR aluminum centers and no signal related to the titanium centers impeaching to apply a multi-center approach. Already been noticed for sediments from the Têt alluvial terraces by C. Manel as part of his M2 in the Pyrenean foothills, this property may be interesting to trace the source of the sediment. Moreover, a strong angular dependence is observed and the measurements do not appear to be reproducible. This may arise either from the samples themselves or from the measurement conditions.

It is not easy to interpret these results. Because the doses measured are often scattered and do not correspond to an "usual" signal and because they do not make a trend emerge, the obtained results are hardly interpretable. Considering these particularly representative examples, strong heterogeneities are observed for the samples having experienced low irradiation doses, some of them emitting signals weaker than the bleached sample! In order to obtain an interpretable signal, it is necessary to remove key points such as bleached value, natural value, or the two least irradiated points which are the most important constraint points for modeling. The questions therefore relate to the causes of these discrepancies common to the studied samples:

- Do we measure several quartz populations as a result of reworking?
- Do we measure only alpha quartz? Even if this is not proven in our samples, the studied silica form can also be in a form other than alpha quartz, in relation to the various origins of the grains in the region: metamorphism, hydrothermalism, etc. These other forms are poorly known in their responses to irradiation and bleaching;
- Due to the presence of more proximal sources, are some samples poorly bleached? Similarly, it is difficult to estimate, due to the context of the zone, the influence that stochastic events can have. Landslides or flood events could indeed carry unbleached materials before deposition.

Indeed, in such mountainous area, several grain populations could be present, some probably less bleached than others. All the caves investigated are between 50 and 55 km from the main sources. However, they are always close to secondary sources and/or tributaries confluences (less than 20 km). Quartz recently brought to the surface, that is to say quartz which has not yet been completely bleached, can therefore feed quartz-rich sediments already suitably bleached due to longer transport. A "pollution" similar to that probably derived from the sediments of the Escaro formation (§2) would then be observed in the case of investigations using the TCNs. The main hypothesis could thus be the influence of the transfer time. Indeed, studies on mountain areas characterized by steep slopes and relatively low transport times are few compared to those performed in plains with longer transit times. Nevertheless, it should be pointed out that similar trends have been observed in Corsica and China (Voinchet and Bahain, pers. comm.).

- Finally, the radio-sensitivity of the quartz could be questioned regarding the results obtained by Manel (2016). It may be useful to perform analysis by cathodoluminescence (CL) on these samples. This technique could reveal the quartz structures and highlight crystalline defects and/or presence of poly-mineral grains in relation with an uncomplete separation, for example, as well as different quartz populations from various origins and/or ages.

At this stage, it is highly hazardous to extend the discussed observations to the whole Pyrenean area and to the mountainous context in general. Tests have therefore been carried out in the other studied valleys and will be presented in the relevant chapters.

3.3- Essais de datations sur la grotte de Roquefumade

La grotte de Roquefumade est la cavité la plus perchée du système karstique du Conflent. Elle surplombe la Têt de 835 mètres environ (altitude 1358 m RGF). Cette cavité de 120 mètres de développement est assez distante du reste du système et surplombe un affluent de la Têt. Elle a par ailleurs une direction de développement NE-SW assez similaire au reste de l'étagement. Des morphologies caractéristiques de circulations en régime épinoyé y sont visibles et permettent de considérer que cette cavité fait partie de l'étagement étudié. En outre, les conduits de la grotte de Roquefumade recèlent des sédiments intrakarstiques pouvant être des alluvions d'une paléo-Têt ou d'un de ses paléo-affluent comme en atteste le thalweg que semble surplomber la cavité.

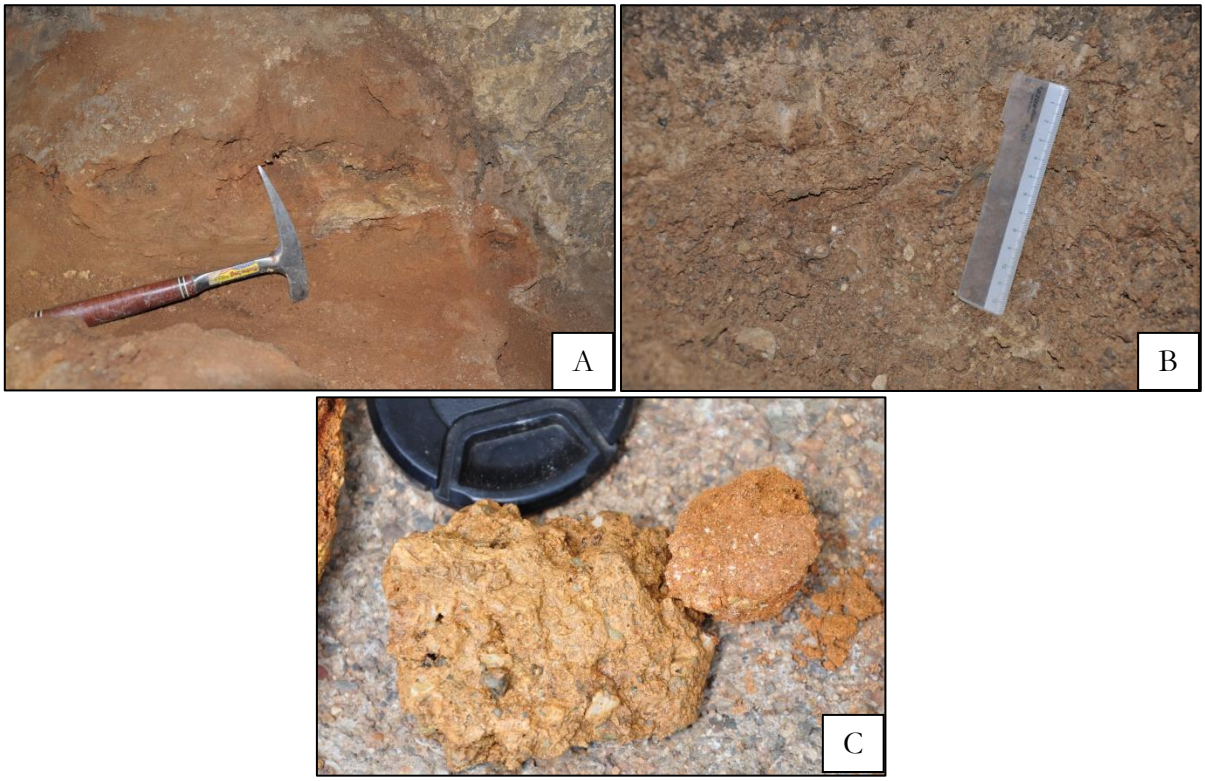


Figure 5-14 : A – Matériel alluvial silteux et rubéfiés prélevé par G. Hez et M. Calvet le 4 mai 2013 (photo Calvet). B – Matériel silto-sableux rubéfiés, à forte teneur en argiles (photo Calvet). C – Détail de l'échantillon RFUM 13-03, silto-sableux comportant quelques clastes centimétriques de quartzites ou de schistes, avec une forte proportion en argiles (photo Calvet).

L'échantillonnage de cette cavité a réalisé préalablement à ces travaux. Les trois échantillons alors prélevés étaient silto-sableux, fortement rubéfiés, et contenaient une forte proportion d'argiles brunes à rougeâtres (Figure 5-14). De petits clastes centimétriques, aussi bien des quartzites que des schistes, étaient également présents. Il est à noter que deux de ces échantillons avaient été prétraités artisanalement à l'acide chlorhydrique pour tenter de se

débarrasser de la forte proportion de carbonates. Ce prétraitement, nécessairement effectué à l'air libre, a pu engendrer des contaminations.

Deux des échantillons, RFUM 13-01 et RFUM 13-02, étaient à la fois de granulométries trop fines et ne contenaient pas suffisamment de matériel quartzeux pour être traités chimiquement. Seul l'échantillon RFUM 13-03 a permis, après purification et décontamination, d'obtenir 6 g de quartz environ à partir des 2 kg de matière initiaux. Malheureusement, il contenait également une forte proportion de muscovites difficile à éliminer étant donné la granulométrie silteuse, et donnant lieu à des quantités totales en aluminium très conséquentes (près de 10^{20} atomes de ^{27}Al en solution après prélèvement de l'aliquote). Le rapport $^{10}Be/^{9}Be$ était de $2{,}60937.10^{-14}$, mais la détermination de la concentration en ^{9}Be était approximative en raison d'une erreur de manipulation lors de l'opération d'ajout de l'entraîneur. Il était néanmoins possible d'estimer une concentration en ^{10}Be approximative de $(8{,}76 \pm 0{,}56).10^{4}$ at/g, en considérant que l'erreur liée à la pesée du *spike* est comprise dans l'incertitude de la mesure.

Les mesures des trois isotopes du néon (^{20}Ne, ^{21}Ne et ^{22}Ne) ont pu être effectuées sur le gramme de quartz subsistant, sur un échantillon puis sur un réplicat. Elles révèlent une composante crustale pour cet échantillon ainsi qu'une non-reproductibilité significative entre l'échantillon mesuré et son réplicat (incertitudes comprises !), suggérant la probable présence d'inclusions fluides. Au regard de ces résultats, nous avons donc jugé préférable de ne pas faire apparaître les résultats de ces mesures dans l'article ci-dessus.

3.4- Une influence de néon hérité ? Le tunnel de Nyer

Afin de vérifier si du néon nucléogénique était présent dans les échantillons considérés, nous avons tenté de prélever du matériel cristallin préservé du rayonnement cosmique avec également pour objectif initial d'y pratiquer de la thermochronologie (U-Th)/Ne.



Figure 5-15 : Situation du tunnel de Nyer, site référencé sous la dénomination ASAR016, et ayant pour coordonnées 42°31'13"1 N et 2°17'10"7 E, pour une altitude de 964 ± 3 mètres.

Pour ce faire, des échantillons ont été prélevés dans les contreforts du massif du Canigou, à l'aplomb d'un ancien tunnel situé sur la commune de Nyer, au sein de la réserve naturelle de Mantet (Figure 16A). Ce tunnel se décompose en deux tronçons parallèles à la paroi rocheuse. Ils ont été creusés dans des granites massifs assez clairs, faisant partie de l'ensemble du dôme du Canigou, à flanc d'une paroi creusée par le Còrrec dels Orriets, petit affluent en rive droite de la Têt. Ces leucogranites dont les teintes varient notamment selon leur richesse en feldspathoïdes et en micas ont été prélevés à trois endroits différents dans le tunnel (Figure 16B, C), qui est d'environ 100 mètres de longueur. Il est à noter que les gneiss ne sont malheureusement pas présents dans ces cavités anthropiques, réduisant la possibilité de savoir si les galets de gneiss ou les quartzites en dérivant peuvent potentiellement être porteurs d'une fraction nucléogénique.



Figure 16 : A – Vue du site du tunnel de Nyer, surplombé par une vingtaine de mètres de roches cristallines sus-jacentes. La flèche représente la première entrée du tunnel. En revanche, l'écrantage latéral, bien que l'angle et l'exposition soit favorable à une faible réception du rayonnement cosmique, est sujet à caution car moins d'un mètre de matériau est présent. Par ailleurs l'épaisseur de roches sus-jacentes n'a pas pu être déterminée. B – Photographie du prélèvement ASAR016_002, de nature granitique. C – Photographie du prélèvement ASAR016_003, de nature granitique.

Les trois échantillons prélevés correspondent à un type de granite distinct. Chaque échantillon a été traité pour une mesure des concentrations en ^{10}Be, ^{26}Al et ^{21}Ne. Les mesures sur ASTER conduisent à des concentrations en ^{10}Be supérieures au blanc dans les quartz isolés (Tableau 5-5), et ce dans les trois cas de figure. Celles en ^{26}Al sont comparables au blanc

chimique. Au regard de la configuration du site, on peut donc supputer que l'écrantage est insuffisant, qu'il soit sus-jacent ou bien latéral.

Par ailleurs, la concentration en ^{21}Ne de ASAR016_001 déterminée sur le spectromètre Helix MC+, de sensibilité largement supérieure au SFT cosmo du CRPG, est donnée dans le Tableau 5-5. Elle est du même ordre de grandeur que l'incertitude sur les concentrations mesurées sur l'Helix SFT, et au moins un ordre de grandeur en-deçà des concentrations déterminées. Par ailleurs, ce point de mesure s'aligne sur la droite de spallation, indiquant que le ^{21}Ne mesuré est d'origine cosmogénique (et non nucléogénique), ce qui corrobore le fait que le site soit insuffisamment écranté.

Échantillon	Masse traitée (g)	^{10}Be (at/g)	1s ^{10}Be (at/g)	^{26}Al (at/g)	^{21}Ne (at/g)	1s (at/g)
ASAR016_001	16,086	4231	564	Blanc	9,03E+06	9,03E+05
ASAR016_002	5,5531	10479	1784	Blanc	-	-
ASAR016_003	4,034	18655	3822	Blanc	-	-

Tableau 5-5 : Récapitulatif des concentrations mesurées en nucléides cosmogéniques sur les trois échantillons de socle prélevés au niveau du tunnel de Nyer.

Cependant, ces mesures sont suffisantes pour démontrer qu'en ce point du bassin versant de la Têt, les quartz des massifs sources ne recèlent pas de ^{21}Ne nucléogénique, crédibilisant largement les mesures réalisées sur les quartz des alluvions fluviatiles intrakarstiques.

Références (hors partie 2)

Calvet, M. **1994**. Morphogènese d'une montagne méditerranéenne : les Pyrénées Orientales. Thèse d'état, Paris. p. 1178 pp.

Calvet, M., Gunnell, Y., Braucher, R., Hez, G., Bourlès, D. L., Guillou, V., Delmas, M., ASTER Team. **2015**. Cave levels as proxies for measuring post-orogenic uplift: Evidence from cosmogenic dating of alluvium-filled caves in the French Pyrenees. *Geomorphology*, 246, 617–633.

Collina-Girard, J. **1976**. Les industries archaïques sur galets des terrasses quaternaires de la Têt et du Tech (Catalogne française). Thèse de 3ème cycle, Géol. Méditer : s.n.

Debals, B. **1998**. Etude sédimentologique des formations des bassins des fleuves côtiers du Roussillon (France) : vallées de la Têt et du Tech. Thèse de doctorat, Université de Perpignan. 288 pp.

Depéret, C. **1885**. Description géologique du bassin du Roussillon. Thèse, Paris.

Giresse, P., & Martzluff, M. **2015**. AMS radiocarbon dating of carbonate cements in late Pleistocene alluvialconglomerates, Verdouble River. Palaeoenvironmental implications concerningthe Palaeolithic site of Tautavel (Pyrénées-Orientales). *Géomorphologie, relief, processus, environnement.* 21(2), 115-130.

Giret, A. **1995**. Etude des déformations quaternaires de la Têt par l'analyse morphométrique. *Quaternaire.* 6(3), 121-137.

Hez, G. 2012 Approche géomorphologique. Observations et cartographie de la grotte du Faubourg dans les Pyrénées-Orientales. Mémoire de M1, Université Savoie Mont-Blanc, 72 pp.

Laaraich, E.M. **1996**. Les formations superficielles de la moyenne vallée de l'Agly et son bassin versant (Maury et le Verdouble). Thèse de doctorat du muséum d'Histoire naturelle, Paris.

Lumley H. de. **1969**. Les industries paléolithiques de la vallée de la Têt. s.l. : VIIIème congrès INQUA - livret guide d'excursion, 79-84.

Manel, C. **2016**. Synthèse cartographique et datations croisées (ESR et nucléides cosmogéniques) des terrasses fluviatiles de la Têt. Mémoire de M2, Université de Perpignan, 85 pp.

Monaco, A. **1971**. Contribution à l'étude géologique et sédimentologique du plateau continental du Roussillon (Golfe du Lion). Thèse de doctorat, Université Montpellier 2.

Chapitre Six

Évolution présumée du processus d'incision concernant les vallées de l'Ariège et de l'Hers, du Miocène ancien à l'actuel



Bison peint de la Grande Galerie de Bédeilhac – période magdalénienne soit 14 ka environ (photo P. Sorriaux).

« La foi soulève des montagnes mais les laisse joyeusement retomber sur la tête de ceux qui ne l'ont pas»
B. Vian

Contenu du chapitre 6

1 – L'Ariège 309

2 – Influence of glaciations cycles on the study of the evolution of the Ariège valley using cosmogenic burial dating on cave sediments 310

2.1- Abstract 310

2.2- Introduction 311

2.3- Geological and geodynamical contexts 312

2.4- Karst features and caves systems 316

2.5- Methods 322

2.6- Results 330

2.7- Discussion 334

2.8- Conclusion 342

3 – Discussions autour de données absentes de l'article 342

3.1 – Données acquises dans le cadre du M2 d'Audry Bourdet (2013-2014) 342

3.2 – La vallée de l'Hers et la montagne de la Frau 346

3.3 – Attempts of ESR burial dating on intrakarstic alluvium of the Calamès massif 353

Références (hors partie 2) 360

1 – L'Ariège

Il convient de rappeler que les données ont été acquises durant le stage de M2 d'Audry Bourdet (2014) effectué dans le cadre du contrat RGF-BRGM, et impliquant des collaborations avec le Spéléo-Club du Haut-Sabarthez et le Spéléo-Club de l'Arize.

L'Ariège prend sa source au Lac Noir, à 2400 m d'altitude, dans le cirque de Font-Nègre. Dans son cours supérieur, elle traverse d'abord le massif cristallin de l'Hospitalet vers le nord-est avant la confluence avec l'Oriège et la Lauze, puis coule vers le nord-ouest en fond d'auge glaciaire jusqu'à Tarascon-sur-Ariège au travers des massifs de Tabe et du Montcalm. Elle reçoit les eaux de fonte de plusieurs affluents de sa rive gauche irriguant les massifs cristallins tels que le Najar (confluence Savignac), l'Aston (confluence les Cabannes), le Vicdessos (confluence Tarascon, massif des Trois-Seigneurs), ou encore le Saurat (confluence Tarascon, massifs de l'Arize et des Trois-Seigneurs). Après sa confluence avec l'Aston, elle traverse la faille nord-pyrénéenne qu'elle longeait quasiment auparavant, pour inciser des terrains calcaires crétacés de la Zone nord-pyrénéenne fortement déformés et faillés. Passé Tarascon, l'Ariège coule vers le nord et incise ses alluvions ainsi que les chaînons calcaires pré-pyrénéens du Plantaurel avant de rejoindre la Garonne au sud de Toulouse.

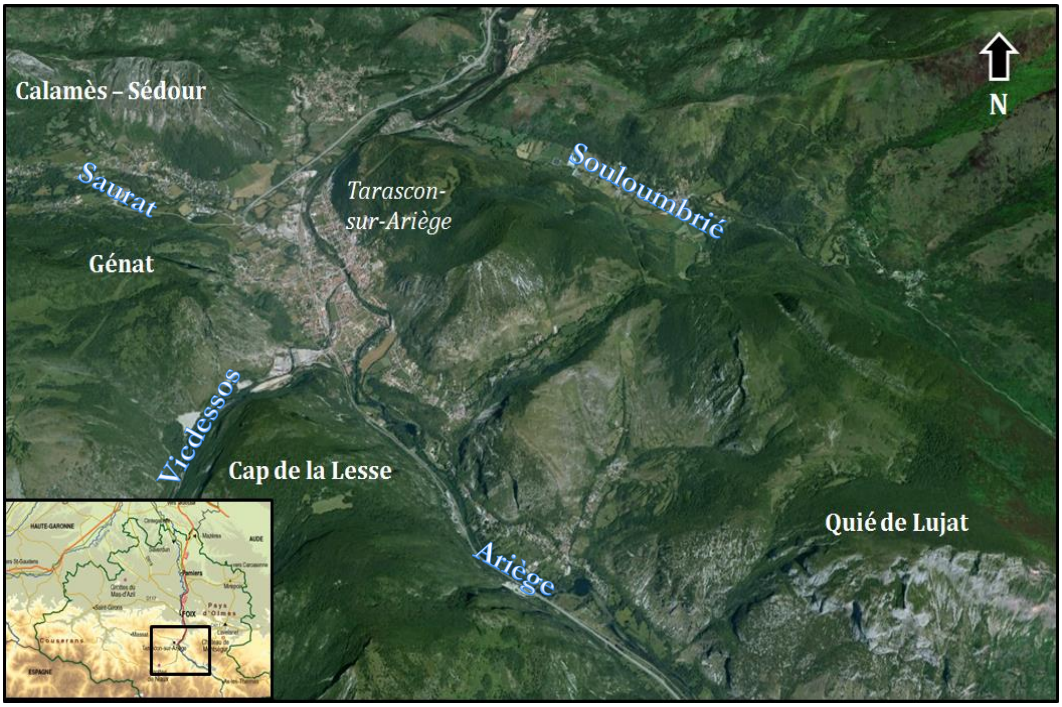


Figure 6.1 : Vue satellite Google Earth des alentours de Tarascon-sur-Ariège, avec une exagération verticale x 1,5. Tarascon est entourée par des hauts massifs calcaires du Jurassique et du Crétacé, incisés par l'Ariège et ses affluents, cours d'eau qui ont façonnés les réseaux karstiques étudiés.

Nous investiguons au cours de ce travail plusieurs massifs des pourtours de Tarascon-sur-Ariège, trois d'entre eux (Cap de la Lesse, Sédour, Calamès) étant particulièrement karstifiés (Figure 6.1). Les massifs comportent neuf à dix niveaux étagés sur près de 900 mètres de dénivelée dont ceux situés à 550 et 780 mètres sont notablement développés.

2 – Influence of glaciations cycles on the study of the evolution of the Ariège valley using cosmogenic burial dating on cave sediments

Field data (photographs, locations, cave maps) are available in appendix 6.

We would especially like to thank the Speleological Committee of Ariège (CDS09) and in particular the Spéléo Club of the Arize (SCA), Luc Wahl and the Spéléo Club of Haut-Sabarthez (SCHS), for sharing their invaluable knowledge of the area and their topographic dataset, and accompanied us several times for sampling. We also thank Max Nicol for his knowledge of the Mirouge cave. This work could not have been possible without the DRAC Midi-Pyrénées, which gave to P. Sorriaux and his team the authorization to make observations and to sample the Niaux cave within the framework of the "sampling of pre-Würmian deposits for TCN and U/Th dating". It could not have been possible too withouat Mr. Bodin, who allowed us to make visits and take samples in the Lombrives cave. Thanks also to René Gailli, the curator of the Bédeilhac cave, and Marina Laborde, to let us walk and sample at leisure.

2.1- Abstract

Although the knowledge of the Pyrenees orogenic phases and Quaternary evolution is progressing, their Miocene and Pliocene evolution is poorly constrained. To try to remedy this situation, we became interested in the central Pyrenees, and more particularly in the valley of Ariège, of which the terrace systems as well as the glacial extends have been well studied. However, only few relics of terraces remain on the edge of piedmont. To overcome this limitation and to enlarge the time span of the dataset obtained from the terraces, we relied on studies of alluvium-filled horizontal epiphreatic passages that developed in the area in Mesozoic limestone karstic networks. Such landforms indeed record the transient position of former local base levels during the process of valley deepening as fluvial terraces do. The alluvium fills of the studied caves in the Tarascon-sur-Ariège area therefore constitute reference sites supposedly allowing reconstructing the geodynamic evolution of the Ariège valley. Samples taken from

epiphreatic levels dated using terrestrial cosmogenic nuclides lead from the Serravallian to Miocene incision rates of the order of 56 m/Ma. However, the obtained record does not allow to accurately retracing the Pliocene evolution of the area due to the lack of caves at the supposed corresponding levels. Moreover, local base level rises during the glacial phases not only generate complexities but also question the methodological approach considering potential internal sediment remobilization related to the implied re-flooding periods.

2.2- Introduction

Landscape evolutions result from interactions between internal and external forcing. In the case of the Pyrenees, most of the recently published studies attempt to understand their evolution during the last glaciation phases (e.g. Stange et al., 2013; Delmas et al., 2015; Crest et al., 2017), few studies being dedicated to wider timescales (e.g. Babault et al., 2005, Calvet and Gunnell, 2008; Gunnell et al., 2009; Calvet et al., 2015; Monod et al., 2016). The Neogene evolution therefore remains debated due to the lack of quantitative constraints. In order to remedy these shortcomings, recent work has focused on the evolution of incision rates through the dating of alluvial terraces (e.g. Stange et al., 2012, 2013, 2014; Delmas et al., 2015; Nivière et al, 2016) and the study of Lannemezan megastructure (Mouchené et al., 2017). However, the combination of the low preservation of the alluvial terraces and methodological limitations do not allow obtaining constraints beyond the Pliocene. The study of valley openings in these alluvial plains may therefore be of interest, particularly if they have been dug in limestone massifs. Indeed, the recording of the incision steps can then have taken place *via* the horizontal karstic systems, some so-called epiphreatic levels being established in direct relation with the former base levels. Due to the variations of these former base levels, the systems are staggered and the alluvial deposits trapped in them make it possible to trace the history of the deepening of the valley by determining their burial duration. However, the evolution of the valleys could be complex. In particular, the Pyrenees have undergone phases of intense glaciations that have marked the landscape and may have impacted the incision records.

Numerous studies dedicated to the Niaux cave and its surroundings make the Tarascon-sur-Ariège area relatively well known. At the surface, the spatial and chronological footprints of 6 Würmian and ante-Würmian glaciation stages could be constrained *via* the use of *in situ*-produced ^{10}Be dating on glacial margin deposits (Delmas, 2009). The stratigraphy and the sedimentology of the Niaux cave fills were studied and the U-Th dating of several stalagmite floors not only provide a chronological framework for the last 350 ka but also brought the first evidence at the Pyrenees scale of multiple glaciation cycles in the valleys of the orogen (Sorriaux, 1981, 1982,

Bakalowicz et al., 1984). Nevertheless, these were indirect dating on interglacial stalagmite floors. No study was conducted in this region to establish links between the sedimentary archives trapped on the slopes of the Ariège catchment and the intrakarstic deposits. The aim of this study is to try to date the phases of injection of alluvial deposits in the networks, to estimate the minimum age for formation of large phreatic galleries in relation to the altitude of the floor of the neighboring valleys (Sorriaux, 2016).

To reach these goals, seven epiphreatic levels in the Ariège river catchment, which is an eastern – central valley of the Pyrenees, were explored. Twenty one horizontal caves were surveyed, and alluvial deposits in eleven of them were collected to measure their cosmogenic nuclide concentrations (^{10}Be, ^{26}Al and/or ^{21}Ne) that provide constraints on seven levels. Regarding the methodologies, the limitations of the method and the importance of the choice of the objects to be dated are discussed. In particular, the significant influence of re-flooding episodes in a cavity resulting in only partial evacuation of the previous sediments is investigated. We show how karstic landforms have recorded the history of the Ariège valley incision, and why the data acquired in this region do not allow concluding as to a simple mechanism of topographic uplift to explain the excavation of the valley during the late Neogene. Finally, the obtained paleo-denudation rates are discussed.

2.3- Geological and geodynamical contexts

2.3.1- Lithological and structural contexts of the central-eastern Pyrenees

The Pyrenees are a mountain range of the southwestern Europe. The chain was formed along the boundary between the Iberia and European plates and result from the Late Cretaceous–Cenozoic inversion of a Cretaceous transcurrent hyper-extended rift created during the opening of Bay of Biscay. This mountain range is forming a 400 km-long geographical barrier of N110°-orientation. The structures continue along the south shore of the Bay of Biscay to the Asturias on the West, which extends this chain of 600 km.

The Axial Zone of the Pyrenees comprised very varied terrains of Precambrian and Paleozoic ages folded during the Hercynian orogeny during the Carboniferous (355-295 Ma).

The Ariège takes its source at the Lac Noir, at 2400 m of altitude, in the Font-Nègre cirque. In its upper course, it crosses first the crystalline massif of the Hospitalet towards the northeast before the confluence with the Oriège and Lauze rivers. It then flows northwest through the massifs of Tabe and Montcalm in the bottom of a glacial trough until Tarascon-sur-Ariège (Figure 6.2). It receives the waters of several left bank tributaries such as the Najar

(confluence at Savignac), the Aston (confluence at Les Cabannes), the Vicdessos (confluence at Tarascon), or the Saurat (confluence at Tarascon), irrigating crystalline massifs. After its confluence with the Aston, it crosses the North-Pyrenean fault to incise the strongly deformed and faulted cretaceous limestone of the North-Pyrenean Zone. After Tarascon, the Ariège flows towards the north where it incises well-dated alluvium (Delmas et al., 2015) as well as the pre-Pyrenean calcareous Plantaurel massif. The Hers-Vif joins it at Cintegabelle. Then, the Ariège throws itself in the Garonne at Portet-sur-Garonne (south of Toulouse), which is connected to the Atlantic Ocean.

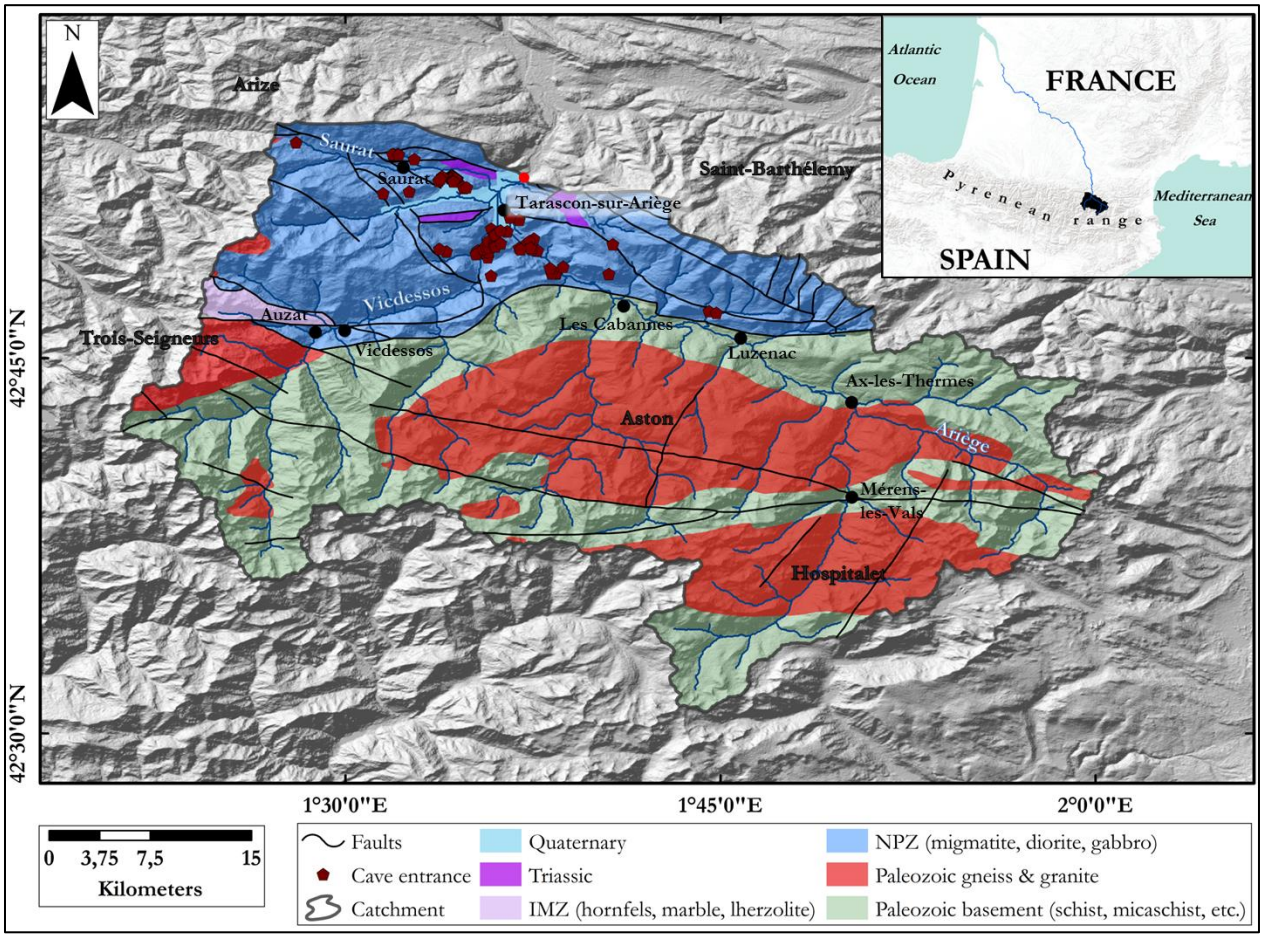


Figure 6.2: Lithostructural features of the Ariège catchment (according to IGME – BRGM data) considering the commune of Mercus-Garrabet as an outlet. Alluvial sediments trapped into karstic networks come from Paleozoic crystalline massifs (gneiss, granites) and metasediments before joining the limestones of the North-Pyrenean zone (NPZ) and then from the internal metamorphic zone (IMZ) varied lithologies. The area is tectonically complex. The cretaceous limestone cliffs of the NPZ are dotted with caves that served as shelters during prehistory and during the religious wars. The watershed also includes glacial deposits at high altitudes.

The lithostructural framework is quite complex. First of all, the massifs are strongly folded and faulted (Figure 6.2). The quartz-crystalline zones are part of the Axial Zone and are

orthogneiss massifs (Aston, Hospitalet, Trois Seigneurs) sometimes intruded by granite plutons or granitoid. The rest of the Axial Zone is composed of undifferentiated Paleozoic terrains. The North Pyrenean Zone of the Ariège area consists of Paleozoic basement that lies on stratigraphic or tectonic contact with Jurassic and Cretaceous basins which were heated during rifting episode, the sediments exhibiting high-temperature metamorphism and ductile structural fabrics. The Tarascon basin is a syncline characterized by a Paleozoic basement on which rests a highly folded Mesozoic sedimentary cover. Mesozoic terrains (dolomites, limestones and marls) are enclosed between three Paleozoic North-Pyrenean massifs (Saint-Barthélémy, Trois Seigneurs and Arize) composed of metamorphic rocks, Paleozoic schistose series and intrusive granites. Finally, the basin is separated from the Axial Zone by the North-Pyrenean Fault. In the southern part of the basin, the valleys excavated in the compact Aptian limestones are narrower. The highlights are the synclines of Quié de Lujat on the right bank and Cap de la Lesse on the left bank. In the northern part, the relief consists of a series of anticlines at lower altitudes (400 meters lower in altitude), among which the massifs of Sédour and Calamès on the left bank of the Ariège. The faults present in the study area do not exhibit Neogene activity (Lacan & Ortuño, 2012).

Massif	Cave	Cave ID	Latitude (°)	Longitude (°)	Elevation (m)	Relative elevation (m)	Development (m)
Cap de la Lesse	Sainte-Eulalie	ASAR115	42.809997	1.636363	570	20	62
	Lombrives network	ASAR110	42.823389	1.616056	605	114	7000
	Tunnel Lombrives	ASAR111	42.823547	1.615785	610	119	19
	Niaux network	ABOU101	42.819667	1.593750	672	142	4000
Sédour - Calamès	Bédeilhac Quarry	ASAR119	42.872949	1.560063	680	209	5
	Enchantées	ASAR118	42.869721	1.563998	700	229	307
	Esplourgues	ASAR122	42.868193	1.562145	705	234	45
	Bédeilhac	ASAR117	42.871762	1.570543	710	239	988
	Bouicheta	ABOU103	42.870497	1.569947	780	315	178
	Moutons	ABOU104	42.86925	1.57210	850	385	30
Clot la Carbonnière	Monique	ASAR113	42.828093	1.622763	650	130	110
	Midi	ASAR114	42.829686	1.625618	705	185	170
Quié de Lujat	Souloumbrié	ASAR116	42.825914	1.678243	910	390	270
	Mirouge	ABOU102	42.80611	1.67556	1096	576	~10
Siech	Siech	ASAR112	42.882620	1.545914	676	70	1220
Roc de Trabinet	Herbo-Blanco	ASAR120	42.859829	1.525118	1115	425	65

Table 6.1: Locations of visited cavities and altitude relative to the Ariège and its tributaries (Vicdessos and Saurat). We have also indicated the current development of the cavities.

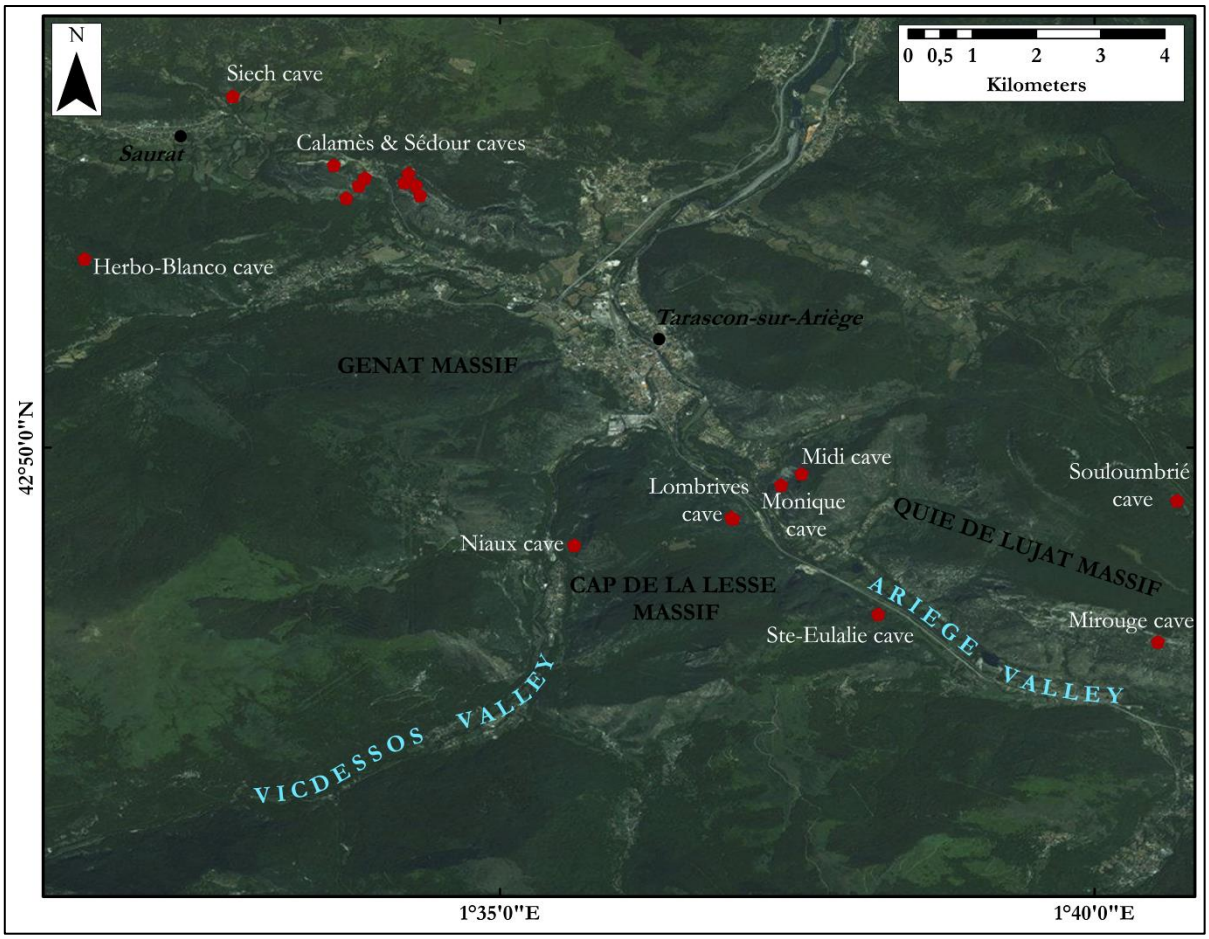


Figure 6.3: Map of the Ariège valley near Tarascon-sur-Ariège showing the karstic network spatial distribution and patterns within the massifs. Epiphreatic levels are clearly identifiable at the Quié de Lujat (right bank), Cap de la Lesse, Calamès and Sédour (left bank) massifs and have been investigated. Their development is due to the Ariège and its tributaries, the Vicdessos and the Saurat. The perched levels have probably been trimmed due to the removal of the flanks of the massif over time.

2.3.2- Quaternary history of the Ariège catchment

Astronomically-driven climate fluctuations trigger during the glacial periods the development of the Ariège glacier which participates to the incision of the valley. The quaternary dynamic evolution of the basin may thus be reconstructed from the derived glacial landforms (trough valley, moraines, erratic blocks, etc.) as well as from the alluvial terraces formed through the erosion of the river bed (e.g., Delmas et al., 2012). Precipitations collected on the several massifs whose summits are high enough to present accumulation zones located above the paleo-equilibrium line (between 1600 and 1700 m-high) generated flows of ice that elapsed from valleys upstream of the Tarascon basin, joined the Ariège axis and finally formed a glacial tongue from 60- 80 km-long that reached the Foix basin (Delmas, 2009). The composite glacier of the Ariège

basin was therefore one of the largest glaciers on the northern slope of the Pyrenees during the Pleistocene. At the maximum of the Würmian cold period, the Ariège glacier reached an altitude of about 1300 m at the confluence between the Ariège and Aston glaciers and downstream, a thickness equivalent to 800 m of ice. Only the highest limestone massifs, including that of Quié de Lujat, then emerged. Moreover, the ice diffused on all sides towards the neighboring valleys. In the Vicdessos valley, nevertheless, the ice thickness only reached an altitude of 1000 m in the valley of Génat and did not exceed 500 m in the Niaux glacial basin. To the north of the basin, the ice thickness reached over 400 m, which implies that the glacier front must have been much further downstream and may have reached the Foix-Montgaillard basin (Delmas, 2009). Finally, four Würmian deglaciation stages of were highlighted. The Garrabet stage corresponding to the first stage of deglaciation after the Würmian maximum is characterized by the upstream withdrawal of the ice lobes over a distance of about 7 km. The ice thickness upstream the Ariège valley remained nevertheless significant. The Bompas-Arignac deglaciation stage (19.0 – 20.1 ka) is characterized by a general decrease in the ice volume (Delmas et al., 2011). It led to the confinement of ice tongues at the bottom of the trough valleys. The Ariège glacier did not then rise above 850 m. During the Bernière deglaciation stage (19.0 – 20.1 ka), the presence of an ice tongue in the Tarascon basin leads to thinking that the Ariège glacier is still fed upstream by one of it last tributary, the Aston. Nevertheless, 1 km upstream of the Bompas-Arignac front, the ice volume of the glacial tongue has decreased and was no more than a few tens of meters thick. Finally, the Petches deglaciation stage (13.9±2.1 – 15.2±3.3 ka) is mainly characterized by the withdrawal of the Ariège glacier now limited to its high valley (Delmas, 2009).

2.4- Karst features and caves systems

Several massifs in the vicinity of Tarascon-sur-Ariège have been investigated, three of them (Cap de la Lesse, Sédour, Calamès) being particularly karstified. Their altitude fluctuating between 2000 and 2500 meters and the Ariège flowing at 470 meters at Tarascon, the altimetric amplitude of the studied watershed is consequent. As a consequence, in these cretaceous massifs affected by tight folds and inverse faults (Sorriaux, 1982), nine to ten staggered levels have been identified along nearly 900 meters of vertical drop.

2.4.1- Cap de la Lesse massif

In the Cap de la Lesse massif, two karstic networks belonging to the large Niaux – Lombrives – Sabart network are notably developed (Figure 6.4). Although small in extent (5 km²), their accessible gallery network grows over 14 km. This karst is well delimited and located

at the confluence of the two deep Vicdessos (520 m) and Ariège (480 m) valleys. The upper part is composed of the Niaux and Lombrives caves as well as of the upper galleries of the Sabart cave. The lower part includes the lower galleries of the Lombrives cave and the two large halls of the Sabart cave. It is important to note that at the Lombrives cave these parts are connected by large vertical wells, while in the Niaux system, two large chimneys seem to rise towards the Cap de la Lesse summit (Figure 6.4): the Abîme Martel (967 m) and the Salon Noir (780 m). This karstic system, no longer functional (Sorriaux, 1982), is currently dried and belongs to the infiltration zone only fed by seeps. However, Sorriaux (1982) showed that this karstic system was previously crossed three times by more or less rapid flows, which brought gneisses and granites coming from the Axial Zone of the Pyrenees, and the primary massifs of the North Pyrenees. The galleries were therefore repeatedly filled, sometimes totally, and then drained more or less completely (Sorriaux, 1982). Three alluvial formations were identified: the "alluvial formation of Lombrives" (called F1), the "conglomerates of the gallery of the counts of Foix" (called F3) in Niaux and the "alluvial formation of Niaux" (called F5). The denominations refer to the sites where these formations are best represented, but it should be noted that the alluvial formation of Niaux is present throughout the upper stage of the system and that the other two are ubiquitous. These fillings would have been deposited in galleries already formed, and karstogenesis would be essentially anterior to the oldest deposits.

The “alluvial formation of Lombrives”, the oldest by relative chronology, was rubefied, resulting in the production of kaolinite, etc., in the E and NE sections of the karst. According to Sorriaux (1982), alluvial sediments would have been deposited *via* turbulent currents or debris flow. Sediment particle sizes, sedimentary structures, and erosion patterns made it possible to reconstruct the direction of flow. The “alluvial formation of Lombrives” and the “conglomerates of the gallery of the counts of Foix” (upper floor) correspond to a flow of the Vicdessos towards the Ariège (from the west to the east). It should also be noted that this information is not contradictory to the fact that the Niaux-Lombrives system is slightly sloped towards the east. The most recent facies of the formation of the counts of Foix (lower level) testify of a flow in the opposite direction, with a probable outlet to Sabart.

Sorriaux (1982) postulates the hypothesis that during the initial stage, which is during the glacial maximum (Late Glacial Maximum, Delmas et al., 2012), coalescent glaciers covering almost entirely the massifs, the water flowed through the system from east to west, from Ariège to Vicdessos. During the following Garrabet deglaciation stage, due to the glacier retreat and the associated glacier disjunctions, the waters abandoned the upper stage of the karst. The melting waters of the Ariège and the Vicdessos then joined in the Lombrives lower level and flowed to

Sabart. During the final stage, at the end of the Garrabet cycle, the surface of the Ariège glacier only reached an altitude of 600 m and the Vicdessos glacier is confined to its high valley. The waters can therefore only penetrate the system at the level of the inlet of the Lombrives cave.

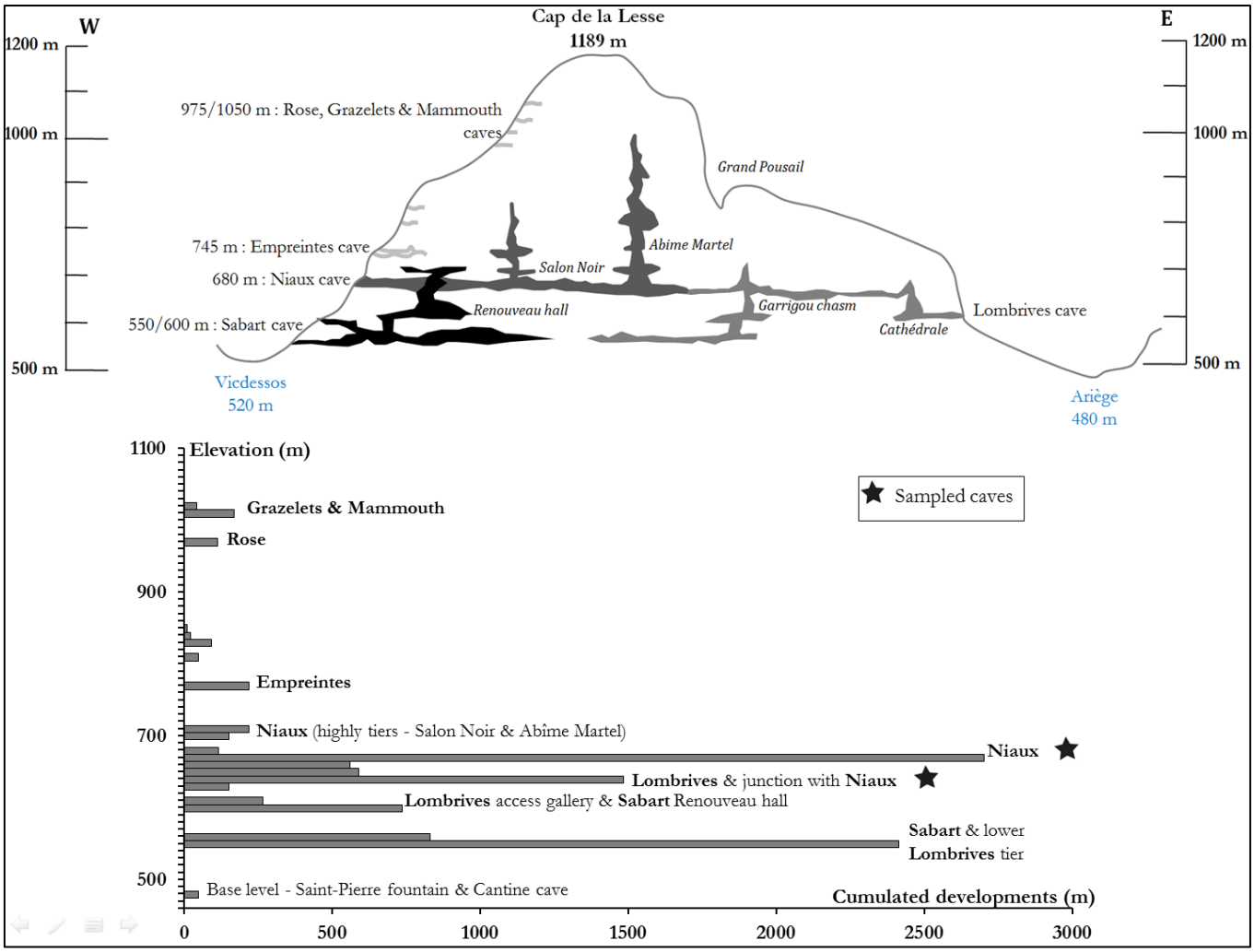


Figure 6.4: Schematic cross section of the Cap de la Lesse massif (top), showing the karstic network spatial distribution and patterns in the massifs (modif. after Sorriaux). Eight epiphreatic levels are identifiable. The vertical connections between the galleries are also visible. Their establishment is due to the Ariège and the Vicdessos. The floors linked to the Niaux – Lombrives – Sabart network are the most developed (bottom). The perched levels have probably been trimmed due to the removal of the flanks of the massif over time.

The galleries also contain clay formations subsequent to the alluvial deposits. These red clays testify to the occurrence of lakes, probably linked to a transient dam flow towards the Ariège valley. A necessary conclusion is therefore that the previously described glacial levels do not strictly correspond to the stepped galleries.

The dating of the alluvial sediments deposited in the karst system is useful not only in order to better constrain its functioning, but also to retrace its geomorphological evolution.

2.4.2- Sédour, Calamès and Quié de Lujat massifs

The Sédour (Figure 6.5) and Calamès (Figure 6.6) massifs, originally constituents of the same limestone bar, have been intersected and progressively entrenched by the Saurat River. This implies that the data obtained in the preserved cavities, which are few probably due to the receding of the walls, can be correlated.

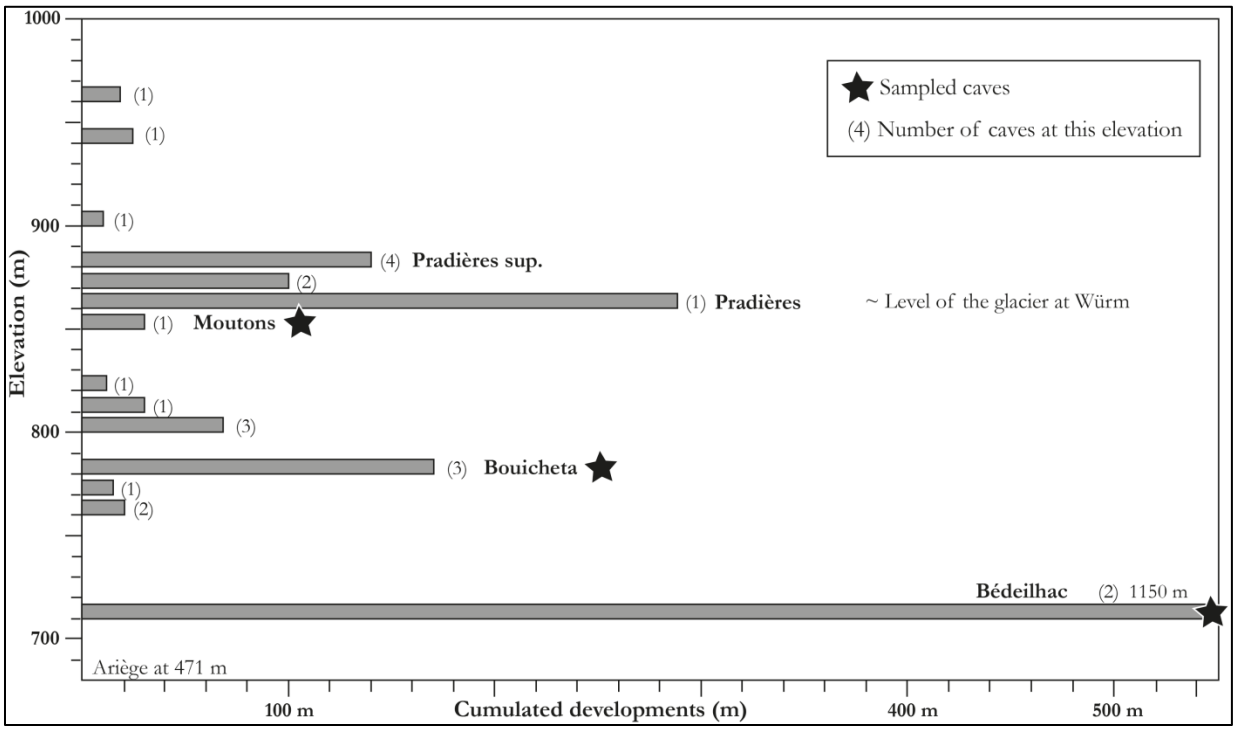


Figure 6.5: Cross section of the Sédour massif, showing the karstic network spatial distribution. At least six epiphreatic levels are identifiable. Their establishment is due to the Saurat, an Ariège tributary. The Bédeilhac floor is the most developed (due to its significant development, it is not fully represented). The perched levels have probably been trimmed due to the removal of the flanks of the massif over time.

In the Sédour massif (Figure 6.5), the inventoried cavities lead to a consistent staging. However, not all are easily accessible and contain intrakarstic sediments. The most developed cave is the Bédeilhac cave. This cave, which contains cave art, is the only one of these massifs in which galleries wide and high enough to serve as an aircraft hangar during the last world war. The installation of the latter at the entrance of the cavity has cleared a large section of alluvial deposits. These deposits are ranging from fairly rubefied medium sands to altered crystalline pebbles. Clay deposits are also numerous, possibly indicating phases of a transient dam. It is difficult to determine whether the deposits are stratigraphically correlated or to order them chronologically. Although it would be reasonable to correlate this level with the Niaux – Lombrives one, the presence of faults and the proximity of a formerly exploited Triassic gypsum

formation make this correlation hazardous. Numerous circulations clues in epiphreatic regime are present: lapiés, circular pools, vault channels and scallops.

The Bouicheta cave opens on the western flank of the Sédour massif. The cave developed mainly along a NE /SW axis and over a length of about 85 m. Several excavations have been carried out in this cavity, and it has also served as a sheep-fold. The organization of sedimentary deposits is thus disturbed. Nevertheless, there are old stalagmitic floors surmounting silty deposits. An important episode of concretion is also to be noted.

The Moutons cave developed along the same axis as the Bouicheta cave over a length of roughly 20 m. Inside a low room, almost as long as it is wide, ending in bedding planes, large portions of stalagmitic floors are present. The walls of this room present deep circular pool shapes testifying to an ancient epiphreatic regime. Moreover, a conduit leads to alluvial deposits.

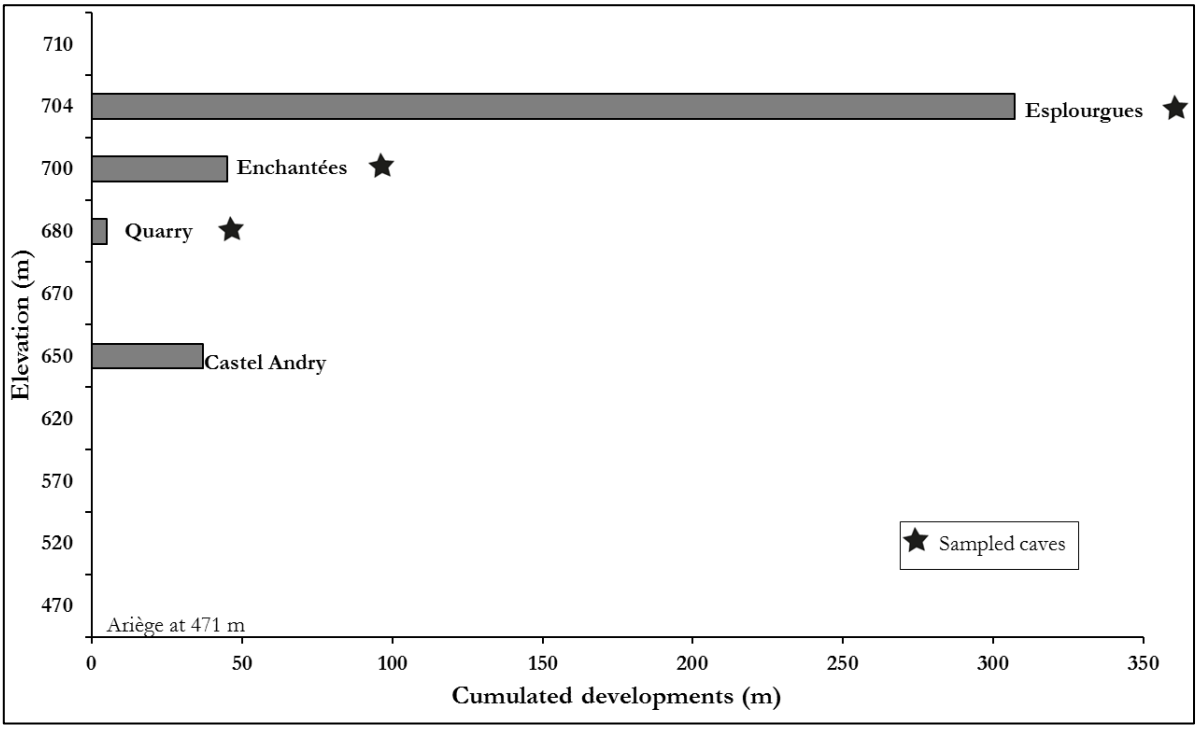


Figure 6.6: Cross section of the Calamès massif, showing the karstic network spatial distribution. At least four epiphreatic levels are identifiable. The massif is still being prospected by archaeologist's teams. Their establishment is due to the Saurat River, an Ariège River tributary. The perched levels have probably been trimmed due to the removal of the flanks of the massif over time.

In the Calamès massif (Figure 6.6), the cavities exhibit relatively limited development. The Quarry cave, located at the foot of the cliff, developed over a length of ~5 meters but the recoil of the wall, due to the anthropic exploitation, is on the order of 30 meters. There are few indications that the remaining fairly wide vault section is a drain formed in an epiphreatic regime. The observed lapiés could have been formed on the banks of an over-loaded river, the fills are

alluvial deposits (highly altered pebbles surmounted by graded bedding sandy levels) in which are intercalated relics of stalagmitic floors. It should be noted that the lacustrine and deltaic level of Saurat, coming from the Bédeilhac paleo-lake, is found facing the cavity. These deposits are composed of varves with silty strata, some sandy and gravelly occurrences, and pebbled levels. Two morainic blocks are at the top of the sequence.

On the south side of the massif, the cavities are a bit more developed. The Enchantées cave has a development of about 45 meters. The pipe has numerous indices of shaping in epiphreatic regime with indices of corrosion at the vaults. The fillings are abundant. They are rubefied sandstone claddings on the walls and vaults. The small sized clasts are altered. Two erratic blocks lie at the porch entrance.

Further up the path, the limestone cliff opens onto several small porches. The three small caves of low development (~ 50 m) are well individualized today. However, due to their same NW/SE orientation and the similarity of the observed morphologies, this is probably the same gallery intersected by the recession of the wall, the Esplourgues cave. As in the Enchantées cave, concretion has been intense and stalagmitic floors are inserted in the varied fillings that range from laminated strands to powdery pebbles clad on the walls. The morphologies on the walls and the vaults are characteristic of flows in epiphreatic regime. However, at the most perched entrance, coarse to highly altered rubefied pebbly deposits indicate an insertion. Indeed, it is possible to detect fluid escape structures.

In both (Sédour and Calamès) massifs, alluvial deposits are highly altered and rubefied crystalline pebbles. These fillings are therefore pre-glacial deposits.

The Quié de Lujat massif is poorly karstified compared with the other massifs of the study area. As it stands, it appears that few relics of horizontal conduits remain. It is nevertheless important regarding our study since the Mirouge cave is the most perched cave studied. Typical morphologies of epiphreatic circulations are visible, including scallops and deep circular pools, at the entrance to the cavity. It was probably resurgence. More or less coarse cemented alluvial deposits remain, including highly-altered and rubefied crystalline pebbles. This cavity perched at 1100 m-high would have been below the maximum level of the Ariège glacier during the Foix glacial cycle.

The Splouga de Souloumbrié, in the eastern slope, is a cavity also presenting many typical morphologies of flow (scallops, circular pools). The main gallery is obstructed by a rockfall, possibly truncating the small network. Crystalline pebbles were found in one place and were taken in their entirety to have sufficient material to analyze.

2.5- Methods

2.5.1- Sampling strategy

Because many caves existing in the studied area (Figure 6.7; Table 6.1) are difficult to find given the current vegetation cover and to access, are subject to drastic protection measures due to their archaeological interest, or their importance for the preservation of certain troglobite species, only three cavities in the Calamès massif, three in the Sédour massif, two in the Quié de Lujat massif and two in the Cap de la Lesse massif could have been sampled. We also greatly benefited from the expertise of local speleologists and especially from P. Sorriaux, who were aware of the majority of interesting caves for our study.

2.5.1.1- The epiphreatic model and chronology of valley deepening

The epiphreatic model (Audra & Palmer, 2011; 2013) considers three different zones: 1/ the vadose zone; 2/ the epiphreatic zone in which the water table fluctuates; and, 3/ the phreatic zone. Considering that recharge takes place through sinking streams, dolines, and the epikarst, a branching cave system is established in the vadose zone, above the water table. Vadose passages include shafts and canyons. Groundwater flows along a relatively gentle gradient to springs at the water table level in nearby valleys. Most phreatic passages are tubular and form at or slightly below the water table, although many exhibit vertical loops. Indeed, during floods, the phreatic passages may be unable to transmit all the incoming water leading to the development of complex looping overflow routes in the epiphreatic zone. Large phreatic passages develop when the erosional base level remains at a given elevation for a long time period (Audra, 1994), as well as when erosional benches developed. When the base level drops and the surface river erodes downward, phreatic passages tend to drain through diversion routes, he former phreatic passages signalizing the former base level.

The use of karstic systems as markers of a paleo-base level relies on the localization of certain key morphological factors (Figure 6.7B and D), such as, in particular, characteristic morphologies of shaping under phreatic or epiphreatic conditions. The cavities of the Tarascon valley mostly contain intrakarstic sediments witnessing the circulation of a river (Figure 6.7 and descriptions above this paragraph). Allogenic sediments trapped in the karst systems can reflect the geomorphological evolution of both the surface and the underground. However, the conditions of preservation of the deposits are better in the latter, especially when concretions, stalagmitic floors or landslides have come to seal the previous deposits.

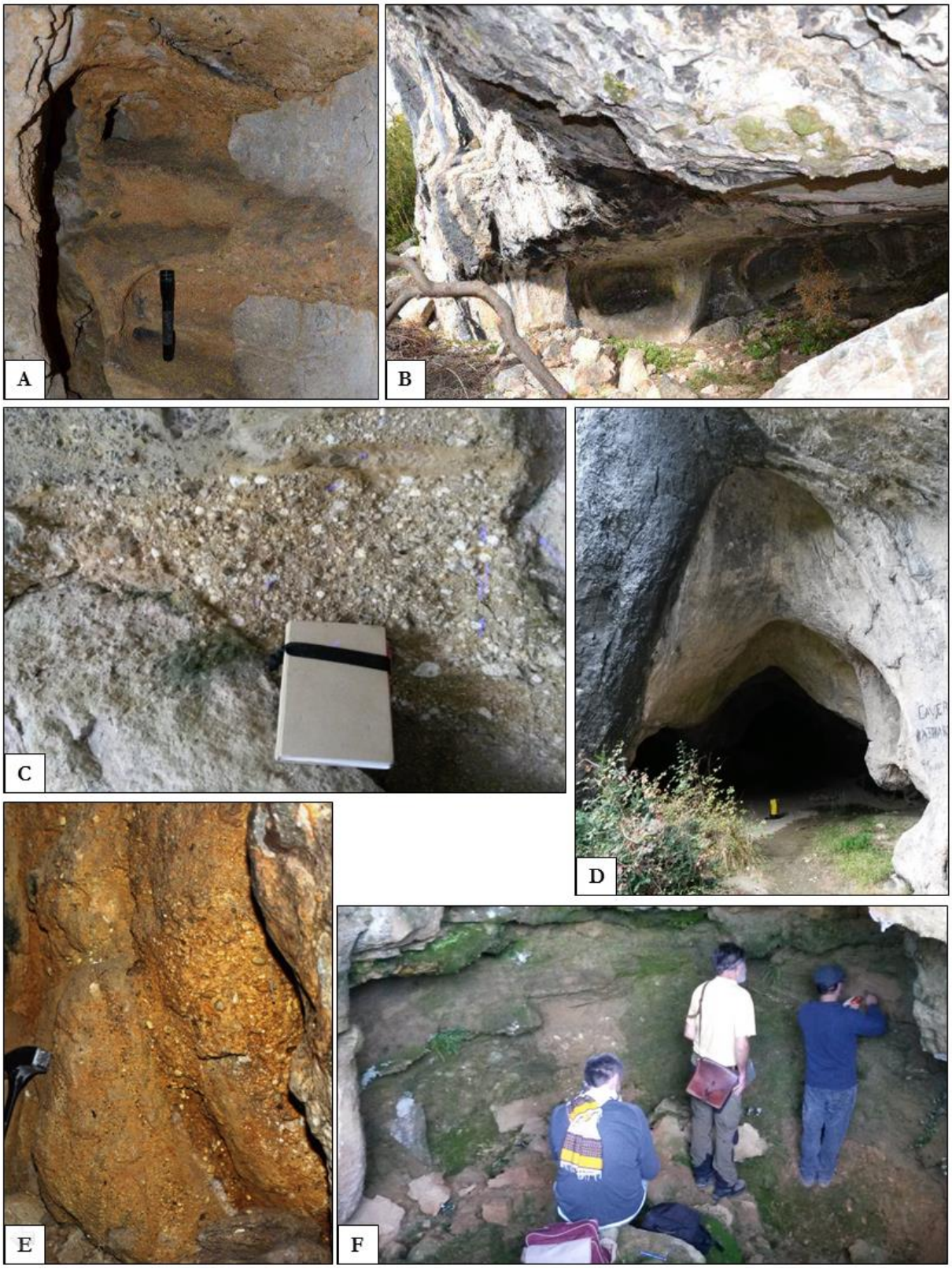


Figure 6.7: A) Sandstone plating against the wall of the Bouicheta cave. Deposits are well consolidated (ph. A. Bourdet). B) Entrance of the Moutons cave: circular pools and stalagmitic floors vestiges (ph. A. Bourdet). C) Alluvial deposits near one of the entrance of the Esplourgues

cave. These highy altered coarse to pebbly deposits are part of a stratigraphic sequence also composed of well consolidated clays sands. These deposits indicate an insertion and contain fluid escapes structures. D) One of the entrance of the Esplourgues cave, with deep circular pools. E) Very coarse rubefied and highly altered sandy deposits plating against the wall of the Mirouge cave, on the Quié de Lujat massif. (ph. Max Nicol). F) Sampling on medium sandy levels of the Quarry cave stratigraphic sequence. Below these sandy deposits are altered heterometric pebbles.

In most cases, the alluvial sediments encountered in the cavities were collected and analyzed. The stratigraphy is often complex to reconstitute because only a few residues remain in the visited galleries, except for large caves such as Bédeilhac (Figure 6.8), Lombrives, and Niaux (Figure 6.9). Only alluvium plated against the walls and clearly related to flows characteristic morphologies are considered.

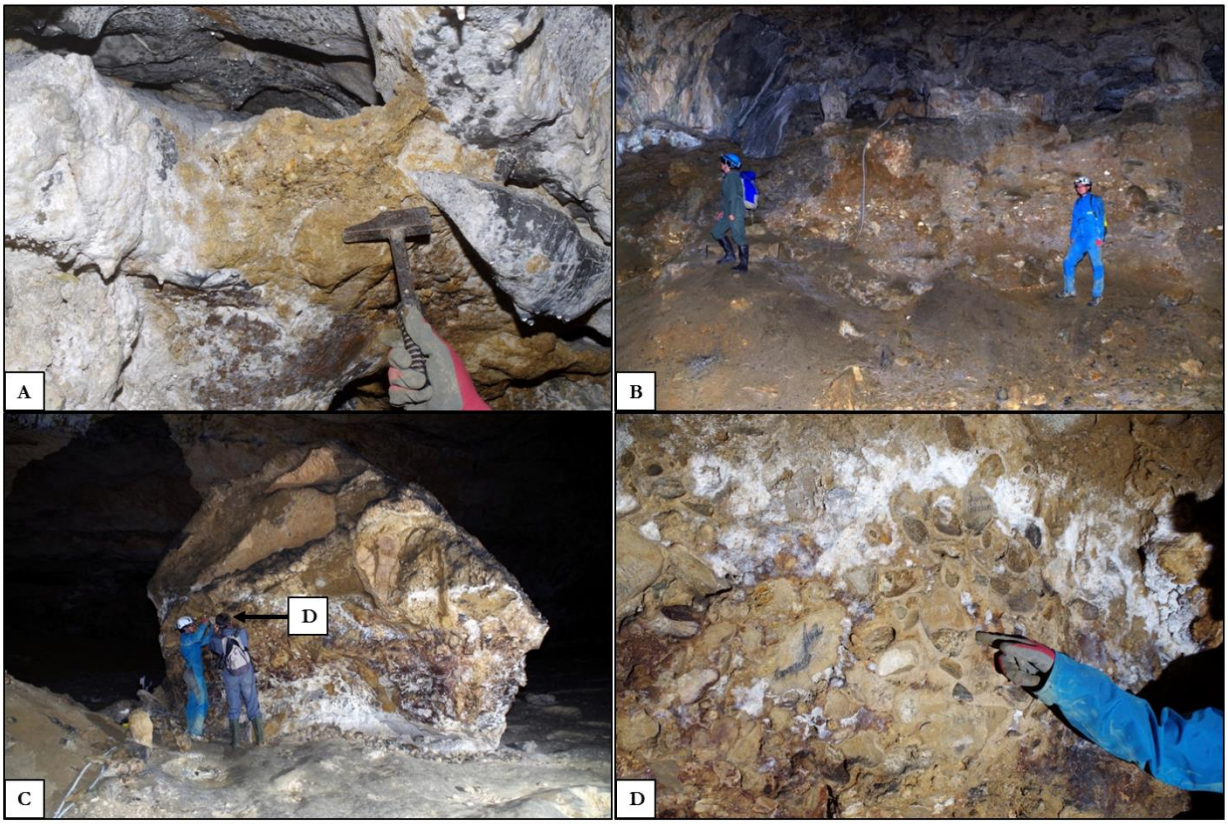


Figure 6.8: Sampling carried out in the Bédeilhac cave (ph. P. Sorriaux). A) Deposits of medium to coarse sands on the wall of the Vidal gallery. B) Section of the entry room related to the installation of an aircraft hangar. Alluvial deposits are thick and reflect a high energy current. The pebbles are altered and the deposits are rubefied. C) Stalagmitic pillar (called Tomb of Roland) collapsed by withdrawing. This large lying column has also been displaced by the currents, probably very strong, due to the morphologies on its surface. D) Plating at the base of this column are granitic pebbles and medium to coarse sands. Pebble ghosts are superimposed on dessication cracks.

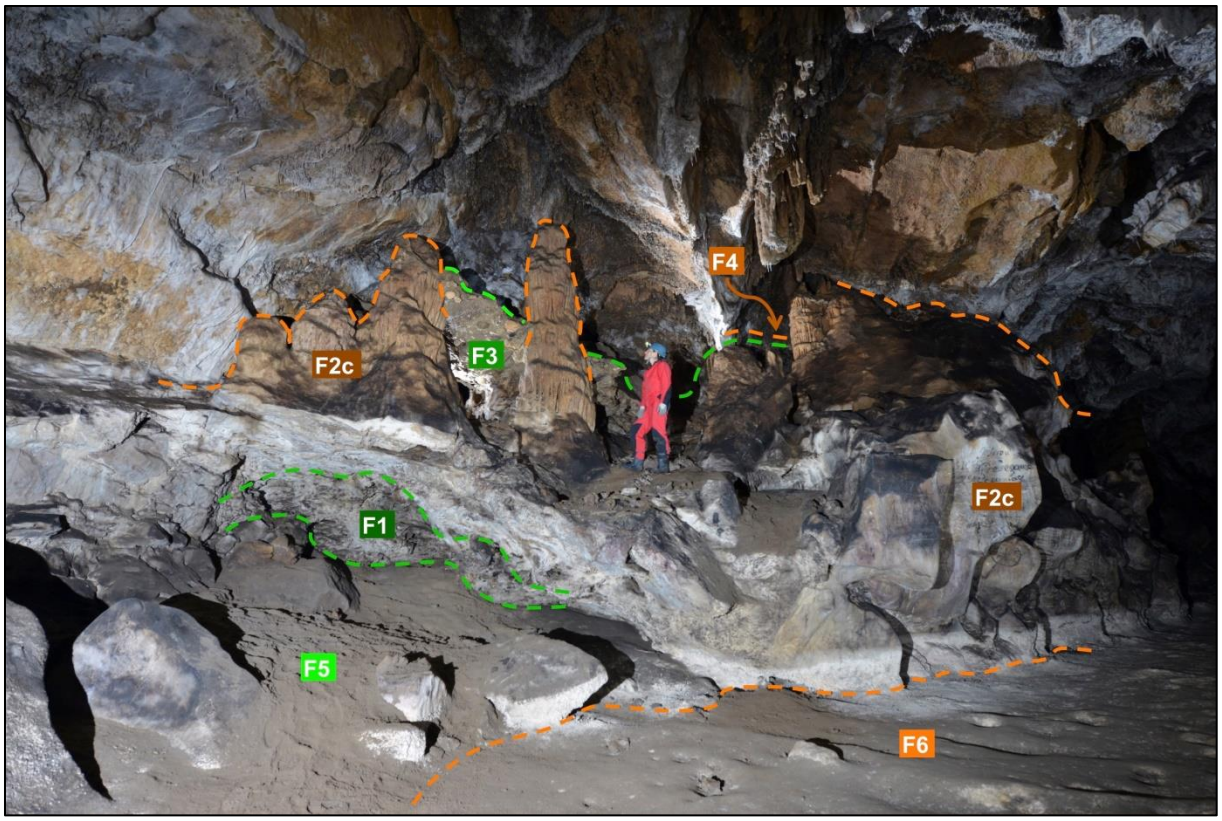


Figure 6.9: In Niaux and Lombrives caves, three successive sedimentary deposits were studied (ph. P. Sorriaux). Each deposit is composed of 2 units. The lower part is detritic, of alluvial origin and testifies to the hydrological functioning of the network. The upper part, mainly composed of the calcitic deposits, corresponds to the drying periods, when the karst evolved above the base level. These conditions are similar to the current cave environment. Some stalagmitic floors have been dated by U-Th (Sorriaux, 1981; 1982; Bakalowicz et al., 1984). This reference outcrop is located in the Niaux cave, a few hundred meters from the entrance, at about 670 meters a.s.l. It shows a calcitic deposit (F2) with two stalagmitic pillars, the oldest parts of which have more than 350 ka. The basic stalagmite floor (F2) can reach several meters thick a little further in the gallery. The top of the pillars is covered by an alluvial conglomerate (F3), underlined in orange, which is sealed behind the left pillar by a stalagmitic floor (F4), not visible on the photograph, whose formation ranges between 200 and 90 ka . This conglomerate corresponds to a pre-Würm (Riss) glacial phase, poorly known on the surface. The sands (F5) at the bottom of the photo are sands of fluvio-glacial origin, supposingly corresponding to the Würm major glacial phase (90 – 20 ka), which reactivated the karst. Here, they are covered by clay-calcitic sediments (F6) corresponding to the current drainage period.

2.5.1.2-Attempts of multiple fillings dating

In the Niaux-Lombrives-Sabart system, the remainder of the filling remains today most often only in the form of discontinuous veneers, on the walls of the galleries and in their

anfractuosities, or connected to the vault (Figure 6.9). The discontinuities between the veneers, the almost inaccessible position of some as well as the darkness due to large volumes make not easy the stratigraphic study of these fillings. However, deposits being sometimes juxtaposed, several generations of alluvial fillings can be recognized in the Niaux and Lombrives caves. Alluviums are also impacted by characteristic flow morphologies. Thus, based on a relative chronology, it is possible to propose that powerful flows, taking into account the size of the observed veneers, have taken the galleries already formed without completely removing the already in place sediments. These flows, which probably occurred during the glaciation phases (Sorriaux, 1982), were indeed powerful enough to transport blocks. Various generations were collected in areas where stratigraphic and geometric relationships were obvious. The objective of these samplings was to attempt to chronologically constrain the multiple filling episodes. The samples were also collected in areas previously sampled for petrological studies (Sorriaux, 1982) that provide additional information (particle size distribution and thin-section observations, notably).

2.5.2- Radiogenic TCN (^{26}Al and ^{10}Be) systematics

A rock exposed to cosmic radiation will accumulate through time terrestrial cosmogenic nuclides (TCN) such as ^{26}Al and ^{10}Be, whose concentrations can be calculated using the following equation (Braucher et al., 2011):

$$C(x,\varepsilon,t) = C(x,\varepsilon',t')\exp(-\lambda t) + \frac{P_{sp}.\exp\left(-\frac{x}{L_n}\right)\left(1-\exp\left(-t\left(\frac{\varepsilon}{L_n}+\lambda\right)\right)\right)}{\frac{\varepsilon}{L_n}+\lambda} + \frac{P_{\mu slow}.\exp\left(-\frac{x}{L_{\mu slow}}\right)\left(1-\exp\left(-t\left(\frac{\varepsilon}{L_{\mu slow}}+\lambda\right)\right)\right)}{\frac{\varepsilon}{L_{\mu slow}}+\lambda} + \frac{P_{\mu fast}.\exp\left(-\frac{x}{L_{\mu fast}}\right)\left(1-\exp\left(-t\left(\frac{\varepsilon}{L_{\mu fast}}+\lambda\right)\right)\right)}{\frac{\varepsilon}{L_{\mu fast}}+\lambda}$$

(eq. 1)

where C(x, ε ,t) is the nuclide concentration as a function of the attenuation depth x (typically expressed as a function of depth z, in cm, and bedrock density ρ, in g/cm^3), denudation rate ε and ε' (in g/cm^2/a), and exposure time t and t' (in years). P_{sp}, $P_{\mu slow}$, $P_{\mu fast}$ and L_{sp} (160 g/cm^2), $L_{\mu slow}$ (1500 g/cm^2), $L_{\mu fast}$ (4320 g/cm^2) (Braucher et al., 2011) are the production rates and attenuation lengths of neutrons, slow muons and fast muons, respectively; λ is the radioactive decay constant of the TCN under investigation. C(x, ε', t') is the ^{10}Be or ^{26}Al concentration acquired during periods of exposure time prior to denudation.

The burial dating method is based on the differential radioactive decay of two cosmogenic nuclides accumulating in quartz minerals of surface rocks exposed to cosmic rays. Because the latter cannot pass through a large thickness of matter, the brutal burial under a significant thickness of matter of the sample of interest leads to the halting of the in situ-production of the cosmogenic nuclides. The concentrations of the initially accumulated radionuclides (^{26}Al and ^{10}Be) then decrease as a function of their respective half-lives. Knowing the initial production ratio and its evolution as a function of the duration of the decay, the measurement of the ^{26}Al/^{10}Be and/or ^{10}Be/^{21}Ne ratios in the sample of interest makes it possible to determine the duration of its burial.

Caves provide a near-ideal configuration for such burial duration determinations due to the fact that exposure to cosmic rays since the burial episode is in most cases negligible. At a depth of 8–10 m, in situ-production induced by muons represents only 1% of the total surface production. Regarding the caves sampled in this study, their galleries are always overlain by more than 30 m of rocky material making post-burial production negligible. The accuracy of the ^{26}Al/^{10}Be results (R_{AB}) relies on the following assumptions: (i) the quartz from which the TCN are extracted was exposed long enough at the surface to accumulate measurable concentrations of cosmogenic radionuclides; (ii) before burial, the transport time was negligible in comparison to the exposure duration to cosmic rays on a surface under a denudation regime. That is to say that the storage duration within the catchment was limited; (iii) burial was rapid and deep enough to avoid cosmogenic nuclide post-burial production.

In the following it is assumed that TCN concentrations measured in river sands average the concentration of all quartz-bearing rocks outcropping in the drainage basin (Brown et al., 1985). It is thus possible to determine the average denudation rate for a whole drainage basin by measuring the cosmogenic nuclide concentration in riverbed sands. Tests with coherent sensible variations not leading to significant differences, an average paleo-elevation of the catchment basin similar to the current one is assumed. Finally, considering the uncertainties associated to the presented data, the temporal variations of the geomagnetic field intensity integrated over the investigated time periods are assumed to induce negligible TCN production variations.

All samples were processed at CEREGE (Aix-en-Provence, France). The extraction of ^{10}Be and ^{26}Al from the rock samples follows the chemical procedure of Brown et al. (1991) and Merchel and Herpers (1999). Pebbles were crushed and sieved (250-1000 fraction μm). Quartz was concentrated through magnetic separation and selective dissolution in a 1/3 HCl – 2/3 H_2SiF_6 mixture. Quartz was decontaminated from the atmospheric ^{10}Be by dissolving 30% in mass through three successive HF leaching. Pure quartz was then spiked with 100 μL of a

(3025±9)-ppm in-house ^{9}Be carrier (Merchel et al., 2008), and with adapted amount of a 985 µg/g ^{27}Al carrier. Natural ^{27}Al concentrations in the dissolved samples were measured by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) on an ICAP6500 Thermo Scientific unit spectrometry. Finally, dissolution was completed in concentrated HF.

The abundance of muscovites (with high ^{27}Al content) in the rocks of the watershed forced us to check regularly the evolution of the purification of the samples with a binocular microscope. If not removed from the quartz before total dissolution these muscovites cause the formation of thick solid crusts from which it is difficult to recover properly all the dissolved aluminum.

BeO and Al_2O_3 were then purified and extracted using a succession of alkaline precipitation and separations on ionic-exchange resins (used exchange resins: DOWEX 1x8 100–200 mesh, DOWEX 50Wx8 100–200 mesh). Finally, full oxidization was performed at 700°C. The obtained BeO and Al_2O_3 oxides mixed with Nb and Ag conductive powders respectively, and then introduced in a copper cathode to be pressed. The ^{10}Be/^{9}Be and ^{26}Al/^{27}Al ratios were finally measured at the French national AMS facility ASTER. The measured ^{10}Be/^{9}Be ratios were calibrated against the ^{10}Be/^{9}Be SRM 4325 NIST (National Institute of Standards and Technology) standard with an assigned value of $(2.79 \pm 0.03)\cdot10^{-11}$ (Nishiizumi et al., 2007). The measured ^{26}Al/^{27}Al ratios were calibrated against the ASTER in-house standard SM-Al-11 whose nominal value is ^{26}Al/^{27}Al = $(7.401 \pm 0.064)\cdot10^{-12}$ (Merchel and Bremser, 2004). The used half-lives (^{10}Be: 1.387 ± 0.012 Ma (Korschinek et al., 2010; Chmeleff et al., 2010); ^{26}Al: 0.717 ± 0.017 Ma (Samworth et al., 1972)) and the standardization method used at ASTER (SM-Al-11/07KNSTD) imply that the ^{26}Al/^{10}Be spallation production ratio is ~6.61 ± 0.52. Analytical uncertainties included the counting statistics, the machine stability (~0.5%; Arnold et al., 2010 for ^{10}Be) and blank correction.

In order to deduce from the determined ^{10}Be concentrations maximum paleo-denudation rates assuming an exposure duration long enough to reach the steady-state, a sea-level, high-latitude (SLHL) spallation production of 4.01±0.18 at g^{-1} a^{-1} (Borchers et al., 2016) assumed to be constant over time was used and scaled for latitude (Stone, 2000) and elevation. Corrections for mass shielding were calculated using the equation of Dunai (2009). Muon contributions based on Braucher et al. (2011) were scaled for altitude only.

2.5.3- Neon-21 systematics

The cosmogenic burial dating method based on the evolution of the $^{26}Al/^{10}Be$ ratio being limited to the last ~5 Ma, the necessity to expand the investigable time period to precise the chronology of the valley incision leads us to implement the cosmogenic burial dating method based on the evolution of the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratio. Therefore, two ^{21}Ne measurements (Lo12-02 and LUJ1) were performed on the Helix-SFT™ mass spectrometer at CRPG (Nancy, France), and two (SO1) were performed on the Helix-MC+™ mass spectrometer at the same lab.

The same quartz fractions (200 – 800 μm) as those used to determine ^{26}Al and ^{10}Be concentrations were analysed, even if the finest fraction is more suitable to reduce the contribution of atmosphere-like Ne trapped in fluid inclusions. All samples were wrapped into tin foils and loaded in the carrousel of a new induction furnace that has been designed at the CRPG lab (Zimmermann et al., under review). Following conclusive validation tests, neon was extracted in one single heating step at ~1500°C, during at least 25 minutes. Atmospheric contamination was low enough to ensure a proper estimate of the non-cosmogenic component. After gas extraction by heating, chemically active gases were removed in two Ti sponge getters, Ar–Kr–Xe were trapped in a charcoal finger at liquid nitrogen temperature. Ne was cryofocused at 35K before being released at 90K. Neon concentrations and isotopic compositions were determined by peak jumping mass spectrometry, using detectors with multipliers. Neon isotopes were corrected for isobaric interferences, instrumental mass fractionation and analytical blanks. Aliquots of the quartz standard CRONUS-A measured during the samples batch yielded a ^{21}Ne excess of $(331 \pm 6).10^6$ at/g, in excellent agreement with the reference concentration of $(348 \pm 10).10^6$ at/g (Vermeesch et al., 2015).

The neon measured by the mass spectrometer can be found both in the fluid inclusions of the quartz and adsorbed on the surface of the grains. The cosmogenic component is deduced from the following formula:

$$^{21}Ne_{cosmogenic} = {}^{21}Ne_{sample} - {}^{20}Ne_{atmospheric} \times \left(\frac{^{21}Ne}{^{20}Ne}\right)_{air}$$

At the CRPG, the concentration of excess ^{21}Ne ($^{21}Ne^*$) is measured as follows (Vermeesch et al., 2015):

$$^{21}Ne^* = R_c \times {}^{20}Ne_m \times \frac{R_m - R_a}{R_c - R_a}$$

With $^{20}Ne_m$, the amount of neon-20 measured; R_c the ratio of $^{21}Ne/^{20}Ne$ cosmogenic; R_m, the ratio measured in $^{21}Ne/^{20}Ne$; and R_a, the atmospheric ratio to $^{21}Ne/^{20}Ne = 0.002905$ (Honda et al., 2015).

2.6- Results

2.6.1- ^{26}Al and ^{10}Be based burial dating and paleo-denudation rate estimates

All the results are summarized in the Table 6.2. $^{10}Be/^{9}Be$ ratios distinguishable from the blank value were measured for all the samples. They lead to ^{10}Be concentrations ranging from 0.771 to $(11.3).10^4$ atoms per gram. Uncertainties associated to the ^{10}Be concentrations range from 6 to 41%. Some samples had a $^{27}Al/^{26}Al$ ratio below the analytical detection limit, suggesting burial durations outside the methodological framework. This is in particular the case for the most perched caves (Mirouge and Souloumbrié) for which only ^{10}Be concentrations were measurable. Otherwise, ^{26}Al concentrations vary between 0.585 to $34.8.10^4$ atoms per gram. Uncertainties associated to the ^{26}Al concentrations range from 12 to 100%.

The burial durations derived from the measured concentrations in the Lombrives and Niaux caves are scattered, which is not surprising given the evidences of several phases of filling. However, the burial durations calculated for Ni13-08, Ni13-10, Ni13-15, Ni13-20 and Ni13-23 are not internally consistent and do not agree with the U-Th ages obtained by Sooriaux (1981; 1982) and Bakalowicz et al. (1984) who dated from the Quaternary most of the stalagmitic floors embedding these alluvial formations. Similarly, although belonging to the same deposition sequence that can be followed continuously over a few meters, the burial durations calculated for Ni13-23 and Ni13-20 are significantly different. It therefore appears that in the Niaux cave alluvial deposition phases cannot generally be discriminated. In rare cases, calculated burial durations are not consistent regarding the relative chronology, in particular considering the latest deposited sequences (LO1 and Ni12-02, which burial durations are different). What is most problematic, however, is the fact that equivalent deposits in the Niaux-Lombrives-Sabart system lead to different burial durations according to the considered cave. These observations do not apply to the Bédeilhac cave, which may be part of the same level and have evolved up under similar conditions. However, no U-Th dating is reported for this cavity and the number of performed TCN dating is lower than those in the Niaux cave. Furthermore, the stratigraphy is not visible. It is therefore difficult to firmly attribute the above discussed observations to a sampling bias.

The first concentration measurements performed on the samples from the caves of the Calamès massif led to coherent ages around 3-4 Ma. However, the analyzed samples (CALA 14-02, 14-04, 14-05) still contained large amounts of muscovites. Concentration measurements subsequently performed on muscovites-free samples taken at the same sites (CALA 14-01 and 14-03) lead to significantly longer burial durations that are consistent with those derived from the Bédeilhac cave samples. Therefore, it appears crucial to get totally rid of muscovites, a mineral phase bearing large quantities of aluminum, before any ^{26}Al measurement.

Sample ID	Sample (lab ID)	Cave	Facies and lithologies	^{10}Be (kat/g)	^{26}Al (kat/g)	^{26}Al/^{10}Be	Burial duration (Ma)	Derived paleodenudation rate (cm/ka)
ASAR117_001	BE1	Bédeilhac - Vidal gallery	Sand, coarse to very coarse, may be pebbly	81.1±15.6	29.0±11.0	0.36±0.15	6.11±1.46	7.8±1.5
ASAR117_002	BE2	Bédeilhac - Main Gallery	Sand, coarse to very coarse	35.2±10.2	20.5±9.2	0.58±0.31	5.24±2.13	18.1±5.3
ASAR117_003	BE3	Bédeilhac - Tombeau de Rolland	Amalgamated granite pebbles	41.2±7.0	8.2±3.9	0.20±0.10	7.37±1.61	15.4±2.6
ABOU118_001	CALA-14-01	Enchantées Cave	Medium to coarse sandstones	91.1±8.6	64.8±7.6	0.71±0.11	7.91±1.20	6.1±0.6
ASAR118_001b	CALA-14-01b	Enchantées Cave	Medium to coarse sandstones	65.9±10.8	21.7±4.0	0.33±0.08	6.18±2.66	9.7±1.6
ABOU118_002	CALA-14-02	Enchantées Cave	Medium to coarse yellow sandstones	61.3±3.9	81.8±19.9	1.34±0.34	3.44±0.68	10.3±0.7
ABOU118_003	CALA-14-03	Enchantées Cave	Medium to coarse sandstones	72.4±9.1	347.9±41.2	4.80±0.83	5.01±0.82	7.7±1.0
ABOU120_001	CALA-14-04	Esplourgues Cave	Medium to coarse sandstones	29.1±4.7	37.0±16.8	1.27±0.61	3.57±1.50	21.7±3.5
ABOU120_002	CALA-14-05	Esplourgues Cave	Medium to coarse sandstones	65.0±5.1	84.3±24.0	1.30±0.38	3.50±0.81	9.7±0.8
ABOU119_001	CALA-14-06	Bédeilhac Quarry	Sand, coarse to locally loamy	69.9±7.0	59.0±19.7	0.84±0.29	4.38±0.99	8.8±0.9
ASAR110_001	LO1	Lombrives-Lions Gallery	Sand, medium to very coarse	21.4±6.2	40.9±20.5	1.91±1.10	2.77±2.27	27.5±7.9
ASAR110_002	LO2	Lombrives (F1)	Amalgamated granites pebbles	29.2±3.5	2.9±2.9	0.10±0.10	8.63±2.08	17.7±2.1
ASAR110_003	LO3	Lombrives - Vierge Gallery (F1)	Sandstones, medium to coarse	36.0±2.1	30.4±9.9	0.84±0.28	4.20±0.68	14.3±0.8
ASAR110_004	LO4	Lombrives - Vierge Gallery (F1)	Sandstones, medium to coarse	44.6±2.2	56.0±9.5	1.26±0.22	3.38±0.36	11.5±0.6
ASAR110_004b	LO4b	Lombrives - Vierge Gallery (F1)	Amalgameted quartzite pebbles	49.6±2.3	69.0±8.7	1.39±0.19	3.17±0.28	10.4±0.5
ASAR110_005	LO5	Lombrives - Salines (F1)	Amalgamated granites pebbles	22.0±2.4	14.1±8.2	0.64±0.38	4.76±1.22	23.4±2.6
ASAR110_006	LO6	Lombrives (F1)	Amalgamated granites pebbles	38.0±4.1	10.9±6.7	0.29±0.18	6.42±1.27	13.6±1.5
ASAR110_007	LO7	Lombrives (F3)	Sandstones, fine to medium	23.2±2.1	13.8±5.2	0.60±0.23	4.92±0.80	22.2±2
ASAR110_008	LO8	Lombrives - Mamelle Gallery	Sands, fine	98.4±11.1	15.9±9.2	0.16±0.09	7.61±1.21	5.2±0.6
ASAR110_009	Lo12-01	Lombrives (F1)	Amalgamated granites pebbles	8.3±0.7	B.D.L	-	-	-
ASAR110_010	Lo12-02	Lombrives - Vierge Gallery	Sandstones, medium to coarse	32.6±1.7	41.6±20.6	1.28±0.64	3.60±2.10	12.3±8.5
ASAR111_001	LS1	Lombrives - Tunnel	Sandstones, medium	13.0±1.4	38.1±9.0	2.94±0.76	1.63±0.53	39.8±4.2
ABOU102_001	LUJ1	Mirouge cave	Medium to very coarse rubbished sandstones	8.6±1.0	B.D.L	-	-	-

ABOU102_002	LUJ2	Mirouge cave	Medium to very coarse rubbished sandstones	113.5±17.6	B.D.L	-	-	-
ABOU102_003	LUJ3	Mirouge cave	Medium to very coarse rubbished sandstones	19.0±2.0	B.D.L	-	-	-
ABOU102_003b	LUJ3b	Mirouge cave	Medium to very coarse rubbished sandstones	7.7±1.2	B.D.L	-	-	-
ABOU104_001	MOU1	Sheeps Cave	Cemented medium to very coarse sands (yellow-ochre)	16.2±2.0	5.8±5.9	0.36±0.36	6.24±2.65	43.6±5.5
ASAR104_001b	MOU1b	Sheeps Cave	Cemented medium to very coarse sands (yellow-ochre)	51.3±6.5	B.D.L	-	-	-
ASAR104_001c	MOU1c	Sheeps Cave	Cemented medium to very coarse sands (yellow-ochre)	29.6±5.7	B.D.L	-	-	-
ABOU101_005	Ni-13-05	Niaux – Marbre Gallery (F2)	Amalgamated pebbles	54.9±3.1	26.3±8.8	0.48±0.16	5.59±0.85	11.2±0.6
ABOU101_008	Ni-13-08	Niaux – Bison Rouge Gallery	Amalgamated medium to coarse sands & pebbles	26.9±3.4	16.0±12.2	0.60±0.46	5.17±2.10	23.0±3.0
ABOU101_010	Ni-13-10	Niaux – Bison Rouge Gallery	Sandstones, medium to coarse	73.2±7.0	27.1±15.7	0.37±0.22	6.01±1.54	8.4±0.8
ABOU101_012	Ni-13-12	Niaux – Éboulis Gallery	Amalgamated quarzites & granites pebbles	7.9±1.0	16.6±8.4	2.09±1.08	2.54±1.47	78.1±9.6
ABOU101_013	Ni-13-13	Niaux – Éboulis Gallery	Sands, medium to very coarse, may be pebbly	20.7±2.3	96.5±26.9	4.67±1.40	0.82±0.90	30.0±3.3
ABOU101_015	Ni-13-15	Niaux– Gallery of the counts of Foix (F3)	Amalgamated medium to coarse sands & gneiss pebbles	24.7±4.1	31.7±15.9	1.28±0.68	3.56±1.64	25.1±4.2
ABOU101_017	Ni-13-17	Niaux– Gallery of the counts of Foix (F1)	Amalgamated medium sands & pebbles (quartzites, granitoids)	B.D.L	23.8±23.8	-	-	-
ABOU101_020	Ni-13-20	Niaux– Gallery of the counts of Foix (F3)	Amalgamated quartzites & granitoids pebbles	28.9±3.6	103.8±27.9	3.59±1.06	1.38±0.92	21.4±2.6
ABOU101_023	Ni-13-23	Niaux– Gallery of the counts of Foix (F3)	Medium to very coarse sandstones	28.3±2.5	52.9±19.0	1.87±0.69	2.76±1.01	32.2±5.8
ASAR101_001	Ni12-02	Niaux– Carrefour Cartailhac	Sand, medium to very coarse	19.2±3.5	9.7±5.6	0.50±0.31	5.58±1.90	1.7±0.9
ABOU103_002	SED-13-02	Bouicheta Cave	Cemented medium to very coarse sands (yellow-ochre)	30.2±5.5	33.0±16.5	1.09±0.58	3.89±1.72	22.2±4.1
ASAR116_001	SO1	Souloumbrié	Amalgamated smoky quartzites pebbles	15.8±6.5	B.D.L	-	-	-

Table 6.2 : ^{10}Be and ^{26}Al concentrations at all sampling sites located in their corresponding caves. B.D.L means "below detection limit". Burial durations calculated using either the ^{26}Al/^{10}Be ratios or the ^{10}Be/^{21}Ne ratios and derived maximum paleo-denudation rates calculated. F1 means "Lombrives alluvial formation" and F3 means "conglomerates of the gallery of the counts of Foix" as described in the §3.1.

The paleo-denudation rates derived from the measured radiogenic TCN concentrations (Table 6.2) range from 1.7±0.1 cm/ka to 78.1±9.6 cm/ka.

2.6.2- ^{10}Be and ^{21}Ne based burial dating and paleo-denudation rate estimates

The results of neon concentration measurements in the pertinent cave samples are summarized in Table 6.3.

Sample	Cave	Mass (mg)	T (°C) during 20 min	21Ne*/20Ne*	1σ	22Ne*/20Ne*	1σ	21Ne (at/g)	1σ (at/g)	Burial duration (Ma)	1σ (Ma)	Paleodenudation rate (cm/ka)	1σ (cm/ka)
Lo12-02	Lombrives	287,2	1446	3,49E-03	6,27E-05	1,08E-01	1,12E-03	1,36E+07	1,27E+06	9,32	0,86	0,16	2,0E-05
LUJ1	Mirouge	304,9	1446	4,36E-03	9,43E-05	1,03E-01	1,34E-03	2,34E+07	1,41E+06	13,07	1,06	0,13	5,6E-06
SO1	Souloumbrié	-	500	3,19E-03	3,69E-04	1,01E-01	2,62E-04	2,85E+06	?	11,62	1,91	0,19	8,9E-05
SO1	Souloumbrié	-	1300	5,27E-03	6,17E-04	1,03E-01	5,01E-04	1,09E+07	?				
								1,38E+07	?				

Table 6.3: Ne isotope ratios and derived cosmogenic ^{21}Ne concentrations. The burial ages are calculated from the beryllium data given in Table 6.2, as are the derived paleodenudation rates.

For the analyzed samples, the data points basically lie on the spallation line in the neon three-isotope diagram showed Figure 6.10, which confirms no significant non-cosmogenic ^{21}Ne released at low temperatures. The re-extraction carried out between 1446 and 1469°C showed that the entire neon had been extracted. Hence, the total cosmogenic ^{21}Ne concentrations in the analyzed samples were calculated as the sum of the excess ^{21}Ne relative to the ^{21}Ne/^{20}Ne ratio of air.

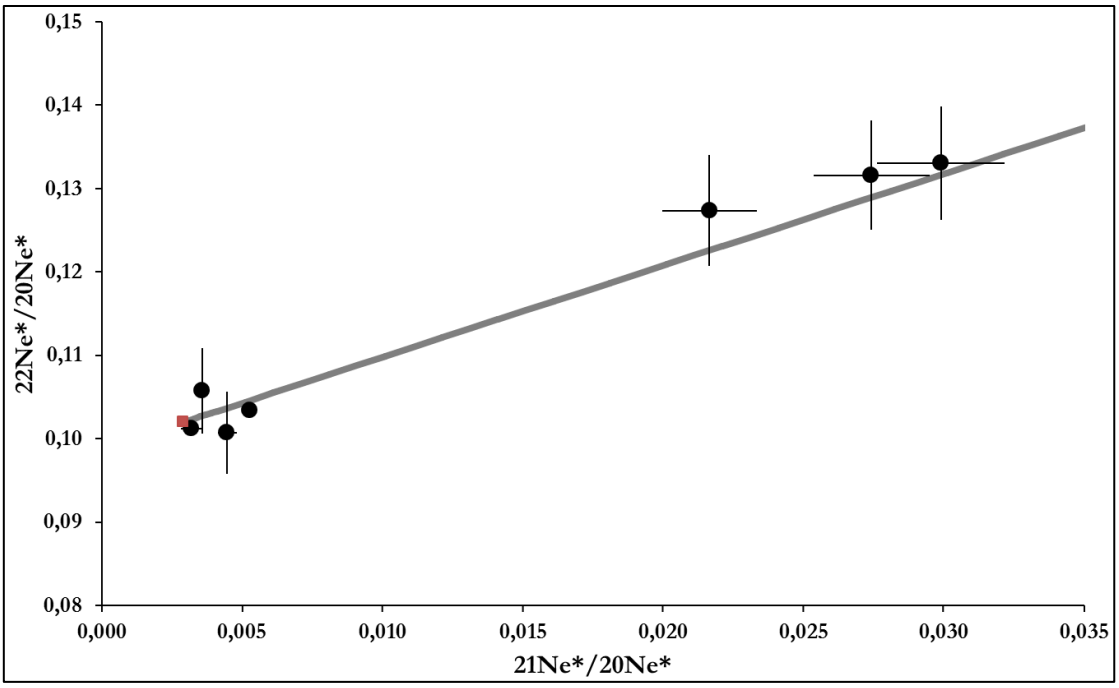


Figure 6.10: Neon three-isotopes diagram of the quartz samples from the Ariège river catchment. Most data from the Ariège samples (black dots) plot on the green spallation line.

2.7- Discussion

2.7.1- Methodological implications

2.7.1.1-Mineralogical influence

The dispersion of the results derived from the radiogenic TCN concentrations measured in samples from the same cavity may be linked to their mineralogy. Although the usually performed quartz mineral separation and purification from the sampled sediments is efficient in most cases, it may sometimes be insufficient for samples highly enriched with muscovites.

To quantify the potential impact of the muscovites presence in supposedly pure quartz mineral samples, tests using samples from the Lombrives cave, namely LO4, LO4b and LO4c (Table 6.4), were conducted. LO4 is a quartzite pebble from a sedimentary sequence recovered during the carbonate dissolution step of the quartz mineral separation procedure. LO4b and LO4c derived from the particularly rich in quartz sandy matrix of the sedimentary cortege. During the various separation steps, the muscovites from this sandy matrix were recovered. After the complete elimination of all other accessory minerals, half of the obtained pure quartz mineral sample was processed for reliable ^{26}Al measurements (LO4b) while 141 mg of the recovered muscovites were added to the other half before it is processed for ^{26}Al measurements (LO4c).

As presented Table 6.4, the ^{27}Al concentration of the muscovites-loaded sample (LO4c) is 17 times higher than the ^{27}Al concentration of the muscovites-free sample (LO4b). Consequently and taking into account the ^{27}Al spike added to LO4b to obtain an amount of measurable

material, the measured $^{26}A1/^{27}A1$ ratios differ by an order of magnitude. Although scarcely perceptible and negligible compared to ~20 g of dissolved quartz, the quantity of added muscovites (141 mg) nevertheless significantly distorts the ^{27}Al natural concentration and the $^{26}Al/^{27}Al$ ratio measurements. This leads to an erroneous determination of the ^{26}Al concentration and consequently of the $^{26}Al/^{10}Be$ ratio and of the derived burial duration. Getting rid of these alumina minerals is therefore paramount.

Sample	Mass (g)	[^{27}Al] (ppm)	[^{27}Al] x10^{17} (at/g)	Added spike (µL)	^{26}Al/^{27}Al (x10^{-14})
LO4	21.93	158.30±1.53	35.33±0.34	0	1.58±0.25
LO4b	23.96	13.98±0.09	3.12±0.02	251	2.61±0.32
LO4c	19.99	241.40±1.24	53.88±0.28	0	0.57±0.17

Table 6.4: Data concerning aluminum content measurements. The used spike has a concentration of 9372.07±46.86 ppm.

2.7.1.2-The Niaux-Lombrives-Sabart case: link between glaciations and base level rising and consequences on reliability of cosmogenic burial dating

The random dispersion of the burial durations derived from samples collected in the Niaux-Lombrives-Sabart system in areas where stratigraphic and geometric relationships were obvious as well as the disagreement between the $^{26}Al/^{10}Be$ and $^{10}Be/^{21}Ne$ burial durations derived from samples from the Lombrives' Lions Gallery (LO1, same sands than Ni12-02) may result from mixing between different sedimentary sources (e.g., Sartégou et al., in revision) and/or mixing of most recent sand transported into a fossilized cave by a flood and then be deposited (e.g., Häuselmann, 2007; Sartégou et al., in revision). This hypothesis is supported by: (i) inconsistencies between the $^{26}Al/^{10}Be$ burial durations derived from samples trapped between stalagmitic floors and the U-Th dating of the trapping stalagmitic floors (Figure 6.11); (ii) the presence of several quartz populations revealed by thin-section observations (Sorriaux, 1982). The thin-section observations not only evidenced angular quartz co-existing with more dull quartz, but also showed differences in the state of deterioration according to the deposits. *A priori* of glacial origin, the worn-out quartz rolled during alluvial transport phases include tearing figures or grinding traces. Such mixtures of different materials of different origins in the same samples may at least result from two different mixing processes: (i) before entering the cave, through the remobilization of sediments which have experienced different pre-burial episodes (e.g., Laureano et al., 2016; Sartégou et al., in revision); (ii) within the cavity, through the remobilization of sediments during re-flooding phases (e.g., Häuselmann, 2007) which may have been energetic as evidenced by the observed morphologies. Whatever the case, at the end, sediments with different $^{26}Al/^{10}Be$ ratios are mixed and the pre-burial ratio of the studied deposit (at the time of the filing) is not the expected theoretical one. The derived burial durations are consequently erroneous. The

various assumptions given above are related to processes resulting from the succession of climatic cycles and thus suggest the significant influence of the Quaternary glacial cycles on the incision record. In addition, they highlight the fact that whatever the dating methodology used, the sample to be analyzed has to be carefully selected to ascertain that it is the most appropriate to answer the initial scientific question.

The presented data also reveal that the studied karstic networks are traversed several times during the incision of the valley. Indeed, several alluvial phases are evidenced by this work and those of Sorriaux (1982). This implies firstly that it may thus be admitted that the integrality of the already in place sediments is not evacuated when the water circulates again in the networks. Secondly, even if the galleries are large, the flows having transited later through the networks were powerful enough to be able to transport blocks. As proposed by Sorriaux (1982), this could be explained by a base level rise, in the karstic sense of the term, during the glaciation phases. Furthermore, the glacial origin of such formations and processes is attested by Sorriaux's work (1982).

Beyond highlighting more complex than anticipated development and evolution processes of karstic networks, the data presented and their potential interpretation have many implications for the significance of the determined burial durations. Assuming that the sediment subject to a simple surface exposure history that is subsequently injected into the gallery mixed with necessarily older already buried alluvial deposits, the burial duration derived for the sampled deposit should be minimal. In addition, exchanges between network levels may occur. Indeed, the formation of a well such as that linking, for example, the two levels of the Lombrives cave, implies ascending flows. Thus, it becomes possible that material contributing to the formation of this well, yet representative of the lower level, "polluted" the upper level.

It should be noted that determining if the calculated burial durations are minimum or maximum burial durations is complex. Indeed, if the measured ratios result from the mixture of two initial ratios in which the value of the highest ratio cannot be determined because the proportion of each contributor is unknown, the upper limit to be determined cannot rely on the uncertainty associated to the higher ratio of the two and the deduced burial duration cannot therefore be considered as a minimum burial durations. This reasoning also applies to the determination of the maximum burial time, the lowest ratio and its associated uncertainty remaining unknown.

To ensure the representativeness of a karstic alluvium sampled to quantify the incision rate of a valley it thus appears crucial to cross several types of analysis and methods where possible: stratigraphy, karstic geomorphology, geochemical and/or luminescence analyzes (burial

duration, provenance), particle size analyzes, microscopic analyzes, etc. A cross-checking with the analysis of the concretions is also recommendable.

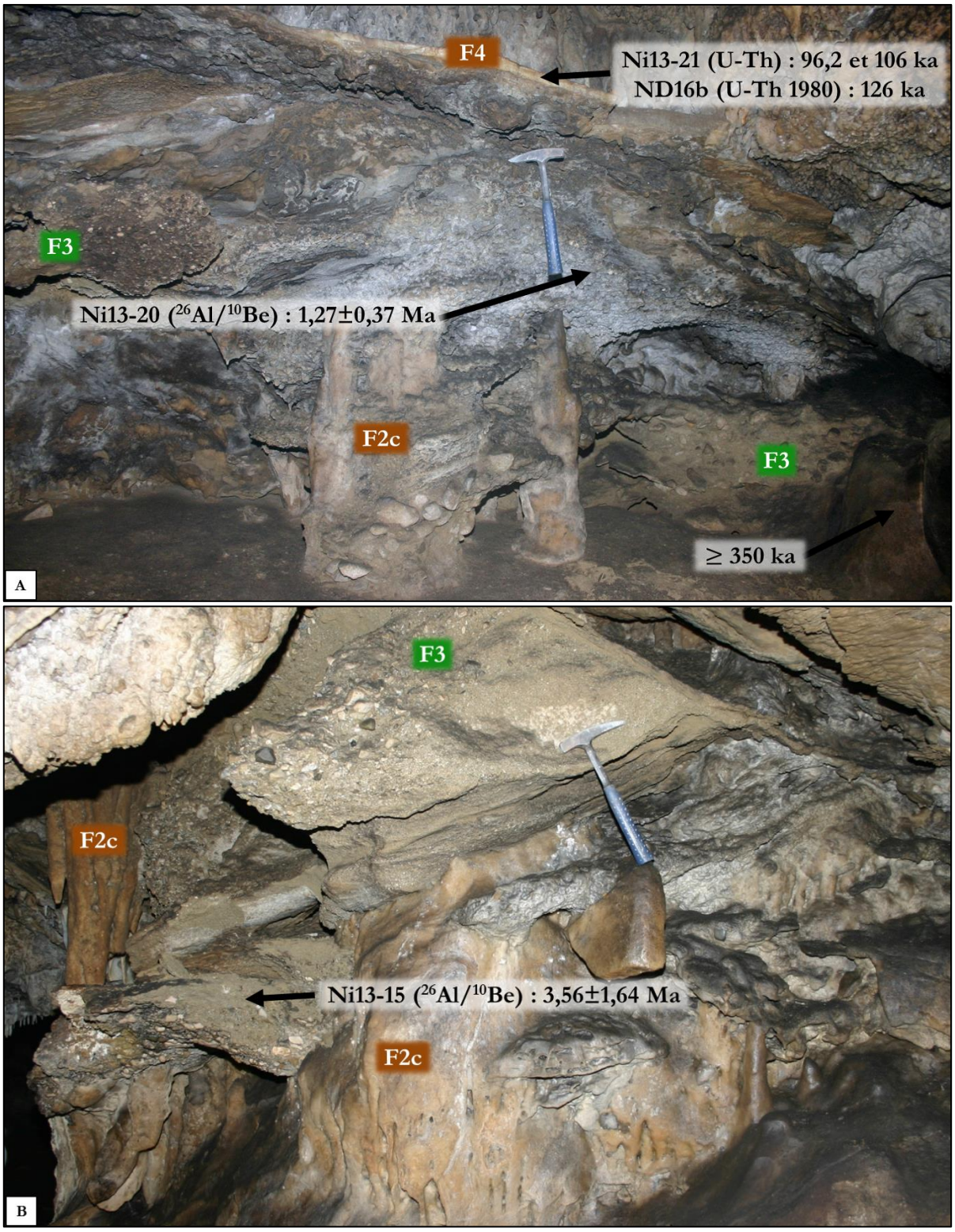


Figure 6.11: Example of polyphased fillings in the Niaux cave (ph. P. Sorriaux). A) The F3 sandstones are sealed by stalagmitic floors dated between ~90 and ~150 ka (Ni13-21 and Ni13-22; Sorriaux & Delmas, 2016). The roof of the calcite complex (F2c) is superior to around 350 ka outside the concretion and ~400 ka at the heart of the concretion (Ni13-18; Sorriaux & Delmas,

2016). The F3 Formation gives heterogeneous burial durations (see Ni13-15, Ni13-20 and Ni13-23 in the Niaux cave, and LO7 in the Lombrives cave). B) Ni13-15 (3.46 ± 1.82 Ma) is located on the other side of the gallery.

2.7.2. Relationship between incision process, stepped karstic systems, water table and epiphreatic galleries and consequences about TCN obtained results

As a reminder, the used concept is based on the following basic assumption: the large epiphreatic and phreatic networks are hollow at the roof of the aquifer (water table). Thus, as a valley develops and the water table descends, the old networks are fossilized and new networks are set up at the level of the new water table.

However, if this setting is well composed of stepped subhorizontal caves bearing markers of circulations in phreatic/epiphreatic regimes, it seems difficult to only consider this single model. It should be remembered that not all levels have the same meaning (e.g., Audra & Palmer, 2011; 2013; Mocochain et al., 2009). In the case of the Ariège valley (Niaux-Sabart-Lombrives network), these are old karsts reactivated during the glaciations phases, with polyphased fillings.

The majority of speleogenesis probably took place according to this initial model (record discussed in the next section). However, subsequent major re-flooding seems to have profoundly reshaped the major networks, without their influence being truly quantifiable. The entire sedimentary record is not representative of the sole process of valley deepening since the Miocene. This must be kept in mind, as such consideration will be the argument used to discard a number of results (Ni12-02, Ni13-08, Ni13-10, Ni13-12, Ni13-13, LO8, LS1, Lo12-02, LO1). Moreover, the interpretations presented in the following paragraph, even if based on solid petrographic and morphological arguments, have to be considered as sound interpretations given the present state of knowledge.

These facts for large networks are difficult to extend to small cavities. Sedimentary sections are rarely visible and deposits do not appear polyphased. The morphology of the grains does not allow, a priori, seeing a glacial influence. But these elements do not make it possible to rule out the possibility of later re-flooding events. However, if they occurred, the concordance between the $^{26}Al/^{10}Be$ burial durations (example of the Esplourgues, Enchantées and Bédeilhac caves) suggests a single deposition phase, not mixtures.

To conclude this part, the filling dates roughly the age of the gallery in which it was taken. It is not easy to know if this assertion is verified in other cavities of the valley. We recommend being cautious in other contexts when extrapolating the measured burial durations on the sediment, to an entire gallery level. Here, such burial durations have been ruled out in relation to

stratigraphic, petrological, gallery morphologies, etc., but the selected samples may not necessarily be the most representative of our problem.

2.7.3- Presumed evolution of the Ariège valley since the Langhian

Bearing in mind all the potential complications mentioned above, the calculated burial durations allow proposing a probable evolution of the incision of the Tarascon valley since the Langhian (around 13 Ma) which corresponds to the burial duration derived from a sample taken in the most perched sampled cavity, the Mirouge cave (Figure 6.12). From the Langhian to the Tortonian, the range of possible incision rates deduced from burial duration calculated using the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratio measured in three samples from the Mirouge, Souloumbrié and Moutons caves vary between 80 and 310 m/Ma. This poor constrain results from the low preservation of cavities at this altitude range, and from the small amount of alluvium to be sampled. From the Tortonian to the Mio-Pliocene transition, the range of possible incision rates varies between 20 to 30 m/Ma. However, the scenario of a "continuous" incision rate of roughly 55 m/Ma from the Langhien to the Mio-Pliocene transition appears also quite reasonable. This latter proposal must nevertheless be moderated by the fact that phases of stationarity, more or less pronounced, are required to allow the establishment of karst networks (Audra, 1994). After the Mio-Pliocene transition, it is difficult to deduce incision rates due to the perturbations introduced by the glaciation re-flooding events. . Indeed, from the present up to the Tortonian (~ 9 Ma), several scenarios are possible. Considering the burial duration upper bound obtained in the Massif du Calamès, a maximum incision rate of the order of 200 m/Ma during the Plio-Quaternary can be estimated. Considering the burial duration lower bound, a minimum incision rate of the order of 25 m/Ma during the same period can be estimated.

These incision rate ranges agree with those estimated in the easternmost Têt river valley (Sartégou et al., in revision). Similar work carried out further west on the Salat watershed in the Arbas massif (Genti, 2015) has led to incision rates close to 110 m/Ma since the Pliocene. On the Garonne terraces, Stange et al. (2014) have obtained maximum incision rates of ~46 m/Ma.

Moreover, the presented dataset is consistent with the reconstructions of paleo-weathering surfaces (Monod et al., 2016) and their associated age ranges. Indeed, the weathering profiles associated with Highly-Elevated and Low Relief surfaces in the studied area may have developed between the Eocene – Oligocene and the Late Miocene (e.g., Calvet, 1996), and seem to be related to the Pyrenean orogeny. Monod et al. (2016) considers that the Aston-Beille surface has been denudated by no more than 50 m since the Miocene, and partially dissected by

incision. Our dataset seems to corroborate these assumptions. Indeed, by extrapolation of the incision rates, the Beille plateau (between 1800-2000 m-height) would have been formed between the Middle Burdigalian (~ 18.5 Ma) and the Rupelian (~ 32 Ma).

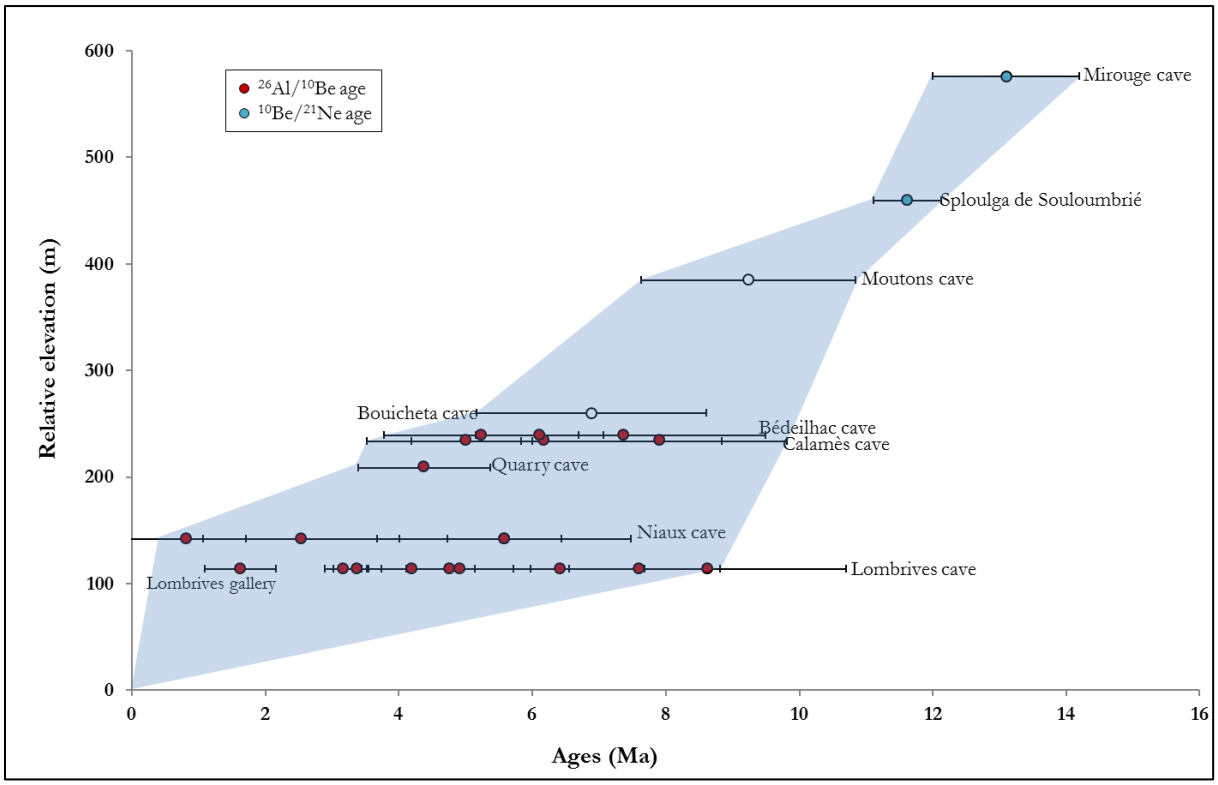


Figure 6.12: Evolution of the Ariège valley since Langhian. We have distinguished the burial durations calculated from the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios (red dots) from those calculated from the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios (blue dots). The burial durations calculated from poorly purified samples (presence of muscovites) were discarded (white dots). Incision rates are estimated considering the relative altitudes between two cave entries and the burial durations calculated at these two levels. The small variations of relative altitudes related to gaps in the networks included in the uncertainties are neglected. <u>Attention, les résultats en blanc sont des prévisions relativement aux concentrations en Be et à ceux obtenus avec l'Al. Ces acquisitions seront faites le plus rapidement possible. Mais cela ne devrait pas impacter l'enregistrement et le principal message de ce chapitre.</u>

Because the incision during the Langhian-Serravallian period may be due either to a not documented uplift or to a global base level falls such as that recorded during the Langhian-Serravallian transition (Haq et al., 1987), the driving mechanisms of the incision remain unknown. For the more recent periods (Tortonian to Pliocene), it is still difficult to affirm that a single mechanism drove the incision even if the work of Stange et al. (2014), Delmas et al. (2015) and Mouchené et al. (2017) suggest a dominance of external forcing during the Quaternary.

2.7.4- Paleodenudation rates

The calculated Langhian to Tortonian paleo-denudation rates (Table 6.3) are similar to those determined in the Têt river valley (Sartégou et al., in revision) and for the French Massif Central (Olivetti et al., 2016), which is part of the Hercynian orogenic belt. Such paleo-denudation rate values are in addition coherent with the fact that a ^{10}Be concentration high enough to be significantly different from the background value remains in the samples even after burial durations of the order of 10 Ma. This indeed implies very high initial ^{10}Be concentrations, and therefore a long pre-exposure to cosmic rays on a very stable surface, within the quartz mineral of the samples. Similarly, the fact of being able to measure non-inherited cosmogenic neon implies a long pre-exposure of the sample on a very stable surface. Thus, the measured concentrations testify to the stability of the massive sources before the initiation of the incision. This interpretation appears consistent with the AFT-fission tracks data acquired in the Arize, Trois-Seigneurs, Aston and Bassiès massifs (Gunnell et al., 2009; Vacherat et al., 2016). Furthermore, (U–Th)/He dating on zircons and apatites show that little erosion occurred since the Eocene-Oligocene epochs (Denèle, 2007; Fitzgerald et al., 1999; Gunnell et al., 2009; Jolivet et al., 2007; Morris et al., 1998; Sinclair et al., 2005; Vacherat et al., 2014). Such agreements between these data and ours could mean that the incision phenomenon would have a predominantly tectonic origin.

No trend due to a possible effect of particle size on the calculated paleo-denudation rates could be detected during this work. The only argument that can explain some of significantly higher paleo-denudation rates is the origin of the clasts. Indeed, similar lithologies are found at very remote locations in the watershed. In this case it is not possible to discriminate whether the pebbles originate from proximal or distal points in the catchment, and whether they have been produced in more sloping areas, during particular climatic events, or during stochastic events, for example.

Previous denudation rate estimates derived from TCN concentrations in the northern Pyrenees mainly come from alluvial terrace studies in piedmonts (Stange et al., 2014; Delmas et al., 2015; Nivière et al, 2016; Mouchené et al., 2017), or from preliminary dating of alluvial cave sediments (Genti, 2015; Sartégou et al., in revision). Pleistocene and Holocene alluvial terraces have led to denudation rates similar for most of them to those presented in this study. Delmas et al. (2015) determined Quaternary denudation rates between 0 to 20 m/Ma while Mouchené et al. (2017) obtained Quaternary denudation rates between 0 and 1800 m/Ma, depending on the studied terraces. Moreover, denudation rates determined from Ariège River tributaries deposits

(Aston-Beille catchment) are also consistent with our data (Crest, 2017). No gradation of the paleo-denudation rates during the Miocene was observed by comparing the studies carried out on the Têt river valley (Sartégou et al., in revision) and this work.

2.8- Conclusion

In this work, we were partially able to quantify the incision of the Ariège valley since the Langhian using data previously acquired for the Quaternary period. The incision may have begun in the early Miocene due to driving mechanisms still to be identified. The estimated incision rates are of the order of 56 m/Ma during the Miocene and do not exceed the values estimated in related studies carried out on the Salat valley to the west (Genti, 2015) and on the Têt valley to the east (Sartégou et al., in revision). One of the key points of this study is the demonstration of the wide dispersion of the data within the same karstic network, as illustrated by the Niaux-Lombrives network in the Cap de la Lesse massif. The Niaux-Lombrives-Sabart stepped karstic system is thus an illustration of an ancient karst, with polyphased fillings in a glacial context (probably several glaciations). It turns out that during the Würmian last glacial maximum the Ariège valley was almost completely covered by ice, whose melting generated new floods in the already developed underground karstic networks. These re-flooding have caused the mixing of sediments that have just been buried with sediments that have already been shed from cosmic radiation for several million years. As a result, the used methodology suffers from significant limitations and does not allow to accurately reconstructing the Mio-Pliocene history of the area. Bearing in mind all these potential complications, the presented data nevertheless demonstrate the preponderant aspect of external forcing on the incision process even though several forcing have been involved to model the current landscape. This example also illustrates the fact that all stepped karstic systems are not necessarily relevant markers in order to make sharp reasoning about valleys incision processes.

Finally, this work demonstrated the scope of the use of cosmogenic ^{21}Ne combined with the determination of ^{10}Be and ^{26}Al concentrations in karstic deposits to determine the abandonment age of karst systems, notably for the oldest systems via the use of the ^{10}Be-^{21}Ne paired nuclides.

3 – Discussions autour de données absentes de l'article

3.1 – Données acquises dans le cadre du M2 d'Audry Bourdet (2013-2014)

Un travail préliminaire conséquent a été effectué par Audry Bourdet lors de son stage de M2. Ces travaux s'appuyaient «également sur un financement dans le cadre du programme RGF-Pyrénées, et sur un projet de la DRAC Midi-Pyrénées porté par P. Sorriaux.

3.1.1 – Données nucléides cosmogéniques

Audry Bourdet a prélevé des sédiments dans de nombreuses cavités de la zone qu'elle a explorées :

- Les grottes du massif de Calamès ;
- Les grottes du massif du Sédour ;
- La grotte de Niaux.

Sa venue au CEREGE au cours de son stage lui a permis d'initier la prise en charge de quatre échantillons du massif de Calamès, deux échantillons du massif du Sédour, neuf échantillons de la grotte de Niaux, et un échantillon provenant du massif du Quié de Lujat, remis par Max Nicol. Elle en a notamment isolé et purifié les quartz et a ajouté à chacun d'eux l'entraîneur ^{9}Be. Elle n'a pas pu toutefois effectuer l'extraction chimique du ^{10}Be et de l'^{26}Al prise en charge par Valéry Guillou. Une fois les données les concernant acquises, je les ai donc traitées en fonction des paramètres caractéristiques des bassins versants et des cavités.

Tous les échantillons analysés contenaient des concentrations en ^{10}Be mesurables, à l'exception de NI-13-17 (comme décrit dans le projet d'article (voir Tableau 6)) dont la concentration en ^{26}Al se situait par ailleurs en-deçà de la limite de détection. De l'^{27}Al entraîneur a été ajouté au seul l'échantillon NI-13-12 dont la teneur naturel en aluminium se situait à la limite de la valeur admise comme nécessaire pour produire la quantité de matière nécessaire à la réalisation d'une mesure par SMA de la concentration en ^{26}Al. Des durées d'enfouissement ont donc pu être estimées pour l'ensemble des échantillons, à l'exception de Ni-13-17. La valeur obtenue pour la grotte des Moutons, SED-14-01 est aussi à considérer avec précaution, la concentration en ^{26}Al déterminée n'étant pas significativement différente du bruit de fond.

Le premier enregistrement alors obtenu pour la vallée de l'Ariège est présenté en Figure 6.12. Il est basé sur des datations moyennées et pondérées par leurs incertitudes de quatre étages impliquant le massif de Calamès et la grotte de Niaux. Cet enregistrement met en évidence un taux d'incision relativement constant du Messinien au Pliocène estimé à environ 70 m/Ma. Toutefois, en prenant en considération les incertitudes de mesures, les taux d'incision sont compris entre ~45 et ~100 m/Ma.

Échantillon	Grotte	Altitude	^{10}Be (at/g)	1s ^{10}Be (at/g)	^{27}Al total (at)	^{26}Al (at/g)	1s ^{26}Al (at/g)	Durée d'enfouissement (Ma)	1s (Ma)
NI-13-05	Niaux	672	54866	3112	4,08E+19	26345	8799	5,59	0,85
NI-13-08	Niaux	672	26878	3445	1,49E+20	16007	12189	5,17	2,10
NI-13-10	Niaux	672	73163	7048	5,28E+19	27112	15668	6,01	1,54
NI-13-12	Niaux	672	7945	975	2,04E+19	16584	8366	2,54	1,47
NI-13-13	Niaux	672	20665	2296	5,34E+19	96523	26911	0,82	0,90
NI-13-15	Niaux	672	24708	4097	1,34E+20	31690	15877	3,56	1,64
NI-13-17	Niaux	672	-	-	3,97E+20	BDL	BDL	-	-
NI-13-20	Niaux	672	28944	3569	7,27E+19	103820	27854	1,38	0,92
NI-13-23	Niaux	672	28255	2511	8,82E+19	52865	18982	2,76	1,01
LUJ-13-01	Mirouge	1096	8612	1013	5,65E+19	10323	5965	3,73	1,62
SED-13-02	Bouicheta	780	30153	5482	1,64E+20	32991	16525	3,89	1,72
SED-14-01	Moutons	850	16179	2048	7,92E+19	5850	5850	6,24	2,65
CALA-14-02	Enchantées	704	61259	3912	6,59E+19	81834	19920	3,44	0,68
CALA-14-04	Esplourgues	700	29067	4668	1,23E+20	37039	16774	3,57	1,50
CALA-14-05	Esplourgues	700	64997	5077	8,39E+19	84323	24037	3,50	0,81
CALA-14-06	Carrière	680	69945	6955	1,17E+20	59034	19734	4,38	0,99

Tableau 6.5 : Résultats des mesures sur les échantillons de M2 d'Audry Bourdet. Il est à noter un changement de nomenclature pour les échantillons provenant des grottes du massif du Calamès : la grotte des Esplourgues désigne en réalité la grotte Calamès I, II et III telle que définie par Audry, et la grotte des Enchantées est le véritable nom de la grotte désignée comme des Esplourgues dans les travaux de M2.

Cependant, un examen attentif de reliquats de quartz qui furent purifiés pour les analyses décrites précédemment (SED14-01, NI13-05, LUJ13-01, CALA14-02, CALA14-04 et CALA14-06) révèlent qu'ils contiennent des quantités de muscovites non négligeables (au moins 5% à l'œil nu), expliquant leurs concentrations en aluminium total conséquentes. Tous les échantillons traités par Audry Bourdet n'ayant pas de reliquat et n'ayant pas pu donc être observés, il n'est toutefois pas possible de conclure quant à la non-validité de l'ensemble des échantillons traités. Les datations effectuées lors du M2 d'Audry paraissant néanmoins sujettes à caution, il est apparu nécessaire de prélever de nouveaux échantillons er et d'en retraiter certains. Ces résultats sont synthétisés dans le projet d'article présenté précédemment.

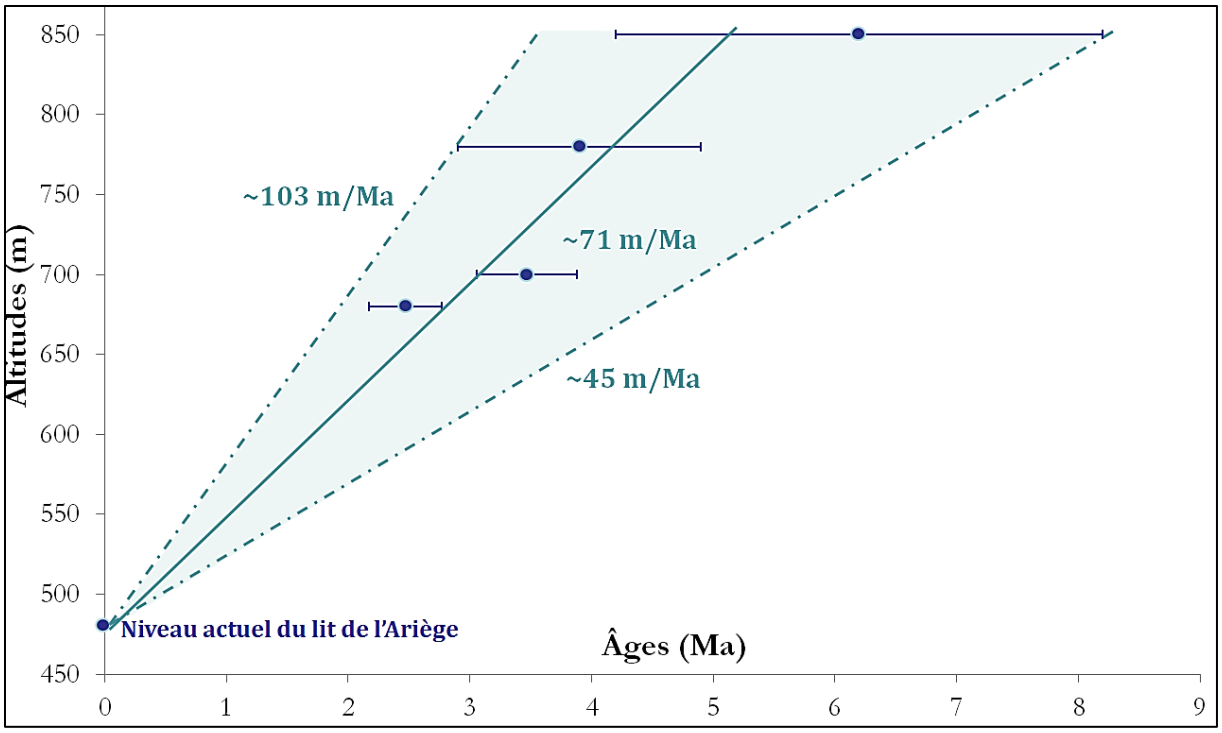


Figure 6.12 : Enregistrement de l'encaissement de la vallée de l'Ariège au cours du temps, d'après les échantillons prélevés et purifiés par Audry Bourdet.

3.1.2 – Données granulométriques

Les courbes granulométriques correspondant à six échantillons prélevés dans les quatre massifs et analysés par Audry Bourdet sont données en annexes de son mémoire. Elles permettent d'estimer la diversité des sources des sédiments et de tester la validité des échantillons choisis pour les analyses.

Échantillon	Argiles/Limons	Sables fins	Sables grossiers
NI-13-08	25	30	45
SED-13-02	17,5	35	47,5
SED-14-01	15	55	30
LUJ-13-02	17,5	35	45
CALA-14-04	45	40	15
CALA-14-06	2	56	42

Tableau 6.6 : Synthèse des proportions obtenues pour chaque classe granulométrique. Les argiles/limons désignent les particules de 0,02 à 2 µm ; les sables fins désignent les particules de 50 à 200 µm ; les sables grossiers désignent les particules de 200 à 2000 µm.

Les échantillons des quatre massifs sont majoritairement constitués de granulométries sableuses (Tableau 6.6), ce qui est confirmé par observation macroscopique et durant les phases de broyage et tamisage sur l'ensemble des échantillons ariégeois. Cinq des courbes étaient

unimodales, témoignant d'une potentielle origine unique des sédiments. En revanche, l'échantillon LUJ-13-02 qui se trouvait à proximité du porche de la cavité a une distribution bimodale. Cet échantillon n'était donc probablement pas le plus représentatif des trois prélevés pour renseigner sur la mise en place des sédiments dans la cavité et leur origine. Les sédiments pouvaient également provenir de différentes sources, ce qui est difficilement vérifiable du fait de la topographie actuelle. La morphoscopie des quartz de cet échantillon témoigne seulement de matériau ayant une origine alluviale.

Il est également nécessaire de préciser que cette technique est assez complexe à appliquer sur nombre de sédiments provenant de cavités pour lesquels la cimentation est souvent très importante.

3.2 – La vallée de l'Hers et la montagne de la Frau

Afin de documenter de manière plus approfondie l'évolution de la chaîne dans cette zone à proximité des Pyrénées centrales, un affluent plus oriental de l'Ariège a été étudié, l'Hers-Vif (Figure 6.14).



Figure 6.14 : Vue satellite de l'ensemble des massifs ariégeois étudiés. Les hexagones rouges désignent les cavités creusées par l'Ariège, le Vicdessos et le Saurat qui font l'objet de la partie 2. Les cercles blancs concentriques représentent les cavités creusées par l'Hers et ses affluents.

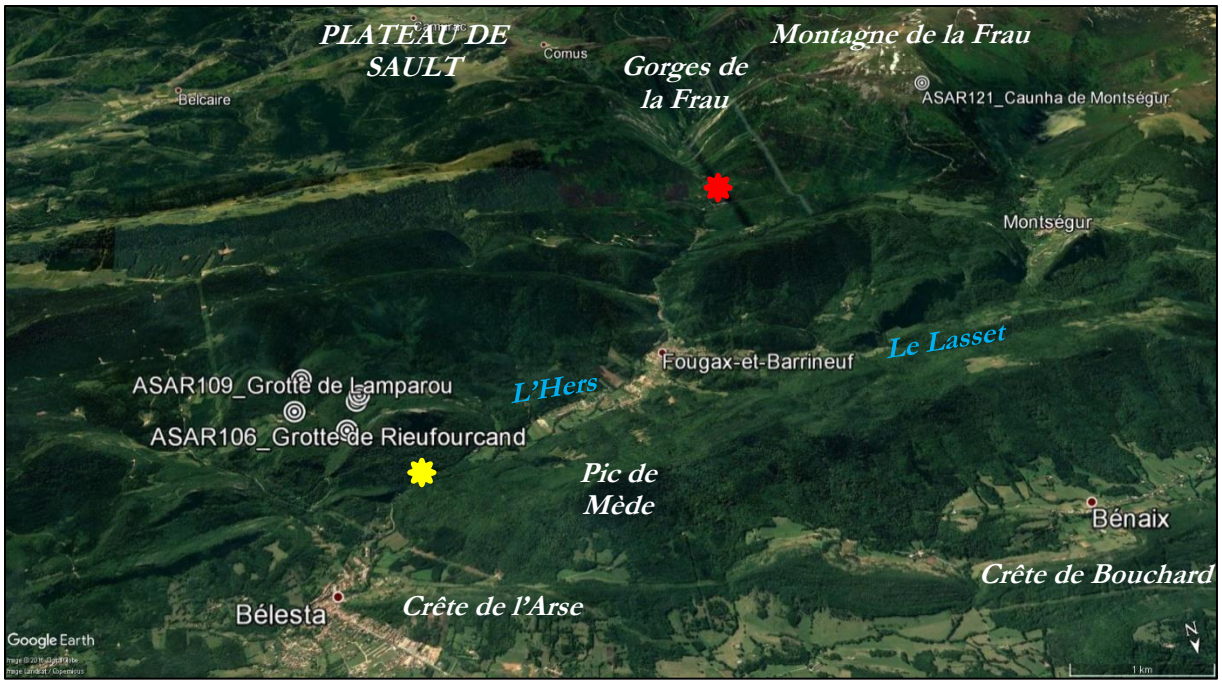


Figure 6.15 : vue d'ensemble Google Earth des cavités visitées dans le secteur de Bélesta-Montségur. L'étoile jaune représente l'emplacement de la fontaine de Fontestorbes. L'étoile rouge représente la fontaine de l'Esqueille.

L'Hers-Vif rejoint l'Ariège à Cintegabelle. Il prend sa source aux environs du col du Chioula (1500 mètres) et traverse le nord-ouest du Pays de Sault avant de s'encaisser dans les gorges de la Frau (Figure 6.1). Il est à noter que plusieurs résurgences saisonnières restituent ses eaux à l'Hers à la sortie des gorges, dont la fontaine de l'Esqueille et celle plus connue de Fontestorbes (Figure 6.1). Ces deux résurgences sont intermittentes. L'Hers reçoit donc actuellement une partie des eaux drainant le plateau de Sault (Figure 6.1). Le torrent traverse ensuite les chaînons massifs plissés du Plantaurel, tel que le synclinal de Lavelanet, avant de s'écouler dans l'avant-pays.

L'étude de cette zone revêt un aspect particulièrement important du fait de l'omniprésence de plateaux perchés, notamment le plateau de Sault. Ces surfaces aplanies sont incisées par l'Hers et ses affluents, en particulier le Lasset (affluent en rive gauche), ou encore le Blau (affluent en rive droite) qui récolte les eaux provenant en partie du plateau de Sault.

3.1.1 – Le Pays de Sault

Le Pays de Sault se situe à la fois dans la ZNP, dans la ZIM et dans la ZA d'un point de vue tectonique. Il est constitué en grande partie de carbonates paléozoïques et mésozoïques karstifiés. Le plateau a été porté en altitude lors de l'orogenèse pyrénéenne et a subi des phases d'altérations lors des périodes d'émersion. Les auteurs différencient deux niveaux de surfaces, une

surface fondamentale S1 et une surface plus récente S2 (Figure 6.1). La surface S1, supposée provenir d'une période de faible gradient hydraulique et de forte altération, est relativement étendue sur la surface nord des Pyrénées. Elle daterait du Miocène (Calvet, 1996) ou de l'Aquitanien (Meurisse, 1973). Le plateau de Sault à proprement parler est un excellent témoin de la surface S2 (Calvet, 1996) qui se trouve bien représentée par la surface d'Espezel à une altitude de 900 mètres environ. Un épandage alluvial composé de granulométries allant des blocs aux argiles scelle cette surface (Lagasquié, 1963 ; Meurisse, 1973 ; Calvet, 1996). Il est classiquement décrit par ces auteurs comme un épandage sablo-argileux emballant des blocs de quartz, de manière assez similaire à l'épais épanchement alluvial de Lannemezan. Il est interprété par Goron (1937) et Calvet (1996) comme une ancienne formation alluviale, de type cône de déjection, déposée par un paléo-Rébenty entre 3,6 et 0,9 millions d'années. Ces dépôts sont aussi interprétés par Meurisse (1973) comme des sédiments déposés par une paléo-Aude connectée à l'Hers au Messinien (7,2 à 5,3 Ma), en s'appuyant sur des arguments spatiaux, géomorphologiques et d'altérations.

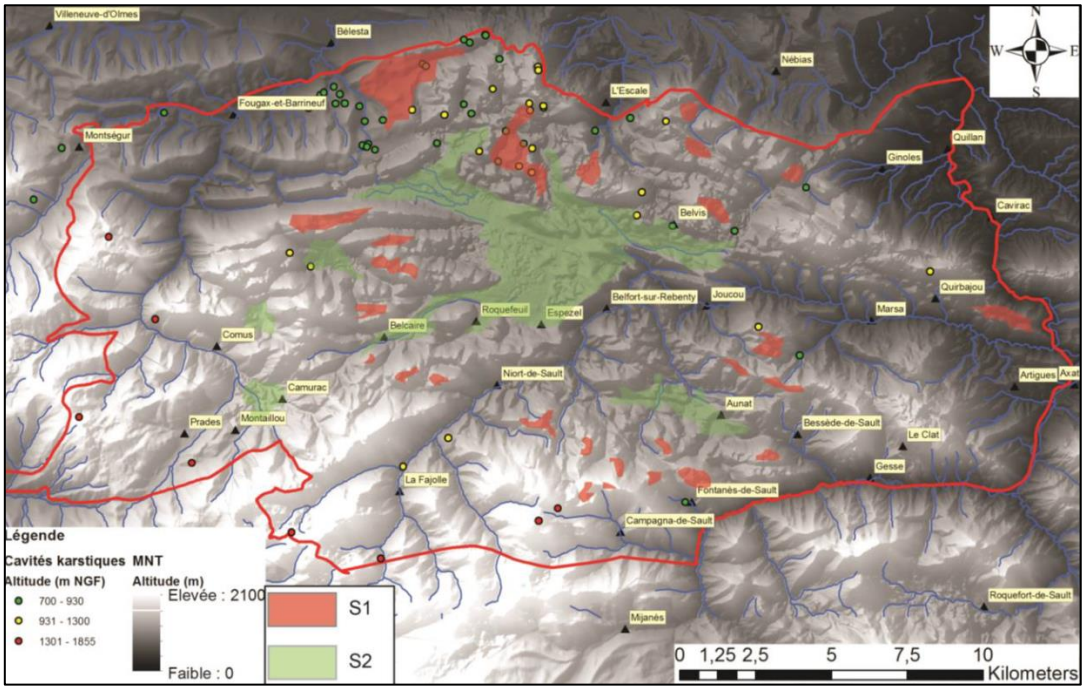


Figure 6.16 : Surfaces d'aplanissement identifiées dans le Pays de Sault (Monod *et al.*, 2016). Si peu de reliquats de la surface S1 subsistent (en rouge), la surface S2 (en vert) est bien développée notamment au niveau d'Espezel. Les cavités répertoriées sont représentées en vert lorsqu'elles sont en-deçà du niveau topographique de S2, et en jaune et rouge lorsqu'elles sont perchées au-dessus de cette surface. Ces cavités ne sont pas nécessairement d'anciens drains noyés ou épinoyés.

Quoiqu'il en soit, au Plio-Quaternaire, le plateau de Sault est fortement influencé par les variations eustatiques tant sur sa façade occidentale drainée par l'Hers, qu'orientale, connectée à la façade méditerranéenne par l'Aude et le Rébenty. Cette influence, liée ou non à un soulèvement tectonique, a causé une intense karstification des carbonates de la zone, l'alternance des cycles glaciaires/interglaciaires (Lagasquié, 1963 : Meurisse, 1973) ayant pu engendrer une baisse conséquente du niveau de base.

Le Quaternaire voit le réseau hydrographique moderne se mettre en place et inciser fortement les terrains (Figure 6.1). Cette incision a pu débuter dès le Pliocène selon certains auteurs. En effet, elle est interprétée comme résultant d'un soulèvement tectonique Pliocène (de Sitter, 1952 ; Meurisse, 1973) ou Quaternaire (Calvet, 1996), ou d'une baisse du niveau de base en lien avec les cycles glaciaires/interglaciaires (Lagasquié, 1963 ; Meurisse, 1973). Au Würm, les glaciers descendent jusqu'à Camurac, engendrant la mise en place de fins limons jaunes sur une dizaine de mètres d'épaisseur et de grèzes litées à proximité de Belcaire (Lagasquié, 1963).

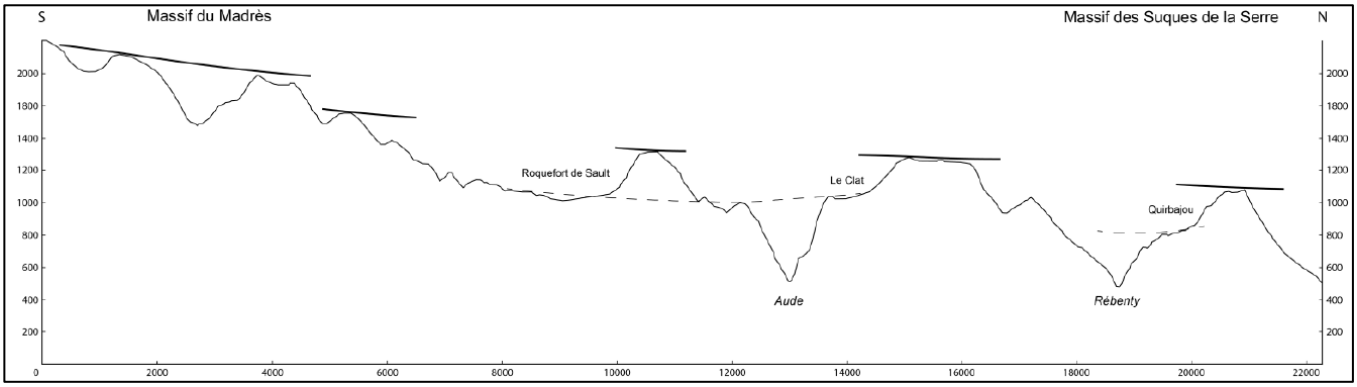


Figure 6.17 : Coupe topographique au travers des massifs du Madrès, en passant par le col du Malagrède et quelques localités étudiées du plateau de Sault (figure A. Laffitte).

Concernant nos travaux, il est possible de distinguer les réseaux karstiques liés à l'Hers, au Rébenty, et à l'Aude. Ces réseaux karstiques sont localisés soit au-dessus de la surface d'Espezel, soit en-deçà (Figure 6.1). Les galeries perchées dans la vallée de l'Aude et du Rébenty sont étudiés au chapitre suivant, celles étudiées dans l'Hers étant détaillées ci-après. En revanche, la contrainte d'âge relativement à la surface d'Espezel est applicable à ces trois vallées : les cavités perchées au-dessus des 900 mètres d'altitude de la surface d'Espezel (et en-dessous de S1) sont a priori antérieures à sa mise en place, alors que les paléokarsts étagés en-deçà de cette altitude sont a priori ultérieurs à la mise en place des alluvions sur le plateau.

Il apparaît donc fondamental d'obtenir des contraintes chronologiques absolues au niveau des dépôts alluviaux du plateau d'Espezel, et de les comparer aux durées d'enfouissement obtenues dans les paléokarsts de la zone. Une étude de ce type permettrait également d'avoir une

idée de la potentielle contamination des rapports mesurés dans certains réseaux karstiques. Ces travaux sont menés par une équipe de Géosciences Environnement Toulouse, dans le cadre du master d'Alexis LAFFITTE, avec qui nous avons collaboré.

En l'absence de chronologie absolue, le paléokarst sus-jacent à la surface d'Espezel serait plus ancien que ladite surface, mais plus récent que la surface S1 qui surmonte topographiquement les niveaux de cavités (Figure 6.1). D'après les éléments de datations de Calvet (1996), ce paléokarst daterait donc du Miocène supérieur. En revanche, d'après Meurisse (1973), il se serait mis en place au Miocène inférieur.

Sans ces éléments de datation, la karstification en-deçà du pays de Sault pourrait aussi bien s'initier :

- au Miocène inférieur en réponse aux variations eustatiques méditerranéennes, sous réserve que l'Aude ait été connectée à la Méditerranée dès la crise de salinité messinienne, et/ou durant une phase de surrection Pliocène ;
- au Quaternaire du fait des effets combinés de l'eustatisme et du climat (Lagasquié, 1963) et d'une phase de surrection Quaternaire (Calvet, 1996). En effet, une phase de bas niveau marin aux alentours de 18 000 ans BP, au dernier maximum glaciaire, a pu créer un potentiel de karstification d'environ 120 mètres. Cependant, pour expliquer l'épaisseur karstifiée en-deçà du niveau de la surface d'Espezel, cette unique cause est insuffisante et implique d'avoir recours à une phase de tectogenèse.

3.1.3 – Cavités étudiées

Afin de contraindre ces hypothèses, les cavités ont été explorées aussi bien à l'ouest du plateau (affluents de l'Hers, ce chapitre) qu'à l'est (Aude et Rébenty, chapitre suivant).

Comme cela est visible sur la Figure 6.1, peu de cavités sont référencées dans le secteur du Gélat – Rieufourcant, à l'exception d'un groupement de grottes visibles dans les vallons creusés par de petits affluents de l'Hers. C'est le cas du vallon où se niche Rieufourcant (ou Rieufourcand), au pied du Roc de l'Aigle (Figure 6.1). Cinq grottes ont été prospectées dans ce secteur. : le Trou du Chasseur, celle de Rieufourcand, celle de Ludax, celle de la Dame Blanche et celle de Lamparou.

Ces cavités sont toutes subhorizontales et présentent un développement hectométrique à l'exception de celle du Lamparou (Tableau 6.7). Elles sont concentrées autour d'une même gamme altimétrique, entre +222 m et +292 m.

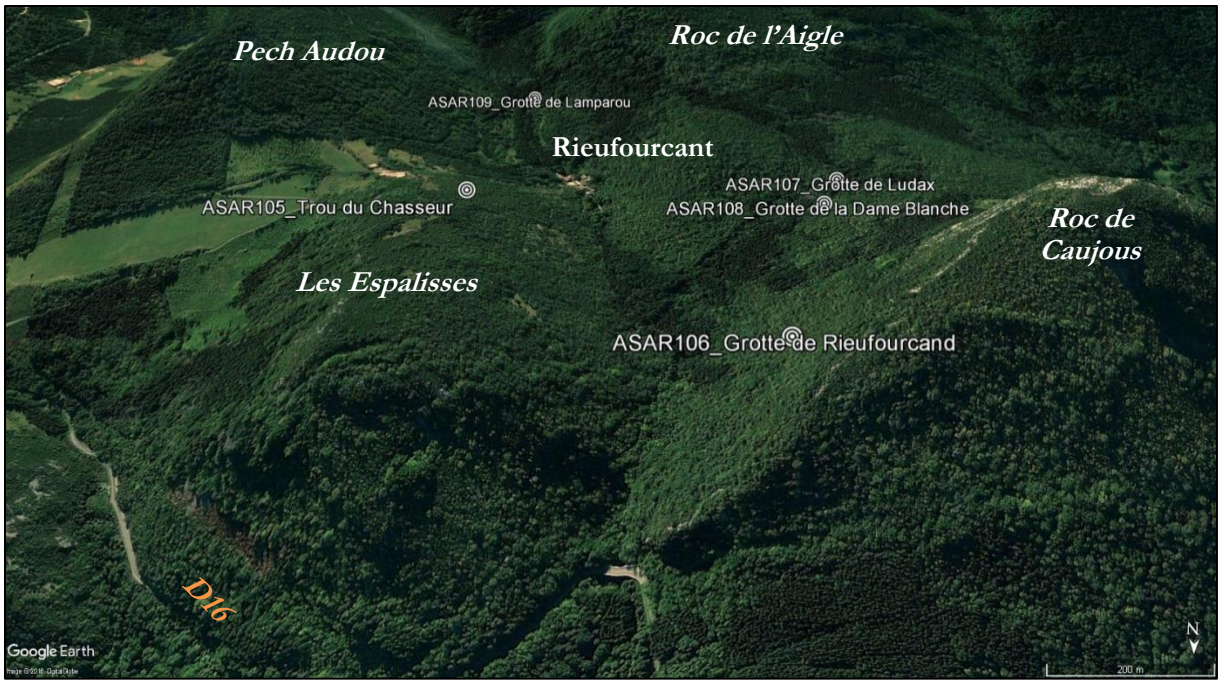


Figure 6.18 : Zoom Google Earth sur le secteur du Gélat – Rieufourcant. La route sillonnant le secteur, la D16, longe le ruisseau de Bicharolles, un affluent de l'Hers provenant du plateau de Sault.

Le Trou des Chasseurs (+292 m), à proximité du hameau du Couquet, est une belle galerie épiphréatique, assez large (3-4 mètres). Les morphologies d'écoulement y sont assez fréquentes, avec de nombreux lapiaz de voûtes, ainsi que des banquettes latérales bien développées en fond de galerie. Des argiles de décantation y sont présentes et constituent les seuls remplissages détritiques de la cavité, celle-ci étant par ailleurs très concrétionnée.

Code cavité	Cavité	Latitude (°)	Longitude (°)	Altitude (m)	Altitude relative (m)	Développement (m)
ASAR105	Chasseur	42.88592	1.93714	813	292	100
ASAR106	Rieufourcand	42.88847	1.93175	743	222	130
ASAR107	Ludax	42.88431	1.93025	772	251	~50
ASAR108	Dame Blanche	42.88497	1.93061	773	252	~100
ASAR109	Lamparou	42.88122	1.93656	810	289	24
ASAR121	Caunha de Montségur	42.84932	1.84008	1675	854	125

Tableau 6.7 : Situation des cavités prospectées et altitudes relatives à l'Hers-Vif actuel.

La grotte de Rieufourcand (+222 m) comporte une grande salle jonchée d'éboulis. Des morphologies typiques de circulations y sont également présentes, tels des lapiaz de voûtes dans la grande salle terminale éboulée. En termes de dépôts, la cavité recèle des dépôts argileux lités, assez abondants, ainsi que des remaniements riches en quartz peu roulés.

La grotte de Ludax (+251 m), de développement moyen, comporte un porche et une galerie assez spacieuse (5 mètres de largeur pour 2 mètres de large environ au niveau du porche). Les éboulis y sont nombreux, mais les remplissages détritiques sont absents, à l'exception de quelques remaniements dans les diverticules.

La grotte de la Dame Blanche (+252 m), belle galerie recélant des traces de circulations, a été utilisée par l'Homme comme en atteste le muret à l'entrée de la cavité. La cavité est très concrétionnée et stérile en termes de dépôts détritiques, à l'exception de dépôts locaux dans la salle du four.

Enfin, la grotte de Lamparou (+810 m) est une cavité au développement assez réduit mais comportant de fréquents lapiaz de voûte attestant d'un niveau épiphréatique. La cavité ne comporte pas d'alluvions. Les seuls dépôts identifiables ont une origine locale.

Ainsi, un étagement est clairement identifiable dans ce secteur d'études. Cependant, il n'a pas été possible de prélever du matériel utilisable dans le cadre de nos travaux.

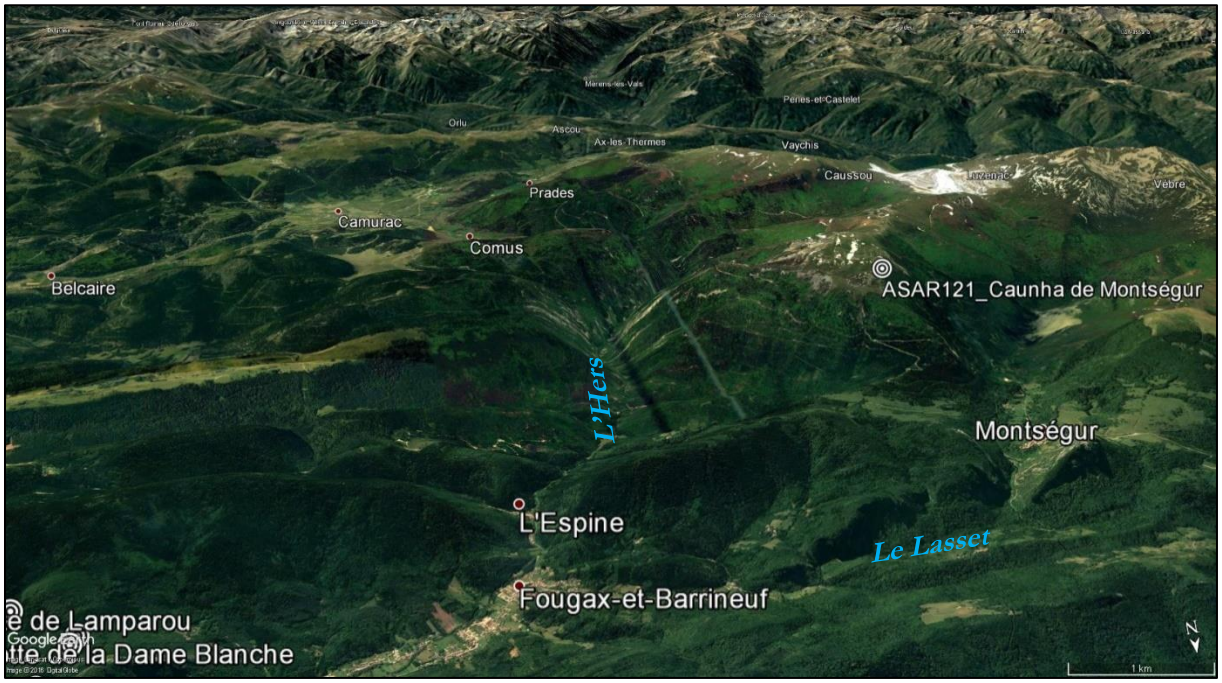


Figure 6.19 : Vue globale Google Earth de la haute vallée de l'Hers. Les surfaces aplanies culminantes sont aisément visibles et profondément entaillées par l'Hers et son affluent en rive gauche, le Lasset. Le Lasset traverse Montségur avant de rejoindre l'Hers à Fougax-et-Barrineuf. La Caunha de Montségur a une position culminante très intéressante vis-à-vis du système, et les alluvions qu'elle aurait pu contenir auraient potentiellement pu renseigner sur l'initiation du creusement par l'Hers et ses affluents.

Un autre secteur d'étude a été investigué, cette fois en tentant d'étudier des cavités surplombant la vallée du Lasset, tributaire en rive gauche de l'Hers (Figure 6.1). Pour ce faire, la Caunha (=grotte) de Montségur a été visitée, dans le secteur de la montagne de la Frau (Figure

6.1). Plusieurs cavités surplombant de plus de 70 mètres les drains actuels sont référencées dans les bases de données des clubs de spéléologie locaux. La Caunha de Montségur (+850 m relativement à l'Hers actuel) est bien connue et comporte de nombreuses traces d'anthropisation. Son porche est large d'une vingtaine de mètres et haut d'une dizaine de mètres du fait des effondrements de voûte. Au fond du porche, la galerie est marquée par des traces de conduction forcée de type marmites et lapiaz de voûte. Cette galerie débouche sur une vaste chambre riche en concrétions massives se délitant aisément. Ces concrétions sont visibles aussi à l'extérieur en contrebas de la cavité. Une couche argileuse d'une vingtaine de centimètres d'épaisseur, piégée entre deux planchers stalagmitiques, a été repérée. Les rares clastes présents sont anguleux et jonchent de manière éparse le sol.

La quantification du processus d'incision *via* l'Hers-Vif et son potentiel apport relativement à l'histoire du plateau de Sault dans le cadre de cette étude ne sont donc malheureusement pas réalisable faute de matériel dans les cavités. Cependant, un étagement est clairement visible.

Les conclusions en termes de taux d'incision relativement à la région ariégeoises reposent donc exclusivement sur le seul secteur de Tarascon-sur-Ariège.

3.3 – Attempts of ESR burial dating on intrakarstic alluvium of the Calamès massif

Few cavities in the Ariège River catchment contain sediments suitable to carry out ESR dating. Among them, the cavities explored in the Calamès Massif gave rise to a sampling. One sample was collected in a quarry at the foot of the Massif (CR1). The two others were taken at the Esplourgues de Calamès (CA2 and CA3). These three locations already provided samples used to estimate burial durations using cosmogenic nuclides.

Although they are located at approximately 50 km from the source of the Ariège River, one of these three cavities was fed by a tributary of this latter (Saurat, La Freyte, and/or Vicdessos). They are indeed located less than twenty kilometers from the sources of Saurat and La Freyte.

For each sample, the burial dating results from the measurement of nine increasingly irradiated aliquots, one bleached sample, and one "natural" sample, each data point used resulting from four measurement angles. It is important to point out that the measurement conditions varied due to analytical difficulties.

The whole dataset is presented on Table 6.8 and Table 6.9.

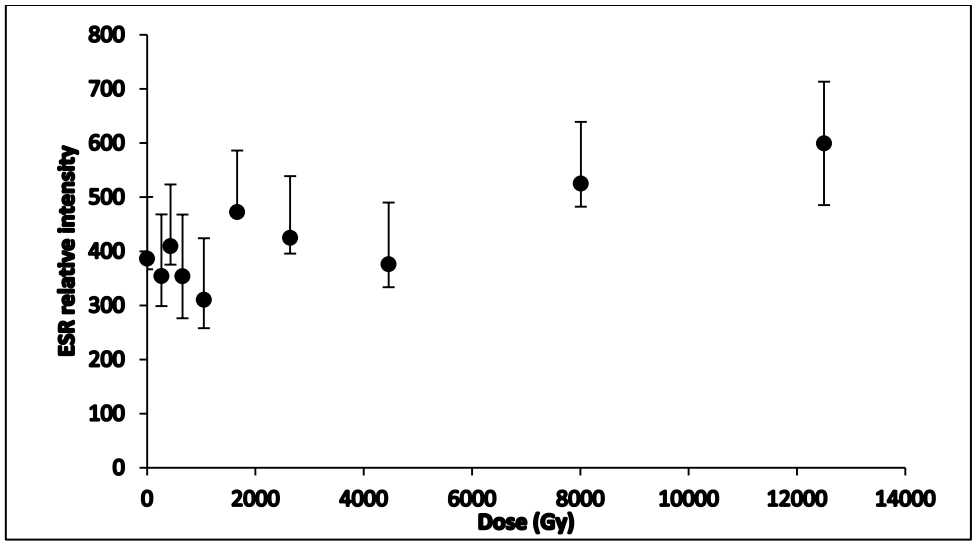


Figure 6.20: First measurement on the CA2 sample

Concerning the CA2 sample, the obtained growth curves are "noisy" (Figure 6. to Figure 6.22), similarly to what has been observed for the Tết River valley samples. Issues are revealed regarding the bleached, the natural and the lowest irradiation samples. Thus, the variability of the equivalent dose is high according to the rearranged or removed points.

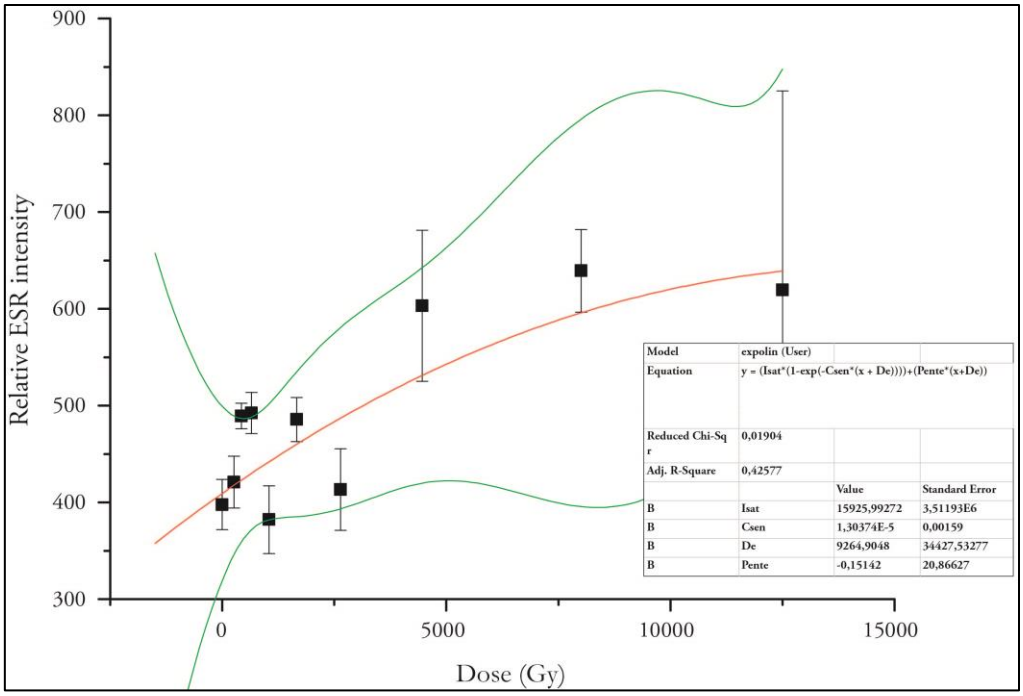


Figure 6.21: Second measurement on the CA2 sample

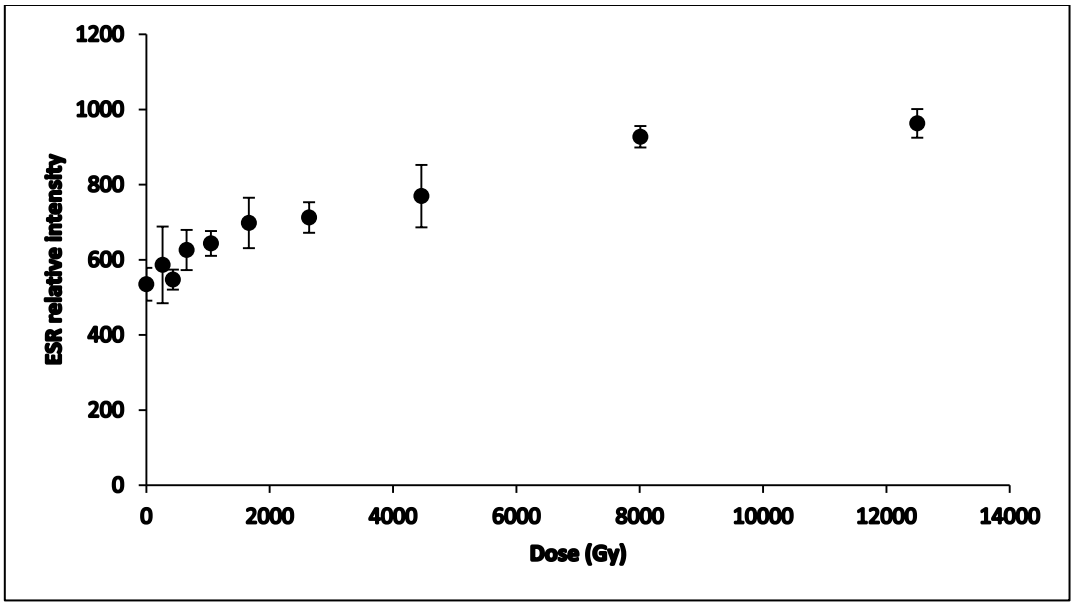


Figure 6.22: Third measurement on the CA2 sample

The D_E of 676 ± 268 Gy derived from the third measurement (Figure 6.22) leads to an ESR burial duration of approximately 200 ka. This is significantly different from the burial duration estimated using the TCN, and corresponds neither to the state of alteration of the sediment nor to its consolidation state. Anyway, despite the fact that the third curve is less noisy, a burial duration cannot be obtained from this sample considering the non-reproducibility of the measurements.

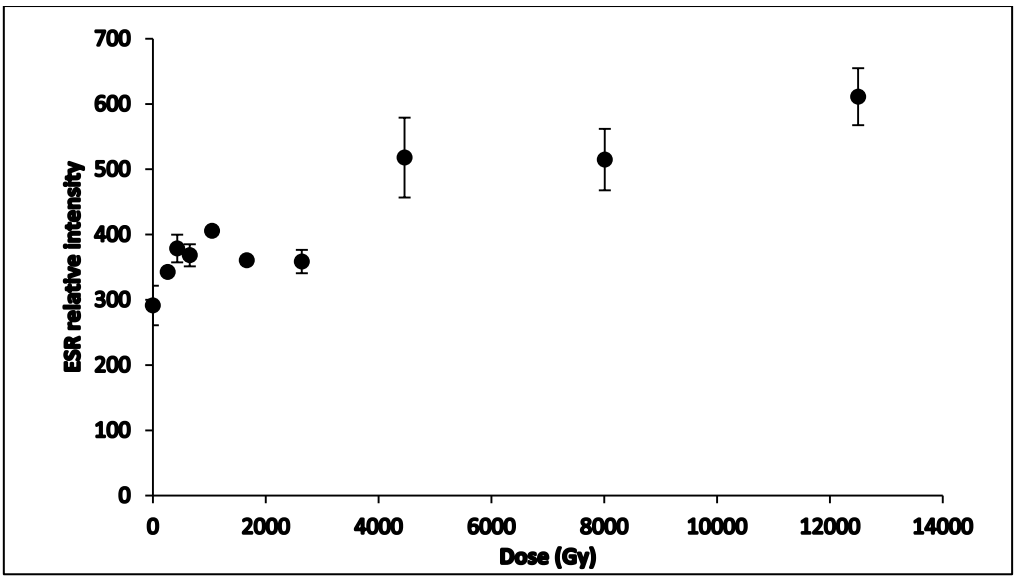


Figure 6.23: First measurement on the CA3 sample

Concerning the CA3 sample, the obtained growth curves are similarly noisy (Figure 6.23 to Figure 6.25) and, like for CA2 sample, issues are revealed regarding the bleached, the natural and the lowest irradiation. The D_E of 210 ± 189 Gy, derived from the first measurement (Figure 6.23) leads to a very unlikely ESR burial duration of 54 ± 8 ka.

For the same reasons that those previously discussed for the CA2 sample, a burial duration cannot be obtained from this sample considering the non-reproducibility of the measurements.

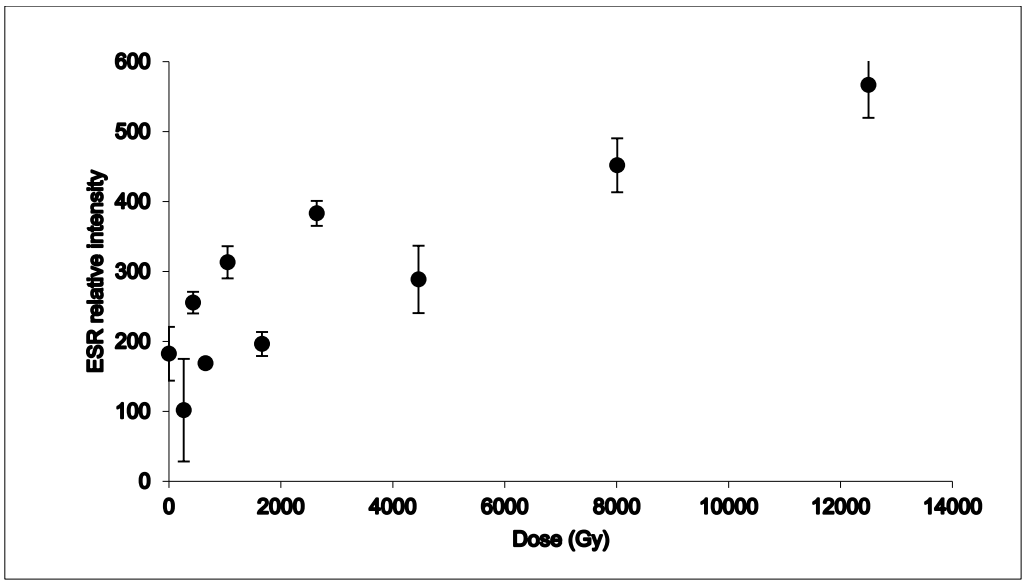


Figure 6.24: Second measurement on the CA3 sample

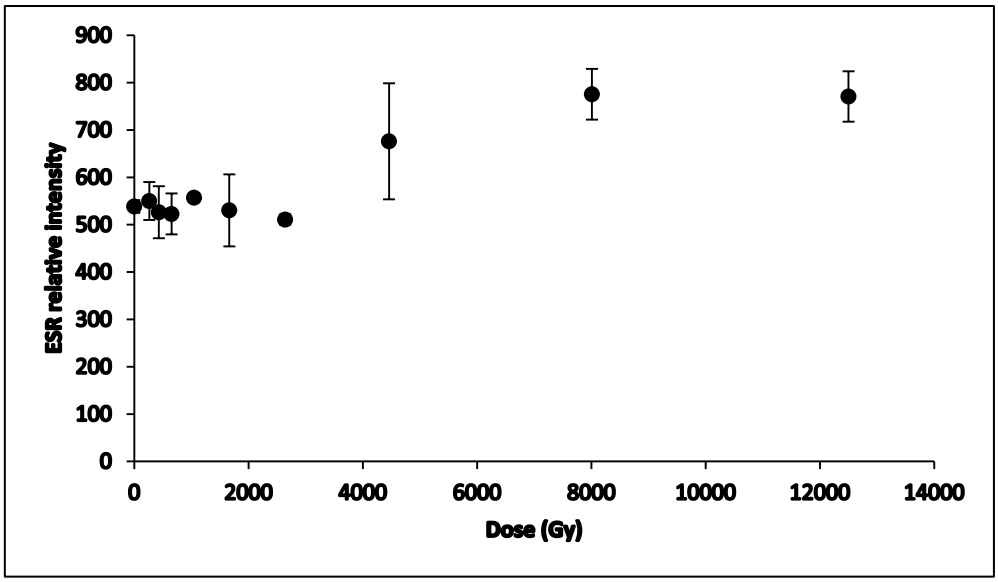


Figure 6.25: Third measurement on the CA3 sample

Sample	Activity (dpm/g)				K (%)	% water	Cosmics (Gy/ka)							Elevation (km)	Bl%
	U	Ra	Rn	Th			Depth (cm)	Lat.	Long.	Geomag. Lat.	F	J	H		
CA2	1.339±0.098	2.563±0.192	2.169±0.036	1.581±0.046	2.708±0.030	5	1500	42.86	1.57	37.69	0.24	0.77	4.1	0.700	39 to 52
CA3	2.774±0.127	3.412±0.256	2.583±0.047	1.825±0.060	2.749±0.037	5	1500	42.86	1.57	37.69	0.24	0.77	4.1	0.704	32 to 50
CR1	2.192±0.082	2.854±0.165	2.625±0.030	2.687±0.043	3.170±0.024	25	1500	42.86	1.57	37.69	0.24	0.77	4.1	0.680	28 to 35

Table 6.8: Radioelement activies of the surrounding sediment used for the external dose calculation, water content of the sediment, dataset for cosmic dose calculation and bleaching rate of the sediment.

Sample	Dγ *in situ* (µGy/a)	Cosmic dose rate (Gy/ka)	De (Gy)	Dα	Dβ	Dγ	Da (µGy/a)
CA2	1293±65	35±2	1100±404	56±3	2227±40	1108±30	3611±82
CA3	1063±53	36±2	527±279	86±3	2509±52	1371±38	3694±83
CR1	648±32	35±2	574±656	67±2	2092±25	1185±20	2842±45

Table 6.9: Value and associated error for each component of the dose rate (internal, external alpha, beta and gamma, and cosmic), total dose rate, and D_E.

The obtained results (Figure 6.26, 6.27, 6.28) for the third sample (CR1) lead to the same conclusions as for the two previously presented. Regarding the second measurement (Figure 6.27), which is again not reproducible and to which a very large uncertainty is associated even by sorting the interest points, a D_E of 287 ± 462 Gy is obtained. Regarding the third measurement (Figure 6.2), an equivalent dose of 1110 ± 695 Gy with a correlation coefficient of 0.93 is obtained provided that data considered irrelevant are suppressed. This leads to an ESR burial duration ranging from 360 to 420 ka, which is incompatible with the best estimates derived from the two preceding measurements, nor correlates with the state of alteration of the material.

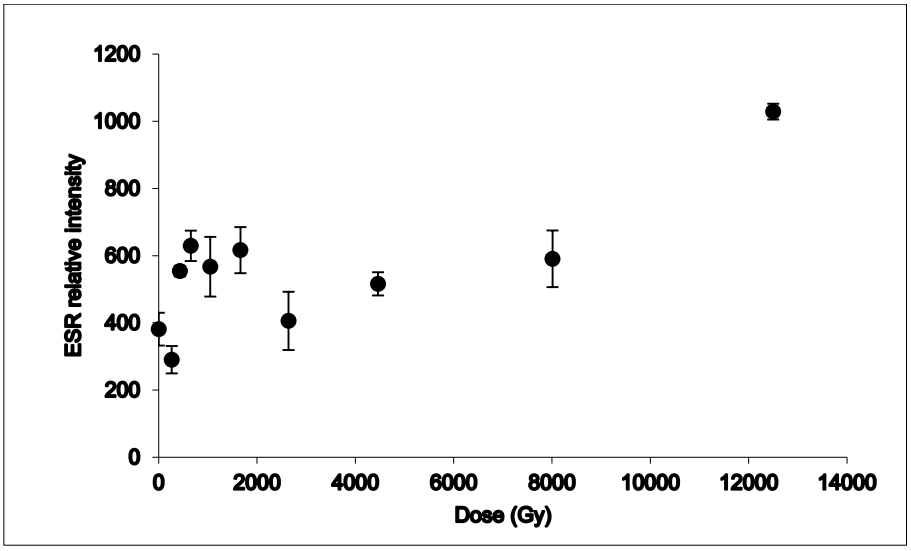


Figure 6.26: First measurement on the CR1 sample

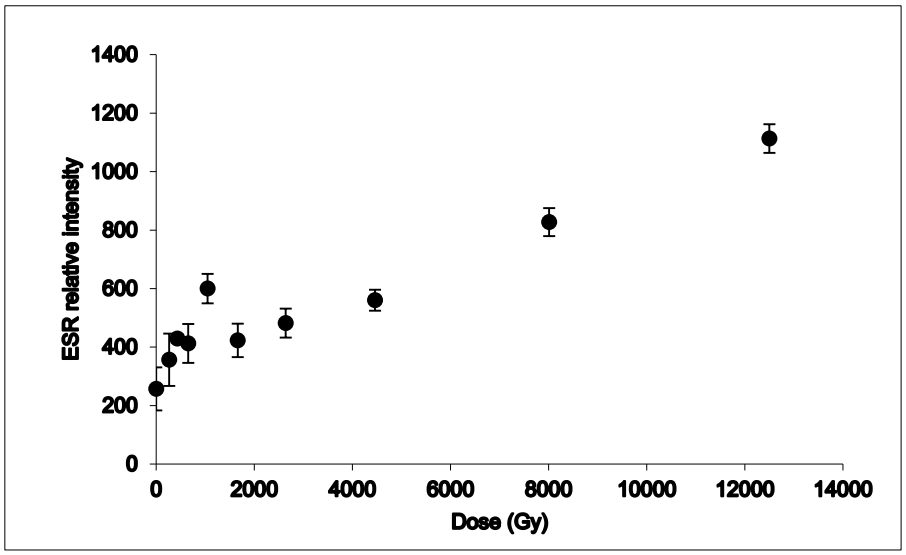


Figure 6.27: Second measurement on the CR1 sample

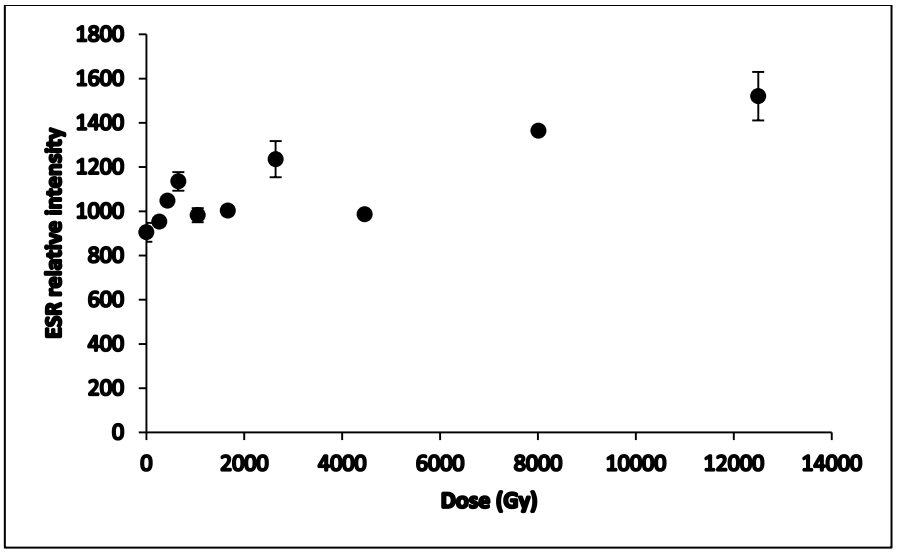


Figure 6.28: Third measurement on the CR1 sample

Regarding ESR dating, the same difficulties as those encountered for the Têt River valley are found in the Ariège River valley. It has to be noted that the quartz also has the same characteristics concerning aluminum and titanium centers.

This suggests that the hypotheses formulated in the preceding chapter can be generalized to this part of the orogen and that the main difficulty is methodological. A crucial point would therefore to verify the assumptions made in the previous chapter on an active network segment in order to analyze the sediments being deposited. No network with this characteristic is found in the Ariège River Valley, with the exception of the Siech cave. It is a network within which flows a tributary of the Saurat, and containing a large amount of alluvial sediment that can be sampled. This track of investigation thus remains an interesting alternative.

Références (hors partie 2)

Arnold, M., Merchel, S., Bourles, D.L., Braucher, R., Benedetti, L., Finkel, R.C., Aumaître, G., Gottdang, A., Klein, M., **2010**. The French accelerator mass spectrometry facility ASTER: Improved performance and developments. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 268, 1954–1959.

Audra, P. **1994**. Karsts alpins – Genèse de grands réseaux souterrains. *Karstologia Mémoires*, 5.

Audra P., Palmer A.N. **2011**. The pattern of caves: controls of epigenic speleogenesis. *Géomorphologie : relief, processus, environnement*, 4, 359-378

Audra P., Palmer A.N. **2013**. The Vertical Dimension of Karst: Controls of Vertical Cave Pattern. *In*: John F. Shroder (Editor-in-chief), Frumkin, A. (Volume Editor) *Treatise on Geomorphology*, Vol 6, *Karst Geomorphology*, San Diego, Academic Press, p. 186-206.

Babault, J., van den Driessche, J., Bonnet, S., **2005**. Origin of the highly elevated Pyrenean peneplain. *Tectonics*, 24, TC2010

Bourdet, A. **2014**. Datation des systèmes karstiques étagés et incision des vallées dans la moitié orientale des Pyrénées : le cas de l'Ariège dans la région de Tarascon. Mémoire de M2, Université de Perpignan, 116 pp.

Bakalowicz, M., Sorriaux, P., and Ford, D.C. **1984**. Quaternary glacial events in the Pyrenees from U-series dating of speleothems in the Niaux-Lombrives-Sabart caves, Ariège, France. *Norsk geogr. Tidsskr.*, 38, 193-197. Oslo. ISSN 0029-1951.

Balco, G., Briner, J., Finkel, R.C., Rayburn, J.A., Ridge, J.C., Schaefer, J.M., **2009**. Regional beryllium-10 production rate calibration for late-glacial northeastern North America. *Quaternary Geochronology*, 4, 93–107.

Borchers, B., Marrero, S., Balco, G., Caffee, M., Goehring, B., Lifton, N., Nishiizumi, K., Phillips, F., Schaefer, J., and Stone, J. **2016**. Geological calibration of spallation production rates in the CRONUS-Earth project. *Quaternary Geochronology*, 31, 188–198.

Braucher, R., Merchel, S., Borgomano, J., Bourlès, D.L., **2011**. Production of cosmogenic radionuclides at great depth: a multi element approach. *Earth and Planetary Science Letters*, 309, 1–9.

Briais, A., Armijo, R.., Winter, T., Tapponnier, P. and Herbecq, A. **1990**. Morphological evidence for Quaternary normal faulting and

seismic hazard in the eastern Pyrénées. *Annales tectonicae*, IV, 19-42

Briner, J.P., Young, N.E., Goehring, B.M., Schaefer, J.M., **2012**. Constraining Holocene 10Be production rates in Greenland. *Journal of Quaternary Science*, 27, 2–6.

Brown, E.T., Edmond, J.M., Raisbeck, G.M., Yiou, F., Kurz, M.D., Brook, E.J., **1991**, Examination of surface exposure ages of Antarctic moraines using in situ produced ^{10}Be and ^{26}Al. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55, 2269–2283.

Calvet, M. **1996**. Morphogenèse d'une montagne méditerranéenne : les Pyrénées orientales. Documents du BRGM, 255, 367 p.

Calvet M., Gunnell Y. **2008**. Planar landforms as markers of denudation chronology: an inversion of East Pyrenean tectonics based on landscape and sedimentary basin analysis. *In: Gallagher K., Jones S.J., Wainwright J. (eds), Landscape Evolution: Denudation, Climate and Tectonics Over Different Time and Space Scales, Geological Society, London, Special Publications*, 296, 147–166

Calvet, M., Gunnell, Y., Braucher, R., Hez, G., Bourles, D., Guillou, V., Delmas, M. & ASTER Team. **2015**. Groundwater karst as a proxy for measuring post-orogenic uplift : evidence from alluvium-filled-cave cosmogenic dating in the Pyrenees. *Geomorphology*, 246, 617-633

Chmeleff, J., von Blanckenburg, F., Kossert, K., Jakob, J, **2010**. Determination of the ^{10}Be half-life by multicollector ICP-MS and liquid scintillation counting. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 268, 192–199.

Crest, Y., Delmas, M., Braucher, R., Gunnell, Y., Calvet, M., ASTER Team. **2017**. Cirques have growth spurts during deglacial and interglacial periods: Evidence from ^{10}Be and ^{26}Al nuclide inventories in the central and eastern Pyrenees. *Geomorphology*, 278, 60-77.

Crest, Y., **2017**. Quantification de la dénudation glaciaire et postglaciaire dans l'orogène pyrénéen. PhD thesis. Université de Perpignan-Via-Domitia. 478 pp. In French.

Delmas, M. **2009**. Chronologie et impact géomorphologique des glaciations quaternaires dans l'est des Pyrénées. PhD thesis. Université Panthéon-Sorbonne - Paris I. 530 pp. In French.

Delmas, M., Calvet, M., Gunnell, Y., Braucher, R., Bourlès, D. **2011**. Palaeogeography and ^{10}Be exposure-age chronology of Middle and Late Pleistocene glacier systems in the northern Pyrenees: Implications for

reconstructing regional palaeoclimates. *Palaeogeography Palaeoclimatololgy Palaeoecology.*, *305*, 109–122.

Delmas, M., Calvet, M., Gunnell, Y., Braucher, R., Bourlès, D. **2012**. Les glaciations quaternaires dans les Pyrénées ariégeoises : approche historiographique, données palégéographiques et chronologiques nouvelles. *Quaternaire*, 23, 61–85.

Delmas, M., Braucher, R., Gunnell, Y., Guillou, V., Calvet, M., Bourlès, D.L. and ASTER Team. **2015**. Constraints on Pleistocene glaciofluvial terrace age and related soil chronosequence features from vertical ^{10}Be profiles in the Ariège River catchment (Pyrenees, France). *Global and Planetary Change*, 132, 39-53

Denèle, Y., **2007**. Formation des dômes gneissiques hercyniens dans les Pyrénées : exemple du massif de l'Aston-Hospitalet. PhD thesis. Université Toulouse-III–Paul Sabatier. 284 pp. In French.

Fenton, C.R., Hermanns, R.L., Blikra, L.H., Kubik, P.W., Bryant, C., Niedermann, S., Meixner, A., Goethals, M.M., **2011**. Regional ^{10}Be production rate calibration for the past 12 ka deduced from the radiocarbon-dated Grotlandsura and Russenes rock avalanches at 69°N, Norway. *Quaternary Geochronology*, 6, 437–452.

Fitzgerald, P.G., Muñoz, J.A., Coney, P.J., Baldwin, S.L., **1999**. Asymmetric exhumation across the Pyrenean orogen: implications for the tectonic evolution of a collisional orogen. *Earth and Planetary Science Letters*, 173, 157–170, http://dx.doi.org/10.1016/S0012-821X(99)00225-3.

Genti, M. **2015**. Impact des processus de surface sur la déformation actuelle des Pyrénées et des Alpes. Université de Montpellier. 264 pp. In French.

Goehring, B.M., Lohne, Ø.S., Mangerud, J., Svendsen, J.I., Gyllencreutz, R., Schaefer, J.M., Finkel, R.C., **2012**. Late Glacial and Holocene beryllium-10 production rates for western Norway. *Journal of Quaternary Science.* 27, 89–96.

Goron, L. **1937**. Les unités topographiques du Pays ariégeois : Le rôle des cycles d'érosion tertiaires et des glaciations quaternaires dans leur morphologie. *Revue géographique des Pyrénées et du Sud-Ouest*, 8(4), 300-334

Gunnell Y., Calvet M., Brichau S., Carter A., Aguilar J.P., Zeyen H. **2009**. Low long-term erosion rates in high energy mountain belts: insights from thermo- and biochronology in the Eastern Pyrenees. *Earth and Planetary Science Letters*, 278, 208-218.

Haq, B.U., Hardenbol, J, Vail, P.R., **1987**. Chronology of Fluctuating Sea Levels

Since the Triassic. *Science*, 235, 1156-1167.

Häuselmann, P. **2007**. How to date nothing with cosmogenic nuclides. *Acta Carsologica, Time in Karst, Potstojna*, 36(1), 93-100.

Honda, M., Zhang, X., Phillips, D., Hamilton, D., Deerberg, M., Schwieters, J.B. **2015**. Redetermination of the ^{21}Ne relative abundance of the atmosphere, using a high resolution, multi-collector noble gas mass spectrometer (HELIX-MC Plus). *International Journal of Mass Spectrometry*, 387, 1–7

Jolivet, M., Labaume, P., Monié, P., Brunel, M., Arnaud, N., Campani, M., **2007**. Thermochronology constraints for the propagation sequence of the South Pyrenean basement thrust system (France–Spain). *Tectonics*, 26, TC5007, http://dx.doi.org/10.1029/2006TC002080.

Korschinek, G., Bergmaier, A., Faestermann, T., Gerstmann, U.C., Knie, K., Rugel, G.,Wallner, A., Dillmann, I., Dollinger, G., von Gostomski, Lierse Ch., Kossert, K., Maitia,M., Poutivtsev, M., Remmert, A., **2010**. A new value for the half-life of ^{10}Be by Heavy-Ion Elastic Recoil Detection and liquid scintillation counting. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 268, 187–191.

Lacan P., and Ortuño, M. **2012**. Active tectonics of the Pyrenees: A review. *Journal of Iberian Geology*, 38 (1), 9-30

Lagasquié, J. **1963**. Le relief calcaire du plateau de Sault. *Revue Géographique des Pyrénées et du Sud-Ouest*, 34, 11-32

Laureano, F.V., Karmann, I., Granger, D.E., Auler, A.S., Almeida, R.P., Cruz, F.W., Strícks, N.M., and Novello, V.F. **2016**. Two million years of river and cave aggradation in NE Brazil: Implications for speleogenesis and landscape evolution. Geomorphology, 273, 63-77.

Merchel, S., Herpers, U., **1999**. An update on radiochemical separation techniques for the determination of long-lived radionuclides via accelerator mass spectrometry. *Radiochimica Acta*, 84, 215–219.

Merchel, S., Bremser, W., **2004**. First international 26Al interlaboratory comparison – Part I. *Nuclear Instrumentation Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 223–224, 393–400.

Meurisse, M. **1973**. Étude structurale de la zone Nord-Pyrénéenne orientale. Thèse de doctorat. 325 p.

Mocochain, L., Audra, P., Clauzon, G., Bellier, O., Bigot, J.-Y., Parize, O., Monteil, P. **2009**. The effect of river

dynamics induced by the Messinian Salinity Crisis on karst landscape and caves: Example of the Lower Ardèche river (mid Rhône valley). *Geomorphology*, 106, 46–61.

Molliex, S., Rabineau, M., Leroux, E, Bourlès, D., Authemayou, C., Aslanian, D., Chauvet, F., Civet, F. and Jouët, G. **2016**. Multi-approach quantification of denudation rates in the Gulf of Lion source-to-sink system (SE France). *Earth and Planetary Science Letters*, 444, 101-115

Monod, B., Allanic, C., Bailly-Comte, V., Jacob, T., avec la collaboration de Martel, L., Courrioux, G. **2016.** Évaluation des ressource en eaux souterraines du Plateau de Sault – étude structurale, modèle géologique 3D, acquisition gravimétrique et analyse de la fracturation, Rapport final BRGM/RP-68288-FR, 155 p., 91 ill., 1 tabl., 2 annexes

Monod, B., Regard, V., Carcone, J., Wyns, R. and Christophoul, F. **2016**. Postorogenic planar palaeosurfaces of the central Pyrenees: Weathering and neotectonic records. *Comptes Rendus Geoscience*, 348(3-4), 184-193, http://dx.doi.org/10.1016/j.crte.2015.09.005

Morris, R.G., Sinclair, H.D., Yelland, A.J., **1998**. Exhumation of the Pyrenean orogen: implications for sediment discharge. *Basin Research*, 10, 69–85, http://dx.doi.org/10.1046/j.1365-2117.1998.00053.x.

Mouchené, M., van der Beek, P., Mouthereau, F., Carcaillet, J. **2017**. Controls on Quaternary incision of the Northern Pyrenean foreland: Chronological and geomorphological constraints from the Lannemezan megafan, SW France. *Geomorphology, 281, 78-93.* https://doi.org/10.1016/j.geomorph.2016.12.027

Nishiizumi, K.; Imamura, M.; Caffee, M.W.; Southon, J.R.; Finkel, R.C.; McAninch, J. **2007**. Absolute calibration of ^{10}Be AMS standards. *Nuclear Instrumentation Methods in Physics Research, Section B*, 258, 403–413.

Nivière, B., Lacan, P., Regard, V., Delmas, M., Calvet, M., Huyghe, D., Roddaz, B., **2016**. Evolution of the Late Pleistocene Aspe River (Western Pyrenees, France). Signature of climatic events and active tectonics. *Comptes Rendus Geoscience*, 348(3-4), 203-212. doi: 10.1016/j.crte.2015.07.003

Olivetti, V., Godard, V., Bellier, O., ASTER Team. **2016**. Cenozoic rejuvenation events of Massif Central topography (France): Insights from cosmogenic denudation rates and

river profiles. *Earth and Planetary Science Letters*, 444, 179-191.

Samworth, E.A., Warburton, E.K., Engelbertink, G.A.P. **1972**. Beta decay of the ^{26}Al ground state. *Physical Review*, C5, 138-142.

Sinclair, H.D., Gibson, M., Naylor, M., Morris, R.G., **2005**. Asymmetric growth of the Pyrenees revealed through measurement and modeling of orogenic fluxes. *American Journal of Science*, 305, 369–406, http://dx.doi.org/10.2475/ajs.305.5.369.

de Sitter L.U. **1952**. Pliocene uplift of tertiary mountain chains. *Am. J. of Sci.*, 250, 297-307.

Sorriaux, P. **1981**. Étude et datation de remplissages karstiques : nouvelles données sur la paléogéographie quaternaire de la région de Tarascon (Pyrénées ariégeoises). *C.R. Acad. Sc. Paris*, 293, Série II – 703. French.

Sorriaux, P. **1982**. Contribution à l'étude de la sédimentation en milieu karstique. Le système de Niaux – Lombrives – Sabart (Pyrénées ariégeoises). Université Paul Sabatier, Toulouse. 255 pp. In French.

Sorriaux, P. **2016**. « Niaux - Échantillonnage de dépôts pré-wurmiens pour datations par cosmonucléides et U/Th dans la grotte », *ADLFI. Archéologie de la France - Informations* [En ligne], Midi-Pyrénées, mis en ligne le 15 mai 2017. URL : http://adlfi.revues.org/17204

Soriaux, P. et Delmas, M. **2016**. Système karstique de Niaux Lombrives Sabart Les derniers 400 000 ans et les relations avec les dernières glaciations. 15èmes RIK-RAK, 23 et 24 janvier 2016, Tarascon-sur-Ariège, France.

Stange, K.M., van Balen, R.T., Kasse, C., Vandenberghe J., Carcaillet, J. **2014**. Linking morphology across glaciofluvial interface: A ^{10}Be supported chronology of glacier advanced and terrace formation in the Garonne River, northern Pyrenees, France. *Geomorphology,* 207, 71-95

Stange, K.M., van Balen, R.T., Carcaillet, J. & Vandenberghe J. **2013**. Terrace staircase development in the Southern Pyrenees Foreland: Inferences from ^{10}Be terrace exposure ages at the Segre River. *Global and Planetary Change*, 101, 97-112.

Stange, K.M., van Balen, R.T., Vandenberghe J., Peña, J.-L. & Sancho, C. **2012**. External controls on Quaternary fluvial incision and terrace formation at the Segre River, Southern Pyrenees. *Tectonophysics*, 602, 313-331.

Stone, J.O., **2000**. Air pressure and cosmogenic isotope production. *Journal of Geophysical Research*, 105, 23753–23759.

Vacherat, A., Mouthereau, F., Pik, R., Bellahsen, N., Gautheron, C., Bernet, M., Daudet, M., Balansa, J., Tibari, B., Jamme, R.P. and Radal, J. **2016**. Rift-to-collision transition recorded by tectonothermal evolution of the northern Pyrenees. *Tectonics*, 35(4), 905-933.

Vermeesch, P., Balco, G., Blard, P.-H., Dunai, T.J., Kober, F., Niedermann, S., Shuster, D.L., Strasky, S., Finlay, F.M., Wieler, R. & Zimmermann, L. **2012**. Interlaboratory comparison of cosmogenic ^{21}Ne in quartz. *Quaternary Geochronology*, 26, 20-28, doi:10.1016/j.quageo.2012.11.009

Zimmermann, L., Avice, G., Blard, P.-H., Marty, B., Füri, E., and Burnard, P.G. Development of a new full-metal induction furnace for noble gas extraction. *Chemical Geology, under review*

Chapitre Sept

Évolution présumée du processus d'incision concernant les hautes vallées de l'Aude et de l'Agly, du Miocène ancien à l'actuel



Siphon terminal de la galerie de la rivière souterraine – réseau du TM71 (photo C. Bès).

« La vieillesse est comparable à l'ascension d'une montagne. Plus vous montez, plus vous êtes fatigués et hors d'haleine, mais combien votre vision s'est élargie !»
I. Bergman

Contenu du chapitre 7

1- Introduction 371
2- The Aude River catchment 371
3- Karst features and cave systems 375
3.1- The Aude River gorges sector 375
3.2- The Saint-Louis pass sector 377
4- Methods and sampling strategy 379
4.1- TCN burial dating 380
4.2- ESR burial dating 380
4.3- OSL burial dating 381
5- Results 382
5.1- ^{26}Al and ^{10}Be based burial dating and paleo-denudation rate estimates 382
5.2- ^{10}Be and ^{21}Ne based burial dating and paleo-denudation rate estimates 384
5.3- ESR burial dating 385
6- Discussion 391
6.1- Reliability of the dating methods used to determine burial durations into caves 391
6.2- Presumed evolution of the Aude valley deduced from cosmogenic nuclides 391
6.3- Base level stagnation? The TM71 case 394
6.4- The particular case of the Col de Saint-Louis zone 394
7- Conclusions 395
References 397

1- Introduction

Discriminating the external and internal forcing parameters controlling the growth of mountain ranges relies on the knowledge of the deformation, exhumation and sedimentation chronologies. Indeed, when combined with precise constraints on the orogen geometry, this may allow quantifying accretion and erosion fluxes.

The Pyrenees, an intraplate collision range, were built by the shortening of continental thinned margins during the convergence between Iberia and Eurasia lasting from Late Cretaceous to Early Miocene. The Pyrenees consist in a doubly vergent asymmetric orogenic wedge. From Miocene to Pliocene times, the northeastern foreland basin underwent particular conditions due to the closure of all oceanic connections by the continuing convergence between Iberia and Eurasia. Because of the duration of orogenic growth and its sedimentary evolution that both happen during the Cenozoic climatic cooling, the Pyrenees appear particularly well-suited to investigate coupling and retroactions between climate and tectonics and to attempt quantifying accretion and erosion fluxes.

We present in this chapter the results obtained on the upper valley of the Aude River, in the eastern Pyrenees. In addition to the possibility of indirectly dating the deposits of perched surfaces, this sector presents two karstic networks with significant methodological implications. The TM71 network has the particularity of being an active drain which therefore gives the possibility of controlling the sediment deposition conditions. In addition, the analyzed sediments provide constraints on the time required to develop such a karstic network in this particular geodynamic context. On the other hand, the study of this network has raised fundamental questions as to the usable techniques (TCN, OSL, ESR) and their relevance The Cthulhu Démoniaque network is a barred karst that also delivered crucial information. Notably, it allows showing that the sediments it contains have been reworked at each floods and have not been evacuated. This calls into question established theories. Altogether, this demonstrates the importance of choosing the type of karstic network when one pretends to use the karstic networks as markers to reconstruct the dynamics of a valley incision..

2- The Aude River catchment

The Pyrenees are a mountain range of the southwestern Europe formed along the boundary between the Iberia and European plates. They result from the Late Cretaceous–

Cenozoic inversion of a Cretaceous transcurrent hyper-extended rift created during the opening of Bay of Biscay which builds a 400 km-long geographical barrier of N110°-orientation. The Pyrenean structures continue along the south shore of the Bay of Biscay to the Asturias on the West, extending this chain to 600 km.

The Axial Zone of the Pyrenees comprised varied terrains of Precambrian and Paleozoic ages folded during the Hercynian orogeny during the Carboniferous (355-295 Ma).

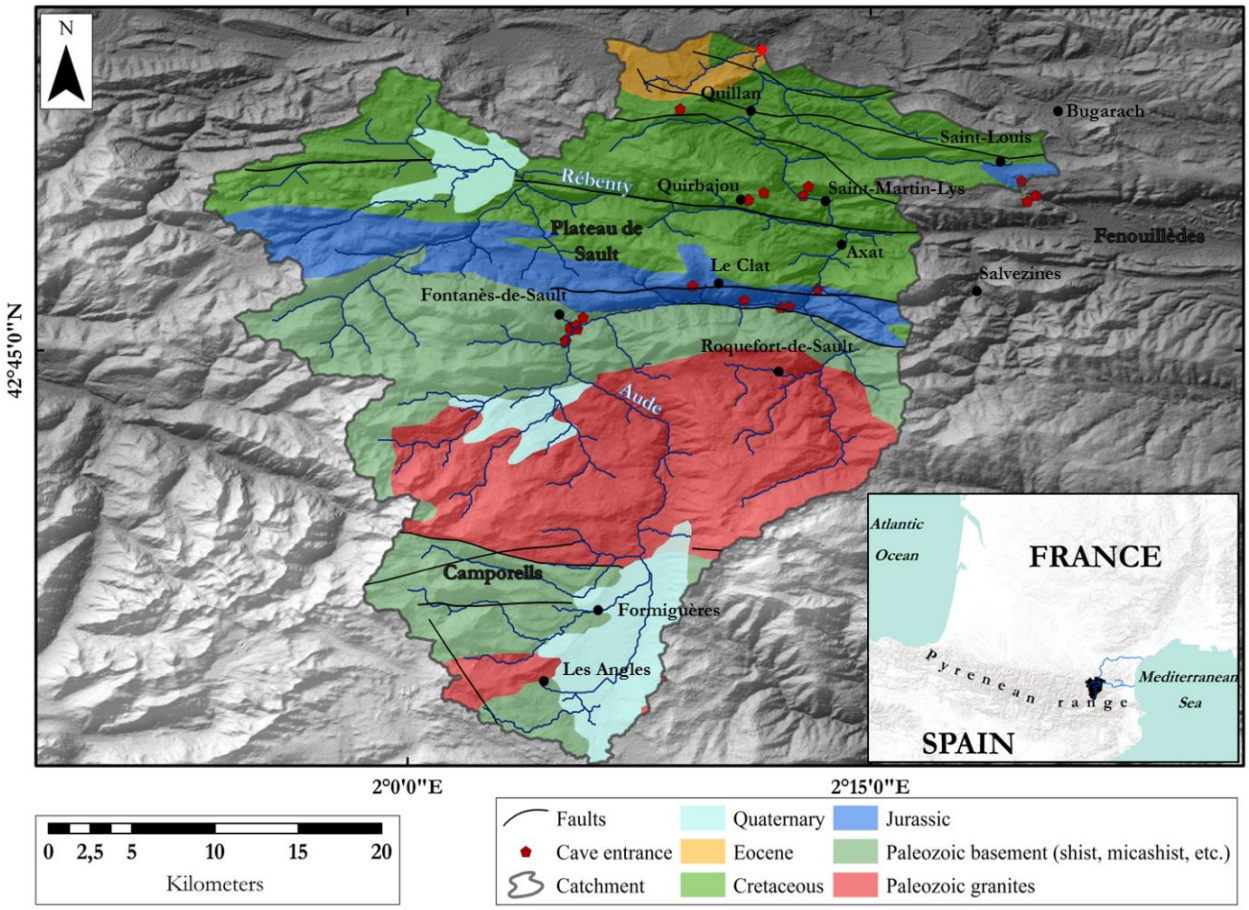


Figure 7-1 : Lithostructural features of the Aude catchment (according to IGME – BRGM data) considering the commune of Espéraza as an outlet. Alluvial sediments trapped into karstic networks come from Paleozoic crystalline massifs (gneiss, granites) and metasediments before joining the Cretaceous and Jurassic limestones of the North-Pyrenean zone. The area is tectonically complex. The watershed also includes glacial deposits at high altitudes.

The Aude River originates in the Carlit massif (Figure 7-1). It then crosses deep gorges in Hercynian fields (gorges of Saint-Georges) and, after the confluence of the Rebenty and the Aiguette, digs its bed in the Mesozoic limestones of the NPZ zone (gorges of Pierre-Lys). Downstream of Quillan, probably next to the "Carcassonne elbow", a capture potentially indicates that the Aude previously flowed towards the Hers - vif (dead valley at the threshold of Naurouze and terraces of Castelnaudary). Some authors (e.g., Duvail, 2008) consider that the

Aude was a tributary of the Garonne before its late Cenozoic capture towards the east. Indeed, few markers linked to the Messinian event were described around the Aude River.The Aude River flow initially north-south to Carcassonne then bends towards the east and the Mediterranean before finally throwing itself into the latter at the Grau de Vendre.

Several sectors (Fontanès-de-Sault (TM 71 reserve and Aguzou cave), the Aude gorges between Gesse and Axat (and Pla du Clat), the Pierre-Lys gorges, the Col du Portel on the heights of Quillan, paleo-Rébenty near Quirbajou) have been investigated in association with the speleologists C. Bès, J.-C. Gayet and P. Moreno (Figure 7-1). . It should be noted that the morphology of the high valley of the Aude River evolves rapidly. While in the crystalline areas, the Aude valley is hollowed out in "V", next to Axat, the Aude River flows into gorges. The lithology may partly explain this transition, the gorges being located in Jurassic and Cretaceous limestones.

Twenty-seven cavities were studied throughout the represented sector (Table 7-1).

Caves	Latitude (°)	Longitude (°)	Elevation (m)	Relative elevation (m)	Development (m)	Height difference (m)
Planal de la Coste	42.876167	2.147250	707	421	100	30
Roc des Bruyères	42.832472	2.192333	911	427	47	9
Quirbajou tunnel	42.828806	2.184028	834	327	1	0
Clat	42.783889	2.154000	1113	569	100	10
Sabarac	42.782278	2.221556	486	34	370	0
F17	n.c.	n.c.	556	41	50	0
Sentier de Nentilla	42.772472	2.201639	536	33	440	0
Bourbel	42.776194	2.181778	590	76	30	0
Maquisards	n.c.	n.c.	714	24	220	7
Grottelle F12	n.c.	n.c.	785	64	5	0
Bergers	n.c.	n.c.	790	69	39	2
Pla Cribeillet	42.831938	2.330858	685	390	n.c.	0
Taichous	42.843696	2.301367	820	525	n.c.	2
Déserteurs	n.c.	n.c.	810	64	40	3
Calvaire	n.c.	n.c.	841	100	20	10
Escaliers	n.c.	n.c.	780	16	65	4
Coumes	n.c.	n.c.	905	209	35	2
Faiseur de Rêves	42.830633	2.347636	588	393	n.c.	0
Dalle	42.831000	2.339167	694	599	n.c.	2
Souffleur du Dôme	42.838694	2.331611	817	522	n.c.	0
Aguzou	42.761333	2.091778	773	81	6000	0
TM71	n.c.	n.c.	699	0-10	11250	23
Grelot	42.827916	2.334666	690	395	n.c.	0
Cthulu Démoniaque	42.827960	2.344212	471	176	n.c.	177
MD1	42.83094	2.21361	425	49	10	0
MD2	42.83786	2.21772	745	483	22	0
MD3 (3 Simples cave)	42.83786	2.21772	750	483	90	15

Table 7-1: Locations of the visited cavities and altitude relative to the Aude River. We have also indicated the current development of the cavities. Some locations cannot be provided (n.c.).

The Sault plateau largely consists of karstified Paleozoic and Mesozoic carbonates. The plateau was uplifted during the Pyrenean orogeny and underwent alteration episodes during the emergence periods. A primordial surface S1 and a newer surface S2 can be discriminated (e.g., Monod et al., 2016). The S1 surface, supposed to have developed during a period of weak hydraulic gradient and strong alteration, is quite extensive on the northern face of the Pyrenees. It has been proposed that its development dated either from the Miocene (Calvet, 1996) or from the Aquitanian (Meurisse, 1973). The Sault plateau constitutes most of the S2 surface (Calvet, 1996), which is well represented by the Espezel surface located at an altitude of 900 m a.s.l. This surface is sealed by an alluvial spreading of various particle sizes that range from blocks to clays (Lagasquié, 1963, Meurisse, 1973, Calvet, 1996). It is classically described by these authors as a sandy-clay spreading packing blocks of quartz, quite similar to the thick Lannemezan alluvial fan (e.g., Mouchené et al., 2017a, 2017b). It is interpreted by Goron (1937) and Calvet (1996) as an old alluvial fan deposited by a paleo-Rébenty between 3.6 and 0.9 million years. However, based on spatial, geomorphological and alteration profiles, these deposits are interpreted by Meurisse (1973) as sediments deposited by a paleo-Aude connected to the Hers during the Messinian (7.2 to 5.3 Ma).

In any case, during the Plio-Quaternary period, the Sault plateau is strongly influenced by eustatic variations which induced an intense karstification of the carbonate massif. Such variations could be due either to a tectonic uplift phase (e.g., Calvet, 1996)or to alternation of glacial / interglacial cycles (Lagasquié, 1963: Meurisse, 1973) that have also implied significant decreases of the base level.

The modern hydrographic network strongly incises the area. This is interpreted as resulting from a tectonic uplift phase that occurred either during the Pliocene (de Sitter, 1952, Meurisse, 1973), or the Quaternary (Calvet, 1996). This may also result from glacial / interglacial cycle's succession (Lagasquié, 1963, Meurisse, 1973) inducing significant variations of the base level. Indeed, during the Würm period, the glaciers descend to Camurac, generating fine yellow silts about ten meters thick near Belcaire (Lagasquié, 1963).

The majority of the cavities are located below the elevation of the flattened surfaces of the area, such as the Sault plateau. But some cavities (Planal de la Coste, Quirbajou Tunnel, Clat cave, Muraille du Diable caves) are located above. Constraining the burial durations of the alluvial deposits contained in these cavities would therefore allow determining when the alluvial deposits of the Sault plateau were incised by the Aude River.

3- Karst features and cave systems

The description of the cavities is given in the Appendix 7. Information regarding the Fontanès-de-Sault sector cannot be divulged due to protective rules. Dispersed all over the catchment, the studied cavities have been excavated by the Aude River and its tributaries. The main tributary, the Rébenty River, has in particular excavated the cavities present in the Quirbajou and Quillan sectors.

3.1- The Aude River gorges sector

The organization of the karst is correlated with the major geological structures. In particular, the extensive strike-slip faults are conducive to karstification because they favor the rapid burial, and sometimes the flow, of water. The north-Pyrenean zone exhibits the largest karst sources and the longest tracings in the area.

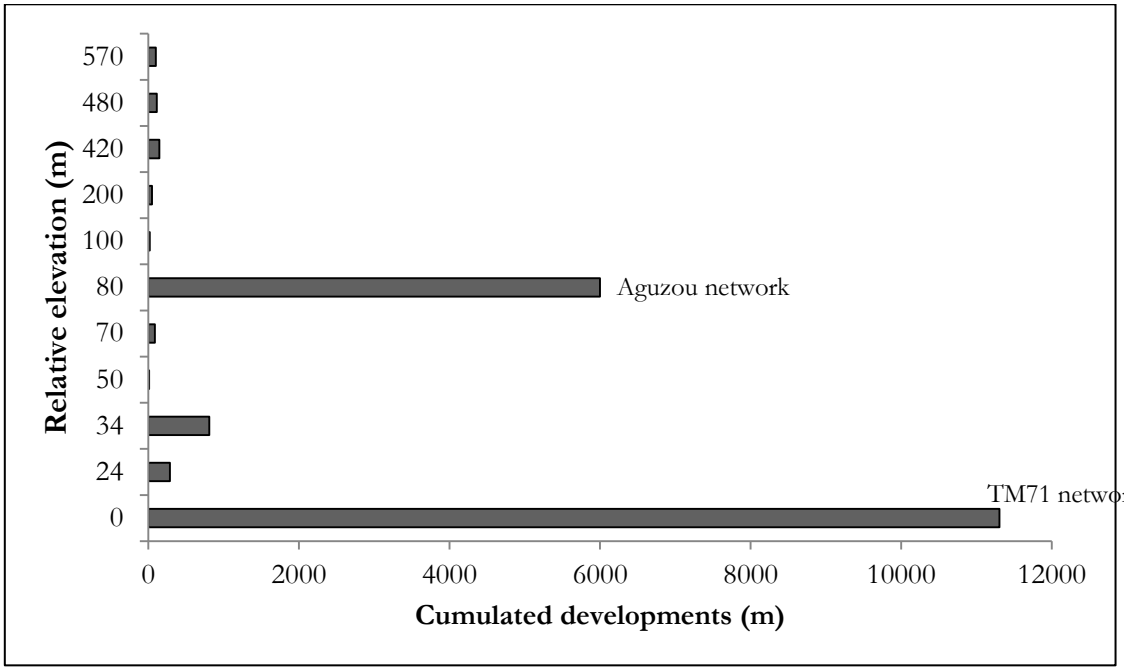


Figure 7-2: Relations between the cumulated development of the cavities of the upper valley of the Aude River, and the relative altitude in relation to the Aude River. The recorded cavities can be distributed over a dozen levels, three of which are practically multi-kilometer in the 0-25 meter range (mainly related to TM 71), +34 m (Sabarac and Nentilla) and +80 m (Aguzou mainly and Bourbel). This representation concerns only the cavities visited in the region or whose data are freely accessible in the database.

Few epiphreatic levels remain (Figure 7-2). Due to dismantlement by the slopes retreat , the cavities development is frequently small . The deposits remaining in the cavities are often

reduced to veneers against the walls of the galleries. They are related to morphologies indicating forced circulation or the digging of a river carrying sediment.

Nevertheless, two main networks remain in the upper valley of the Aude River, at Fontanès-de-Sault: (i) a network at +80 m above the current Aude River level, which has a development close to 6 km, the Aguzou; (ii) a network at the current Aude River level, which has a development of 11.5 km, the TM71.

These two networks seem to follow the meandering of the river. It should be noted that the graph presented Figure 7-2 is not exhaustive and only includes the cavities investigated during this work.

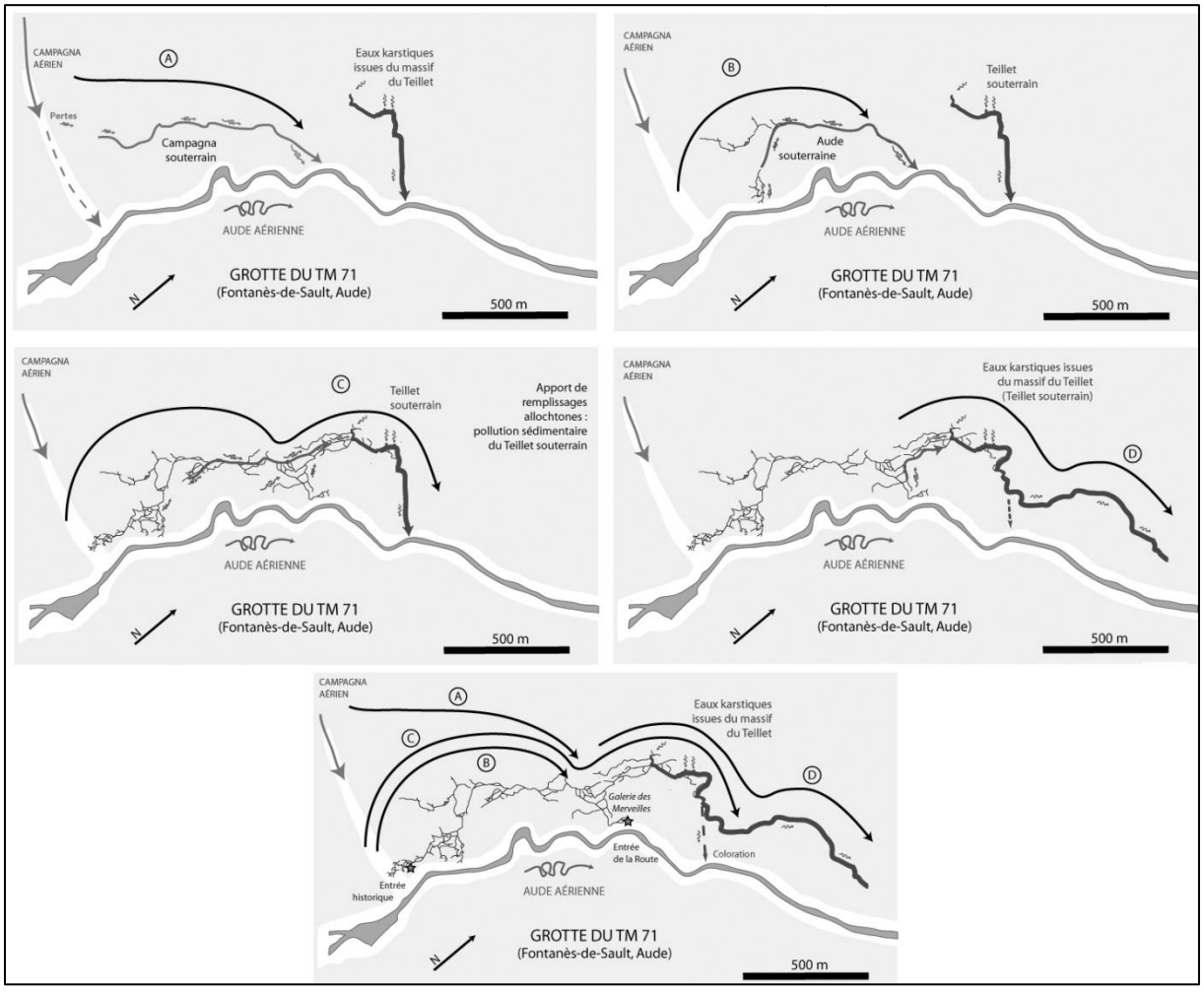


Figure 7-3: Implementation of the TM 71 network (Bigot, 2010). Phase A) Capture of the aerial Campagna River by the aerial Aude River. Phase B) Capture of the aerial Aude River by the underground Campagna River. Phase C) Capture of the underground Aude River by the underground Teillet River. Phase D) Capture of the aerial Aude River by the underground Teillet River which is itself captured downstream the aerial Aude River. Currently, the bed of the underground Aude River is used by the underground Teillet River.

The TM71 cave is a very good example of the setting of a sub-horizontal network. Bigot (2010) explained the evolution of the network by the formation of successive loops by the concave part of the meander of the Aude River (Figure 7-3), with a progressive downstream displacement (the point of emergence of a loop becoming a loss). The waters of the Aude River would have dug the majority of the channels of the cave in the Devonian limestones to the sub-horizontal benches. Despite the fact that the galleries continue their development by paragenesis via the Teillet River waters, the found allogeneic deposits (granite, shale, etc.) would come from the Aude River.

The TM 71 is partly at the current valley floor and has an active drain. A higher first level contains sandy and gravelly fillings that have been sampled. The gallery leading to the underground river is an ancient alluvial bed with abundant pebbles and sands. This level served as a dormitory for cave bears and the dentine of two cave bear teeth and an ibex tooth were dated at 43.9 ± 3.3 ka by racemization of the amino acids. This average age suggests that the deposits on which the skull rests and those in the upper level are older.

The underground drain, which contains several interesting sand cuts up to the siphon, is fed with several active drains. One sampling point has been selected between the 3rd and the 2nd active drains. Its lower position relative to the previously described deposits suggested that the deposits of these cuts should be recent. It should be noted that the first and second active do not permanently feed the main drain, unlike the third which does not possess this intermittent character.

3.2- The Saint-Louis pass sector

The map also shows cavities near Saint-Louis-de-Parahou, in the area of Fanges-Paradet. They have been prospected with S. and B. Ournié.

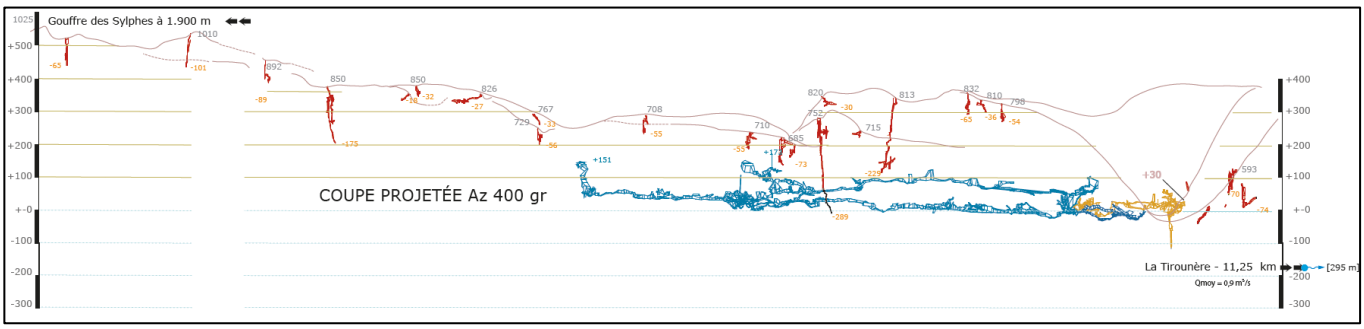


Figure 7-4: Projected cut of the Fanges-Paradet massif. The cavities are drawn in red. Yellow: Puits de l'Engoulevent. In blue: Cthulhu Démoniaque network. Courtesy of B. and S. Ournié.

The Boulzane River takes its source in the Dourmidou (Montfort-sur-Boulzane) at an altitude of 1610 m a.s.l. and throws 34 km further in the Agly River, at Saint-Paul-de-Fenouillet. The Agly River takes its source at the col of Linas (Pic de Bugarach) at an altitude of 940 m a.s.l., in the Corbières. It flows to the south and escapes over 500m of Mesozoic limestones at the level of the gorges of Galamus, before receiving the waters of the Boulzane River. It then flows towards the east and receives the waters of the Désix, Maury and Verdouble rivers before throwing itself in the Mediterranean Sea between Torreilles and Le Barcarès towns.

This mountainous region is a high karstic plateau (altitudes ranging from 600 to 1 000 m) of approximately 40 km^2 whose altitude decreases from east to west. It exhibits an interesting variety of subterranean and surface karstic morphologies. Lapiaz and sinkholes are identifiable despite a dense forestry. The Fanges-Paradet network (Figure 7-4), 19 km long (recently discovered and still in exploration), includes the Cthulhu Démoniaque and the Puits de l'Engoulevent. These ducts pass through several lithological units (mainly Mesozoic limestones of the North Pyrenees) and along the north-Pyrenean fault. The studied cavities overlook the high valley of the Agly River and the Boulzane River valley, one of its current tributaries.

Seven caves spatially (horizontally and vertically) well distributed have been investigated in this area. Most of the time, part of the rare deposits of the cave have been sampled. The samples were often poorly cemented and exhibited fluviatile alluvial characteristics regarding their grain morphology.

In this zone, the hydrographic system flows from south to north. The origin of this setting is not straightforwardly understandable. Indeed, the streams over-cross the chain perpendicular to its axis. The dry valley of the Saint Louis pass is the witness of one of these rivers that dug the massif. Crystalline pebbles are visible at its surface, the origin of which is difficult to determine. If this spreading comes from the Agly River, the flows came from the south. The valley would henceforth have a slope testifying of a tectonic tilting of the massif towards the south. If the overlaps of the region have not been active (no evidences of neotectonics (Lacan & Ortuño, 2012), these pebbles would come from the northern massifs, that is to say, from the upper chain. The system could therefore have been linked to the Aude River. The SW-NE fractures of the massif could date from the Neogene. This system is combined with a NNW-SSE system. Decompression diaclases favoring epikarstification (lapiaz, small cavities ...) also spread over the massif.

It is not easy to determine whether the material collected comes from changes in the surface water table observable at the surface or from the excavation of the valley during a

subsequent resumption of activity of the hydrographic system flowing from south to north. Indeed, in both cases the delivered materials are quite similar.

The Cthulhu Démoniaque constitutes a singularity in this massif. The temporary collectors of the massif correspond to the surface of the dry valleys. Some gallery sections indicate forced pipe flows. The network would currently be dismantled. Large portions of galleries are totally flooded during winter and in the off-season. Sometimes, the input functions in exsurgence during great winter floods (Ournié, 1985). In that case, before the flood, most siphons are flooded and the diversion bays are fed. Such floods are typical of periods of high rainfall magnified by snowmelt and/or amplified by the inability of already saturated soils to absorb the excess water. This may occur at most twice a decade. Outside these exceptional late winter and spring periods, floods do not cause the entrance to be emissive. The siphons are then certainly loaded but the emptying during the recession is slow (several months).

4- Methods and sampling strategy

Cave fillings result from the deposit of soft mineral materials, the origin of which may be indigenous (insoluble residues resulting from the dissolution of the rock), or allochthonous (detrital sediments, generally of alluvial type, including pebbles, gravels, fine to coarse sands and clays). The study of the nature of sediments and their succession in sequences makes it possible to link the allochthonous fillings on the one hand to geological events, and on the other hand to climatic episodes.

One of the peculiarities of the underground environment is to be conservative. While caves result from chemical weathering and mechanical erosion, when the karstification stops, they protect their fillings from such phenomenon. The fillings that can be reached thus give access to the record of surface climatic and geological events of better quality than the surface deposits.

As in the two previous chapters, we studied alluvium-filled horizontal epiphreatic passages in limestone karstic networks, which represent former valley floors (*e.g.*, Palmer, 2007; Audra *et al.*, 2013). They record the transient position of former local base levels during the process of valley deepening.

Field data (photographs, locations, topographies) are available in Annex 7 of the manuscript.

4.1- TCN burial dating

The use of karstic systems as markers of a paleo-base level relies on the localization of certain key morphological parameters, such as, in particular, characteristic morphologies of shaping under phreatic or epiphreatic conditions. The cavities of the Tarascon valley mostly contain intra-karstic sediments witnessing the circulation of a river. Allogenic sediments trapped in the karst systems reflect the geomorphological evolution of both the surface and the underground. However, the conditions of preservation of the deposits are better in the latter, especially when concretions, stalagmitic floors or landslides have sealed these deposits.

In most cases, the alluvial sediments encountered in the cavities were collected and analyzed. The stratigraphy is often complex to reconstitute because only few residues remain in the visited galleries, except for large networks such as Aguzou and TM71. Only alluvium plated against the walls and undoubtedly related to flow characteristic morphologies are considered.

The systematics being largely explained in Chapters 3, 5 and 6, it will not be included in this chapter.

4.2- ESR burial dating

As with all methods based on the consequences of ionizing radiation (ESR, OSL,...), the sampling requires sediments soft enough to allow introducing a gamma-ray probe into them. Such a probe is used to quantify at the exact sampling location the annual irradiation dose, the cosmic muons in particular interacting with the sodium iodide detector of the gamma-ray probe.

The only cavities presenting these conditions are the Aguzou and TM71 caves. In these both cavities, two samples were taken from two different branches. The same quartz sample was used for both the TCN and the ESR measurements, for comparison.

In the TM71 network, sediments being currently deposited were taken. The purpose of this sampling is to verify whether the basic assumption required for the application of the method, that is that the sediment must be totally bleached before deposit, is satisfied..

The quartz minerals were cleaned, and the 100 to 200 μm fraction was separated by sieving. For each sample, ten aliquots were irradiated at exponentially increasing doses of 0, 430, 610, 940, 1340, 2300, 3630, 5390, 8340 and 12410 Gy using a calibrated 60Co γ-ray beam.

ESR measurements were performed using the Aluminum (Al) paramagnetic center. This center cannot be completely optically bleached during the fluvial transport (Voinchet et al., 2007). The residual unbleachable signal intensity must therefore be determined for each sample to be

subtracted to the obtained ESR signal response prior to any age calculation. ESR analysis werre performed on a Bruker EMX spectrometer at the "Institut de Paléontologie Humaine" of Paris. The signal intensity is measured between the top of the first peak at g = 2.018, and the bottom of the 16th peak at g = 2.002 of the Al hyperfine structure. The ESR signal was measured at 110 K under the following conditions: 1 mW microwave power, 12 mT field scan width, 352 mT center field, 100 kHz modulation frequency, 0.1 mT modulation amplitude and a 81.92 ms time constant.

D_E (the equivalent dose) is determined using the sum of an exponential function and a linear term. This ensuing function considers that the global ESR signal is the result of the presence of two components in the Al signal:

$$I(D) = I_{sat}\left(1 - e^{-\mu(D+D_E)}\right) + B(D + D_E)$$

where I is the intensity of the ESR signal of an irradiated sample at the dose D, I_{sat} is the saturation intensity and m is the sensitivity coefficient of the sample.

When possible, the regression curves were obtained using the Microcal OriginPro 8 software that weights the data according to the inverse of the intensity, $1/I_2$.

4.3- OSL burial dating

To determine the initial bleaching conditions of the sediments entering the cavities, the OSL technique was combined with the two previous described. . Indeed, these conditions, even considering near-current deposits in rivers, are far from being firmly established (Gliganic et al., 2017; Jain et al., 2004; Murray et al., 1995; Olley et al., 1999; Stokes et al., 2001).

The OSL samples, which have to be processed protected from light, were taken at the same locations as the TCN and ESR samples to support the methodological tests and to consolidate the obtained dating. However, the chronological scope of the method being limited to the last 1 Ma, the sole network where it is applicable is the TM71. A sample was thus taken at each level of this cavity to estimate the various galleries excavation chronologies.

The available "lexsyg smart" (Freiberg Instruments) device allowing measuring aliquots only, it was unfortunately not possible to perform OSL measurements on single grain. .

Quartz grains of 125 – 180 and 180 – 250 μm diameters were extracted from the sediments in the laboratory under dim red illumination using standard procedures (Wintle, 1997). Carbonates and organics were removed using hydrochloric acid (32%) and hydrogen peroxide (50%), respectively. Due to the lack of K-feldspar grains, a single extraction was performed. A lithium polytungstate solution with a density of 2.625 g/cm^3 was used to isolate quartz from

heavy minerals. Quartz grains were soaked in hydrofluoric acid (40%) for 5 hours to remove the external, alpha-dosed layer and any eventually remaining feldspar contamination (Aitken, 1998). Finally, the quartz grains were rinsed in hydrochloric acid to break down fluorine complexes and sieved again to retain the 125 – 180 and 180 – 250 μm diameters fraction.

The measurements remain to be performed.

5- Results

5.1- ^{26}Al and ^{10}Be based burial dating and paleo-denudation rate estimates

All the results are summarized in the Table 7-2. $^{10}Be/^{9}Be$ ratios significantly higher than the chemical blank ratio were measured for all the samples. They lead to ^{10}Be concentrations ranging from (0.28±0.05) to (29.2±1.2)x10^4 atoms per gram. Uncertainties associated to the ^{10}Be concentrations range from 4 to 47%.

Some samples had a $^{26}Al/^{27}Al$ ratio below the analytical detection limit, suggesting burial durations outside the methodological framework. This is in particular the case for the most perched caves for which only ^{10}Be concentrations were measurable. Otherwise, ^{26}Al concentrations vary between (1.4±0.7) to (100.1±7.4)x10^4 atoms per gram. Uncertainties associated to the ^{26}Al concentrations range from 6 to 100%.

Some results, in italics, are tainted by high stable aluminum (^{27}Al) content due to residual muscovite. This leads to estimated younger than "true" burial durations. Only the results obtained for the Dalle cave seem unlikely, except if its network has been recently re-flooded which led to the introduction of current sediments.

Sample	Cave	Facies and lithologies	^{10}Be (kat/g)	^{26}Al (kat/g)	^{26}Al/^{10}Be	Burial duration (Ma)	Derived paleodenudation rate (cm/ka)
AG1	*Aguzou*	*Sand, medium to coarse*	*115.1±9.5*	*365.2±36.9*	*3.17±0.41*	*1.51±0.41*	*5.7±0.5*
AG2	*Aguzou*	*Amalgamated gneiss, granite and quartzite pebbles*	*134.7±12.6*	*405.5±34.5*	*3.01±0.38*	*1.58±0.26*	*4.4±0.4*
AG3	*Aguzou*	*Sands, medium*	*292.3±11.9*	*792.1±46.9*	*2.71±0.19*	*1.84±0.21*	*2.2±0.1*
AG4	Aguzou	Sand, coarse to very coarse, may be pebbly	132.7±12.8	92.3±23.7	0.70±0.19	4.6±0.56	4.4±0.4
BER1	Bergers	Amalgamated granite and quartzite pebbles	220.8±10.4	499.7±75.1	2.26±0.36	2.17±0.32	2.7±0.1
CD1	Cthulhu Démoniaque	Sands, coarse	144.2±7.1	433.3±41.0	3.00±0.32	1.62±0.31	3.6±0.2
CD2	Cthulhu Démoniaque	Sands, coarse	144.7±8.0	505.1±48.2	3.49±0.39	1.31±0.33	3.6±0.2
CD3	Cthulhu Démoniaque	Coarse to very coarse sandstones, may be pebbly	157.4±8.0	564.3±38.5	3.58±0.31	1.26±0.26	3.3±0.2
CD4	Cthulhu Démoniaque	Amalgamated gneiss, granite and quartzite pebbles	158.8±6.6	541±48.6	3.41±0.34	1.36±0.28	3.3±0.1
CL1	Clat	Amalgamated cemented granite cobbles (yellow-ochre)	3.4±1.6	B.D.L	-	-	-
CRI1	Pla Cribeillet	Amalgamated granite and quartzite cobbles	18.5±2.5	25.1±12.5	1.36±0.70	3.22±1.06	29.8±4.0
DAL1	Dalle	Sands, medium	2.8±0.5	18.8±9.7	6.72±3.65	-	-
DES1	Déserteur	Sand, coarse to very coarse, may be pebbly	74.1±18.3	26.9±15.8	0.36±0.23	5.94±1.31	8.2±2
ESC1	Escaliers	Sand, medium to coarse	66.8±13.7	255.8±79.3	3.83±1.42	1.09±0.76	8.9±1.8
F12	grottelle F12	Sand, coarse	110.9±17.1	273.5±57.8	2.47±0.65	1.99±0.54	5.4±0.8
GR1	Grelot	Fine to coarse sandstones	11.5±1.6	40.8±11.4	3.55±1.11	1.28±1.01	54.7±7.8
MAQ1	Maquisards	Amalgamated granite and smoky quartzite cobbles	38.1±4.3	153.5±35.9	4.03±1.05	0.98±0.53	14.8±1.7
MAQ2	Maquisards	Amalgamated cemented granite and quartzite pebbles	97.7±8.4	151.7±53.7	1.55±0.57	2.95±0.75	5.7±0.5
MD1	Muraille du Diable 1	Sand, fine to very coarse, may be pebbly	181.0±19.3	390.6±49.7	2.16±0.36	3.57±1.5	21.7±3.5
MD2	Muraille du Diable 2	Fine to coarse sandstones	20.1±3	B.D.L	-	-	-
MD3	Trois Simples	Medium sandstones	20.8±3.4	B.D.L	-	-	-
NE1	*Nentilla*	*Sands, medium*	*108.8±10.2*	*317.5±54.7*	*2.92±0.57*	*1.65±0.40*	*4.4±0.4*
NE2	Nentilla	Sand, medium to coarse	179.1±23.2	184.7±73.4	1.03±0.43	3.79±0.86	2.7±0.4
PC1	Planal de la Coste	Sands, fine to medium	9.7±1.4	B.D.L	-	-	-
SE01	TM71	Sand, coarse to very coarse, may be pebbly	155.5±14.7	540.3±135	3.47±0.93	1.32±0.18	4.1±0.4

SE02	TM71	Sand, medium to coarse	132.8±6.9	807.0±57.1	6.08±0.53	0.14±0.10	4.2±0.2
SE03	TM71	Sands, fine	174.8±10.7	1001.0±73.7	5.73±0.55	0.30±0.06	3.6±0.2
SE03b	TM71	Sands, medium	118.9±8.9	520.6±72.3	4.38±0.69	0.81±0.32	4.7±0.4
TA1	Taichous	Amalgamated cemented granite and quartzite pebbles	6.0±1.1	14.0±7.1	2.34±1.26	2.10±1.11	102.5±19.4
TQ1	Tunnel de Quirbajou	Amalgamated cemented cobbles and pebbles (yellow-ochre)	52.2±5.0	B.D.L	-	-	-

Table 7-2: ^{10}Be and ^{26}Al concentrations at all sampling sites located in their corresponding caves. B.D.L means "below detection limit". Burial durations calculated using either the ^{26}Al/^{10}Be ratios or the ^{10}Be/^{21}Ne ratios and derived maximum paleo-denudation rates calculated. In italics: sample containing residual muscovites.

5.2- ^{10}Be and ^{21}Ne based burial dating and paleo-denudation rate estimates

The results of the neon concentration measurements in the pertinent cave samples are summarized in Table 7-3. Considering the analyzed samples, the data points lie on the spallation line in the neon three-isotope diagram, which confirms no significant non-cosmogenic ^{21}Ne released at low temperatures. The re-extraction carried out between 1446 and 1469°C showed that the entire neon had been extracted. Hence, the total cosmogenic ^{21}Ne concentrations in the analyzed samples were calculated as the sum of the excess ^{21}Ne relative to the ^{21}Ne/^{20}Ne ratio of air.

Sample	Cave	T (°C) during 20 min	^{21}Ne*/^{20}Ne*	1σ	^{22}Ne*/^{20}Ne*	1σ	^{21}Ne (at/g)	1σ (at/g)	Burial duration (Ma)	1σ (Ma)	Paleodenudation rate (cm/ka)	1σ (cm/ka)
MD2	Muraille du Diable 2	500	4.15E-03	4.87E-04	1.03E-01	4.46E-04	6.73E+06	?				
		1300	4.92E-03	5.75E-04	1.04E-01	4.79E-04	9.28E+06	?				
							1.60E+07		11.33	0.18	0.14	0.00
MD3	Trois Simples	500	3.72E-03	4.68E-04	1.03E-01	3.28E-04	6.18E+06	?				
		1300	4.74E-03	6.04E-04	1.04E-01	4.86E-04	8.74E+06	?				
							1.49E+07	?	11.13	0.16	0.15	0.00

Table 7-3: Ne isotope ratios and derived cosmogenic ^{21}Ne concentrations. The burial ages are calculated from the beryllium data given in Table 4, as are the derived paleodenudation rates.

5.3- ESR burial dating

The whole dataset is presented on Table 7-4 and Table 7-5.

5.3.1- The Aguzou network

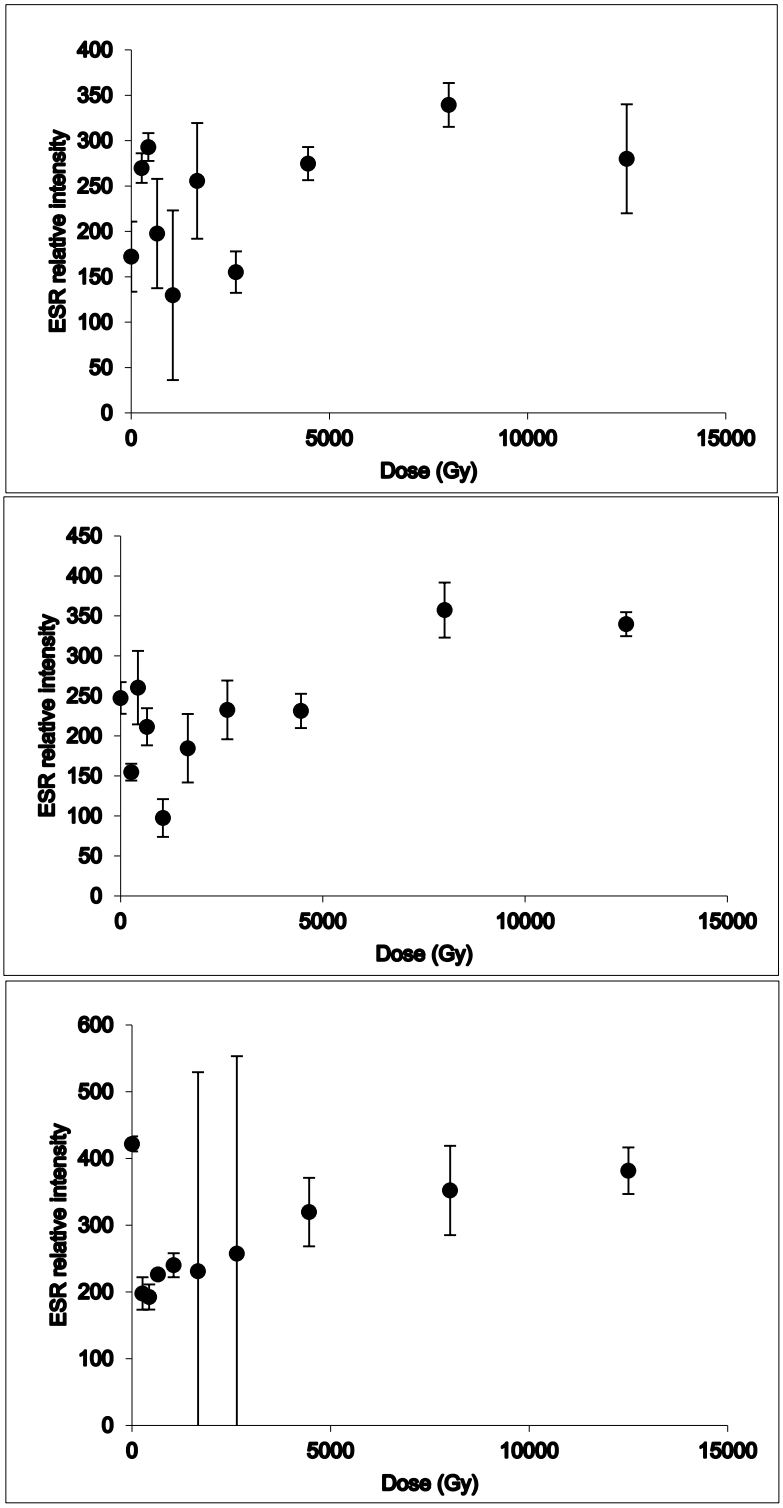


Figure 7-5: Top) First measurement on the AG1 sample. Middle) Second measurement on the AG1 sample. Bottom) Third measurement on the AG1 sample.

Two areas have been sampled in the Aguzou network: the Fleurs gallery (AG1) and the Cierges gallery (AG3). For the two irradiated samples, no clear trend can be observed. For AG1, the measurements are not reproducible and the observed trends are not similar. This is partly due to the strong dependence to the measurement angle (4 angles tested for each measurement). Moreover, apart from the third measurement, the bleached sample emits a signal more intense than that of the "natural" sample (measurements 2 and 3). This is a methodological aberration.

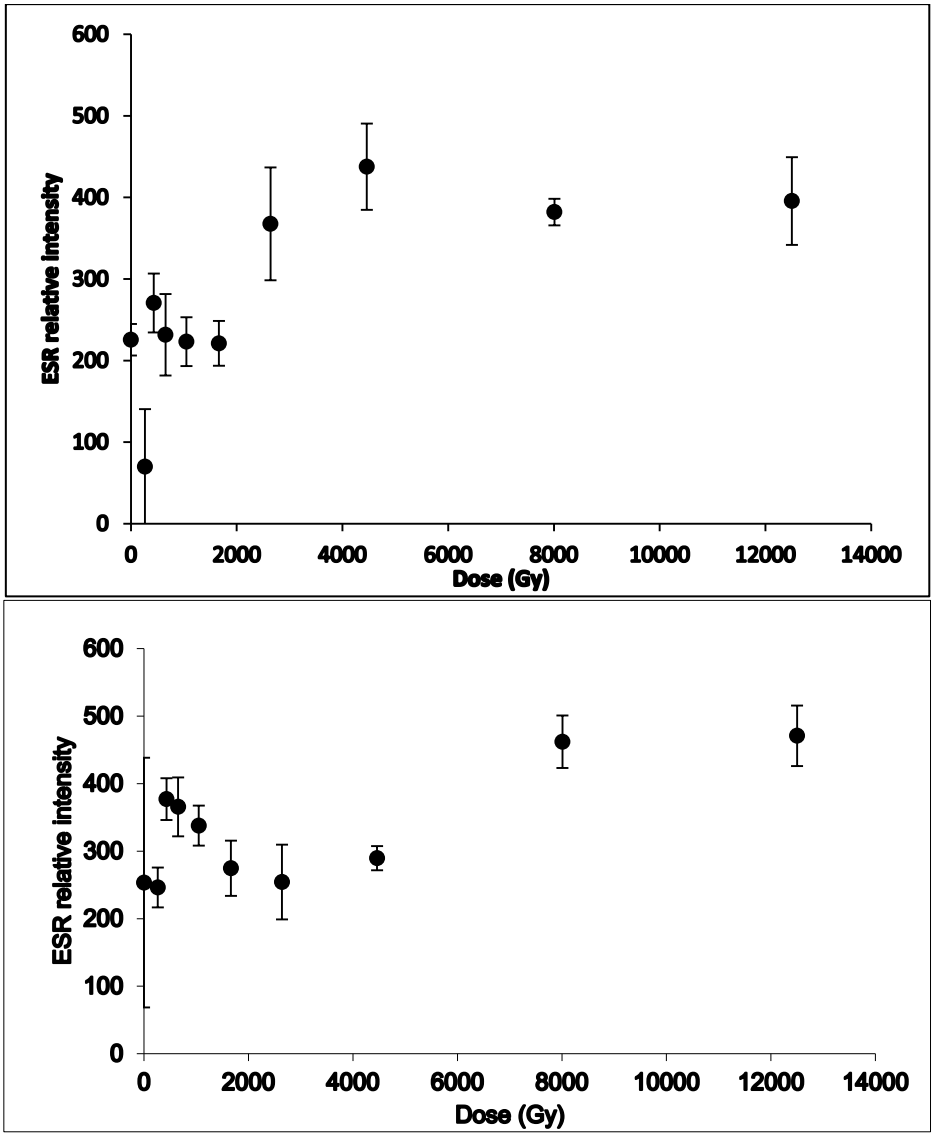


Figure 7-6: Top) First measurement on the AG3 sample. Bottom) Second measurement on the AG3 sample.

Regarding the AG3 sample on which only two measurements were performed considering the difficulties previously encountered, the observations are similar to those discussed for sample AG1.

Thus, the results obtained on these two samples of the Aguzou cave are not exploitable.

Sample	Activity (dpm/g)				K (%)	% water	Cosmic (Gy/ka)							Elevation (km)	Bl%
	U	Ra	Rn	Th			Depth (cm)	Lat.	Long.	Geomag. Lat.	F	J	H		
AG1	2.097±0.113	1.992±0.213	2.020±0.037	2.387±0.057	3.572±0.036	10	1500	42.76	2.09	37.69	0.24	0.77	4.1	0.773	27 to 54
AG3	1.038±0.072	1.746±0.139	1.610±0.024	2.105±0.037	3.066±0.023	10	1500	42.76	2.09	37.69	0.24	0.77	4.1	0.773	27 to 28
SE01	0.563±0.125	3.314±0.240	2.239±0.041	4.219±0.075	3.376±0.036	13	1500	42.76	2.09	37.69	0.24	0.77	4.1	0.699	39
SE02	0.669±0.147	4.024±0.271	3.440±0.048	6.226±0.088	2.217±0.029	29	1500	42.76	2.09	37.69	0.24	0.77	4.1	0.699	43
SE03	0.664±0.077	2.238±0.151	1.980±0.026	2.180±0.040	1.900±0.019	22	1500	42.76	2.09	37.69	0.24	0.77	4.1	0.699	7 to 23
SE03b	0.574±0.080	2.5351±0.154	2.073±0.026	3.975±0.047	2.558±0.020	11	1500	42.76	2.09	37.69	0.24	0.77	4.1	0.699	21

Table 7-4: Radioelement activies within the surrounding sediment used to calculate the external dose, water content of the sediment, dataset for cosmic dose calculation and bleaching rate of the sediment.

Sample	Dγ *in situ* (µGy/a)	Cosmic dose rate (Gy/ka)	De (Gy)	Dα	Dβ	Dγ	Da (µGy/a)
AG1	-	36±2		79±3	2823±45	1472±33	2938±56
AG3	-	36±2		56±2	2312±29	1170±21	2404±36
SE01		35±2	788±9	71±3	2166±40	1294±32	2273±51
SE02	riverbed	35±2	91±200	92±3	1540±37	1271±32	1667±49
SE03		35±2	236±3	54±2	1569±29	913±22	1658±36
SE03b		35±2	1261	82±2	2037±29	1306±23	2155±37

Table 7-5: Values and associated errors for each component of the dose rate (internal, external alpha, beta and gamma, and cosmic), total dose rate, and D_E.

5.3.2- The TM71 network

The four samples taken from the TM71 network were studied using the ESR method to verify the basic postulate of the method and to attempt to date certain supposedly recent levels. The SE02 sample comes from sands in deposition. The samples SE03 and SE03b come from a section of the gallery where the underground river flows. Finally, SE01 is a sample in a perched branch.

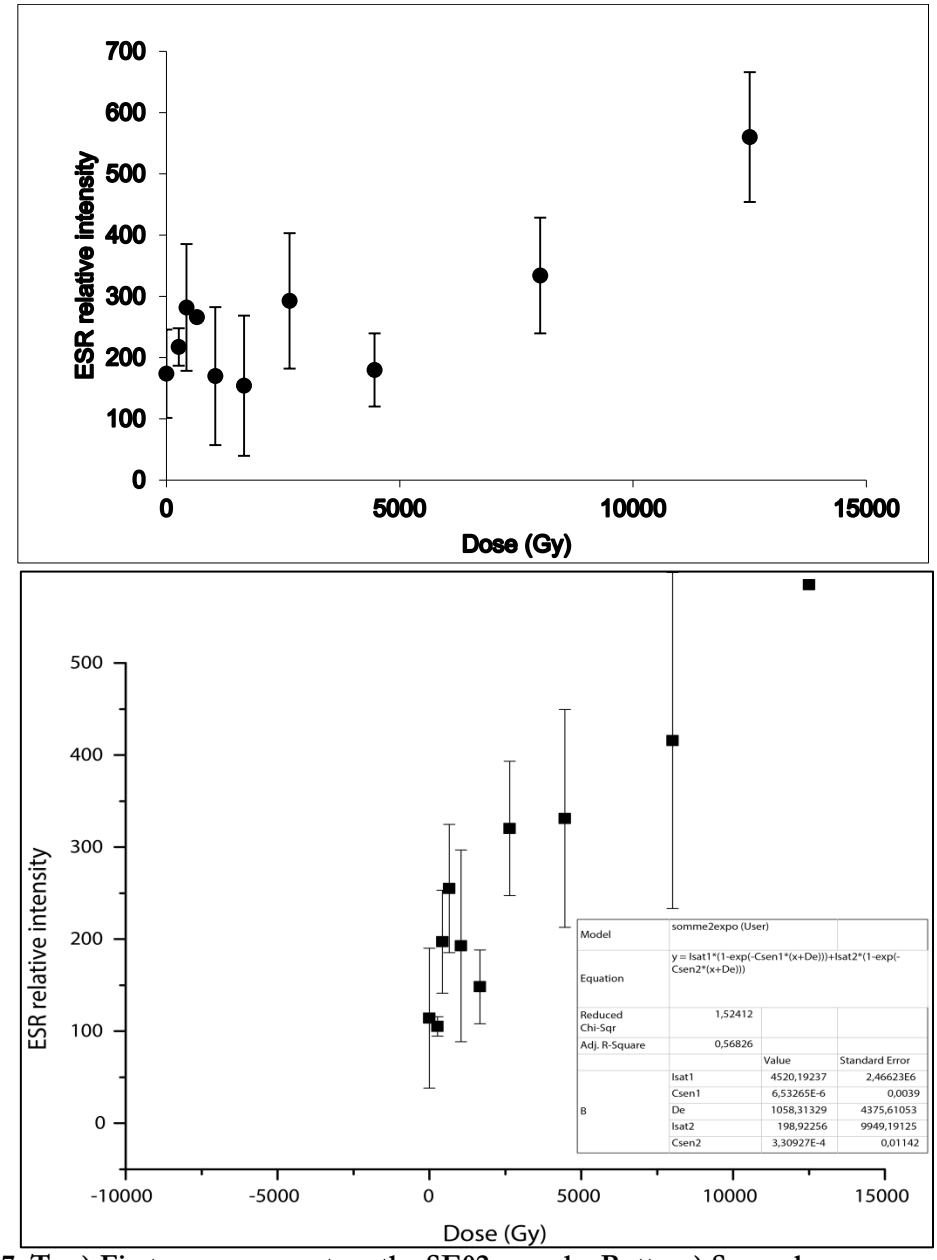


Figure 7-7: Top) First measurement on the SE02 sample. Bottom) Second measurement on the SE02 sample.

The measurements on the SE02 sample are reproducible considering the measurement uncertainties (Figure 7-7). A trend is even observable considering the second measurement. The

inconsistencies previously noted regarding the AG1 and AG3 samples and concerning the low-irradiated samples, the sample representative of the current conditions, and the bleached sample, are not observable. The analyzed signal is close to a "conventional signal" for the second measurement. This assertion is all the more true since no angle of measurement has been eliminated.

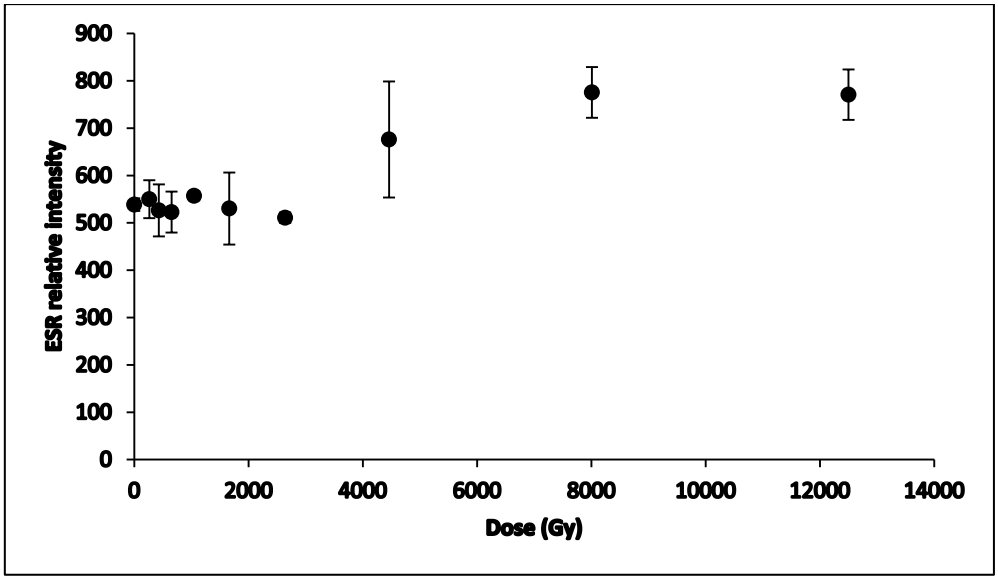


Figure 7-8: First measurement on the SE03b sample.

Regarding the SE03b sample (Figure 7-8), in the middle of the deposit section, the signal is significantly noisier. No clear trend is visible and the observed signal is not "classical". The measurement is therefore not interpretable in terms of geochronology.

Regarding the SE03 sample (Figure 7-9), at the top of the deposit section, the emitted signal is not reproducible due to strong angular dependence. The uncertainties associated with the measurements must therefore be fully considered. Moreover, the ESR relative intensities are not similar for the two performed measurements. Finally, the saturation plateau value cannot be accurately and precisely determined for the second measurement. The model to be used is therefore under-constrained.

For the most perched sample, SE01 (Figure 7-10), there is no clear trend. The measurement is rather symptomatic of the difficulties encountered so far.

These results are nevertheless interesting in terms of methodology and provide new insights.

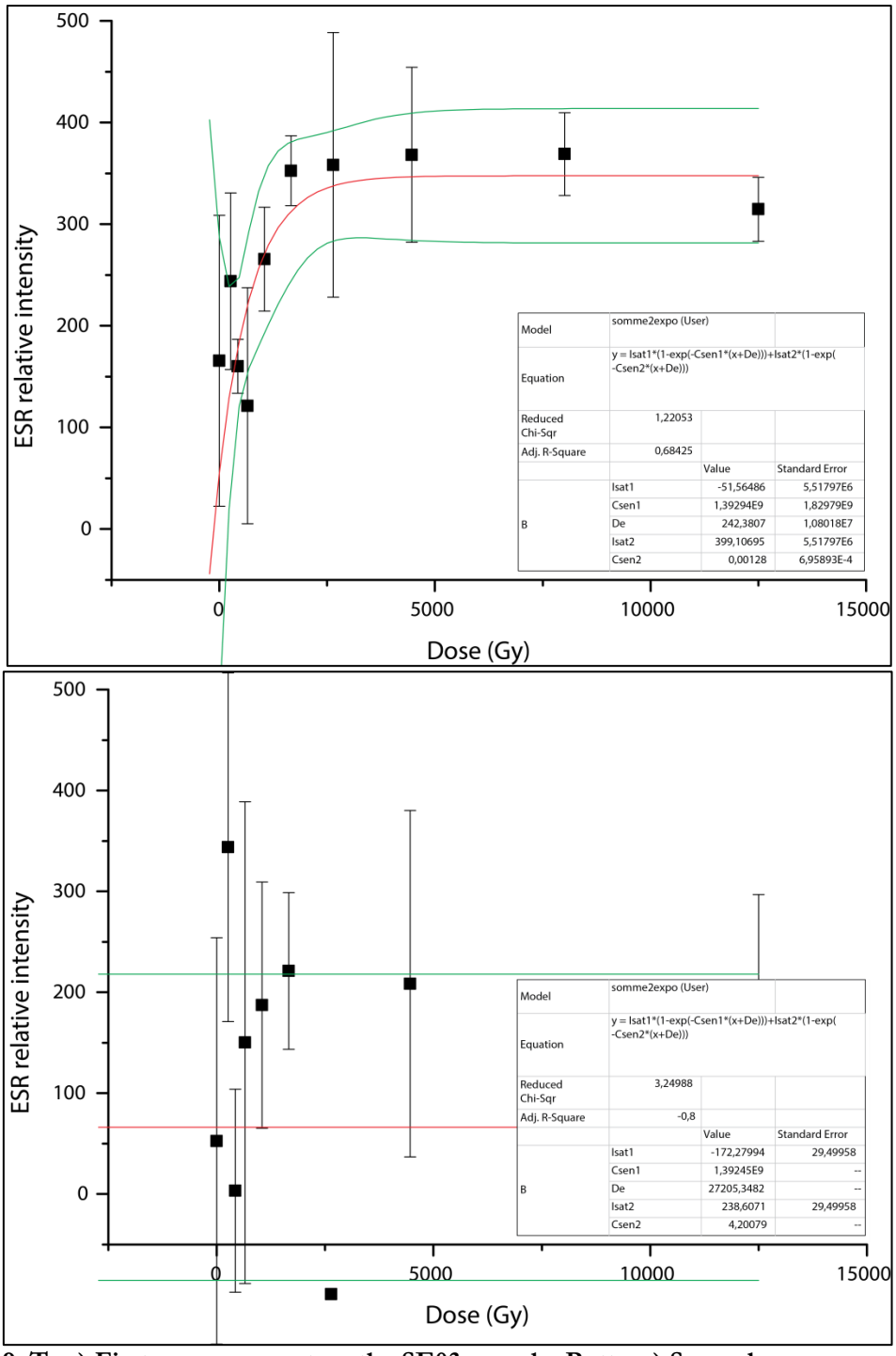


Figure 7-9: Top) First measurement on the SE03 sample. Bottom) Second measurement on the SE03 sample.

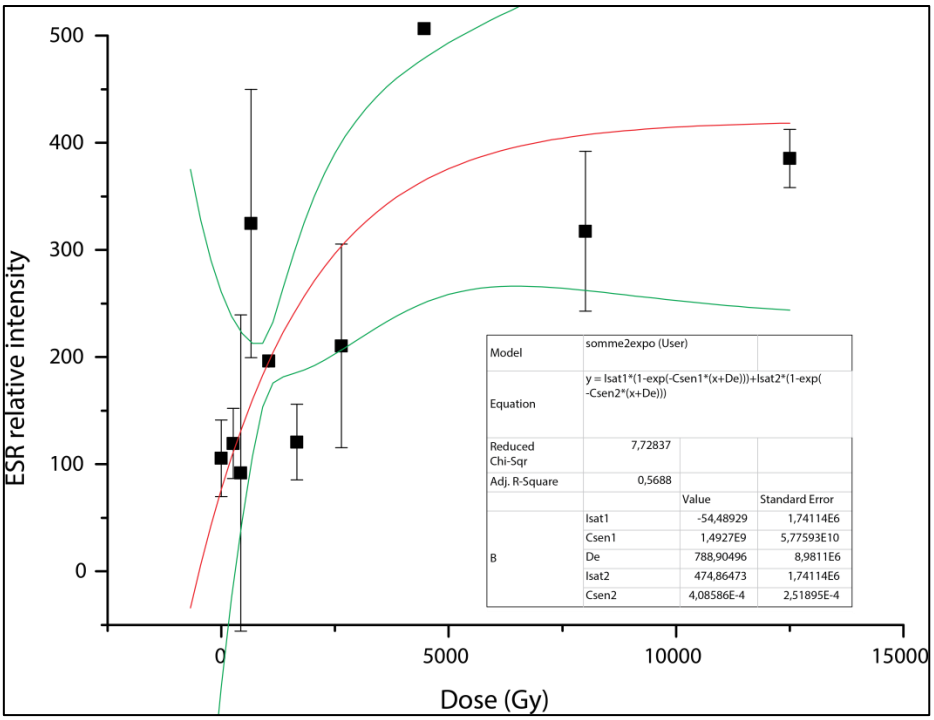


Figure 7-10: First measurement on the SE01 sample.

6- Discussion

6.1- Reliability of the dating methods used to determine burial durations into caves

The results concerning the Aguzou cave are unfortunately inconclusive in terms of methodological crosschecking. Nevertheless, concerning the TM71 cave suggest that the results obtained using the TCN and ESR methods are in agreement.

The TCN measurements presented in this chapter revealed that accessory minerals such as muscovites might bias the obtained results, particularly regarding the calculated ^{26}Al concentrations. As a result, some samples such as those in the Aguzou cave are not considered in the following. It will be useful to re-process these samples to accurately constrain their burial duration.

The methodological difficulties encountered for the Aude valley are generally the same as those raised for the Têt and Ariège river valleys. However, the context is closer to the Têt River valley, a glacier being confined to the high reliefs.

6.2- Presumed evolution of the Aude valley considering the cosmogenic nuclides

While plotting the relative elevation of the cavities as a function of the burial durations calculated from the $^{26}Al/^{10}Be$ and $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios (Figure 7-11), two periods experiencing different incision rates can be distinguished.

The Aude valley evolution beyond 6 Ma, that is to say beyond the Messinian, is difficult to constrain due to the poor preservation of the cavities for this time period and the resulting limited number of available samples. In addition, the ^{21}Ne concentrations in the three TQ1, PC1 and CL1 samples could not be measured yet. These samples of the Planal de la Coste cave, Clat cave and Quirbajou tunnel will undoubtedly allow better constraining the late evolution of the Aude River valley. Nevertheless, relying on the acquired data, the valley entrenchment during the Miocene seems to have occurred at incision rates ranging from 55 up to 150 m/Ma.

Regarding the age of the Sault plateau formation, the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios measured in two samples taken in the MD2 and in the Three Simples caves lead to Miocene alluvial deposits buried since at least 11 Ma (Serravalian). This estimation is in good agreement with the petrological observations: the deposits are rubefied, the clasts are not very coherent, and the conglomerates are often consolidated.

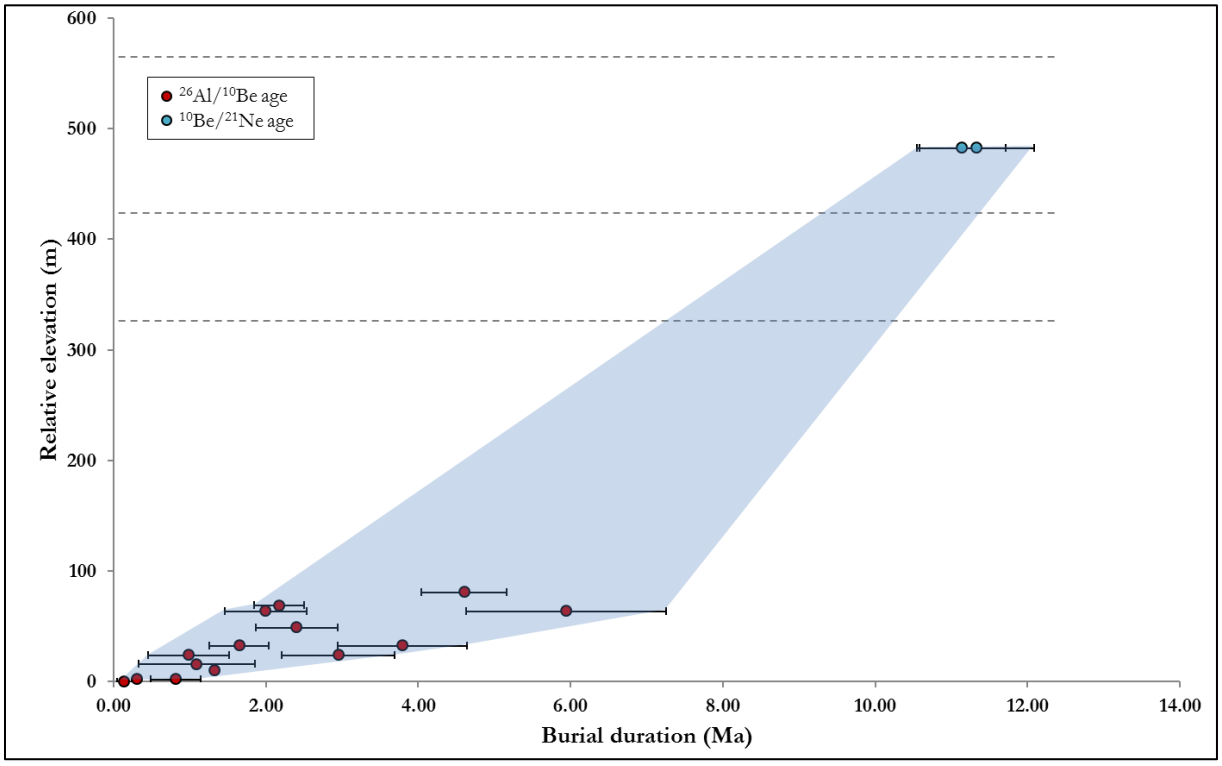


Figure 7-11: Evolution of the Aude valley since the Langhian, the Col St-Louis pass being discarded. The burial durations calculated from the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios (red dots) are distinguished from those calculated from the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios (blue dots). The burial durations calculated from poorly purified samples (presence of muscovites) were discarded. Incision rates are estimated considering the relative altitudes between two cave entries and the burial durations calculated at

these two levels. The small variations of relative altitudes related to gaps in the networks included in the uncertainties are neglected.

Most of the acquired data relates to low levels, which are below the Espezel surface. A large dispersion of the results is observed for this altitudinal slice (0-100 m-high). The deduced incision rates therefore range from 11 to 45 m/Ma. In addition, it is difficult to rationally determine if the data leading to the longest burial durations are outliers or have to be taken into account. The concerned samples, *i.e.* AG4, DES1, NE2 and MAQ2, indeed have $^{26}Al/^{27}Al$ ratios close to the chemical blank value and large associated uncertainties, except AG4. However, the quality of the samples does not allow questioning their relevance. Thus, the explanation of this dispersion probably lies in the geodynamic history of the study area.

The Trois Simples, Clat, Quirbajou Tunnel and Planal de la Coste caves are located above the surface of the Sault plateau. These caves were therefore probably formed before the surface of the Sault plateau was flattened. Considering that the ^{26}Al concentrations measured in the samples from the Clat, Planal de la Coste and Quirbajou Tunnel caves are not significantly different from the chemical blank concentration, these cavities are most likely older than 6.5 Ma. The $^{10}Be/^{21}Ne$ measurement performed on the MD2 and MD3 samples lead to burial durations around 11 Ma. The remaining cavities are below the Sault plateau and were therefore formed when the Aude River incised it. They cavities have burial durations ranging from the present to 5.94 ± 1.31 Ma. Altogether, this leads to a Sault plateau formation during the Messinian-Tortonian (from 5.32 to 11.6 Ma). This conclusion seems to be in good agreement with the petrological observations of the weathered alluvial deposits of the Sault plateau (Laffite, 2017) that evidence an old alluvial formation (shale pebbles transformed into clays and thick granite saprolite).

The first order forcing that initiated the valley entrenchment during the Miocene period is difficult to decipher. Indeed, thermochronology does not allow quantifying an exhumation rate. A significant drop in the base level occurring at the Langhian-Serravallian transition may explain the phenomenon (Haq, 1987). A climatic factor cannot be excluded.

To explain the Pliocene period record, some authors proposed an uplifting phase. In addition, the Aude River may have already been linked to the Mediterranean domain. However, the global base level varied significantly during that time period, probably leading to significant phases of aggradation during which the basal level was high enough to flood the Roussillon basin. In addition, incision rates could increase during drastic declines of the base level in the

Mediterranean domain. Considering all the considered acquired data, it is therefore unlikely that a single forcing may be at the origin of the observed Pliocene record and that the alluvial fan of the Sault plateau deposited late-Pliocene or Pleistocene sediments.

6.3- Artefact of base level stagnation? The TM71 case

The alluvium of the higher perched level cut is shielded from cosmic radiation since 1.32 ± 0.18 Ma.

In the underground drain, burial durations vary from 0.14 ± 0.10 Ma at the lower stage corresponding to sediments currently deposited to 0.81 ± 0.32 Ma for the sediments at the top of the cut. An intermediate burial duration of 0.30 ± 0.06 Ma has been obtained for SE03b sampled in the middle of the deposit.

These dating are in agreement with the ages obtained on the teeth of bears and ibex. More importantly, they bring a new light on the formation of sub-horizontal karstic networks in the geodynamic context of the investigated area. Taking into account the associated uncertainties and the implied extreme cases, the oldest sediments of the underground drain cut could also have been deposited at least 250 ka and at most 1.09 Ma after the youngest ones. In all cases, these results shed light on the residence time of the watercourse in the TM71 network. If the journey of the water through the massif to reach the Aude River could take a few tens of ka (using dissolution models), the digging of such a network on the other hand seems to take more time. It is not easy to compare this digging time with other works or other areas. In fact, the obtained durations may be due to a long phase of stagnation of the baseline despite climatic events. This also raises the question of the karst's accommodation time to fluctuations of the base level and to the geodynamics of the Aude valley. It is also evident that such a phase of stagnation, if it is effective, would lead to obvious contamination and a biased use of the chronometers.

6.4- The particular case of the Col de Saint-Louis zone

This network frequently experiences flood episodes. The sediments trapped in the Cthulhu Démoniaque network, sampled at four points, lead to, considering the associated uncertainties, internally consistent burial durations ranging from 1.62 ± 0.31 and 1.26 ± 0.26 Ma. The sediments which penetrate at each flood event within the network do not seem to be evacuated. The explanation probably lies in the configuration of the karst. It is indeed a karst barred by Albian marls (monoclinal bar). It would therefore seem that the position of the impervious screen towards the carbonate massif hinders the evacuation of the sediments.

However, of human memory, floods are recurrent in this network. Thus, the sediments, although reworked several times, have not been evacuated or only partially since the Pleistocene. Is this "washing machine" effect only due to the configuration of the karst? Is a Pleistocene event responsible for these observations? It would be of interest to know if this phenomenon has already been observed in other networks. Although the consequences are similar to observations already made in the Ariège networks, the karst configurations are different. In any case, this raises the question of the relationship between the base level and speleogenesis as well as between alluvial sedimentation in karstic environment and the water table.

7- Conclusion

In this chapter, we were partially able to quantify the incision of the Aude valley since the Serravalian. The incision seems to have begun in the early Miocene from poorly incised post-orogenic surfaces. Due to the lack of data, it is difficult to characterize a possible acceleration of the entrenchment and to determine whether it is caused by internal forcing and/or a drastic lowering of the global base level. It is likely that the incision phenomenon results from a combined action of these two forcing. Finally, the period extending from the Messinian to the present is characterized by a less straightforwardly interpretable registration, like for the two other studied valleys.

In this chapter, crosschecking between cosmogenic 21-neon, aluminum-26 and beryllium-10 is less satisfactory. But, this work has shown the scope of the use of dosimetric methodologies in karstic context. Indeed, even if the ESR method has yielded results that are not convincing at first sight regarding the dating, the acquired results remain interesting in terms of methodological applications in general, and could also be used to determine a possible preponderance of stochastic events.

Finally, one of the main interests of this chapter concerns the basic concepts of karstology. The application of these methods to sediments being currently deposited has shown that the formation duration of a network such as TM71 can be evaluated. The methods of entrenchment and deposition (from top to bottom), although specific to the network, are equally interesting.

Another crucial point concerns the findings made in the Cthulhu Démoniaque network. Indeed, the "washing machine" effect in this barred karst is proven, with sediments trapped since the Pleistocene and reworked at each flood. The latter, which were notable during the 20th century, did not allow the evacuation of all or part of the sediments. This phenomenon can

unquestionably shed new light on other studies previously developed in this PhD manuscript thesis.

Sadly, reflection cannot be further pushed on this part because of the absence of certain results which appear to be promising.

References

Aitken, M.J. **1998**. An Introduction to Optical Dating: the Dating of Quaternary Sediments by the Use of Photon-stimulated Luminescence. Oxford University Press, Oxford

Audra P., Palmer A.N. **2013**. The Vertical Dimension of Karst: Controls of Vertical Cave Pattern. *In*: John F. Shroder (Editor-in-chief), Frumkin, A. (Volume Editor) *Treatise on Geomorphology*, Vol 6, *Karst Geomorphology*, San Diego, Academic Press, p. 186-206.

Bigot, J.-Y. **2010a**. Imaginer…La Paléo-rivière souterraine de Saint-Remèze (Ardèche). *Actes de la 20e Rencontre d'Octobre - Labastide-Murat 2010*, 19-28.

Calvet, M. **1996**. Morphogenèse d'une montagne méditerranéenne : les Pyrénées orientales. Documents du BRGM, 255, 367 p.

Duvail, C. **2008**. Expression des facteurs régionaux et locaux dans l'enregistrement sédimentaire d'une marge passive. Exemple de la marge du Golfe du Lion, étudiée selon un continuum terre-mer. Thèse de doctorat, Université Montpellier II, France. 262 pp.

Gliganic, L.A., Cohen, T.J., Meyer, M., Molenaar, A. **2017**. Variations in luminescence properties of quartz and feldspar from modern fluvial sediments in three rivers. *Quaternary Geochronology*, 41, 70-82

Goron, L. **1937**. Les unités topographiques du Pays ariégeois : Le rôle des cycles d'érosion tertiaires et des glaciations quaternaires dans leur morphologie. *Revue géographique des Pyrénées et du Sud-Ouest*, 8(4), 300-334

Haq, B.U., Hardenbol, J, Vail, P.R. **1987**. Chronology of Fluctuating Sea Levels Since the Triassic. *Science*, 235, 1156-1167.

Jain, M., Murray, A.S., Botter-Jensen, L. **2004**. Optically stimulated luminescence dating: how significant is incomplete light exposure in fluvial environments? *Quaternaire*, 15, 143-157

Lacan, P. et Ortuño, M. **2012**. Active tectonics of the Pyrenees: A review. *Journal of Iberian Geology*, 38(1), 9-30

Laffite, A. 2017. Formation du plateau de Sault : timing et place dans l'évolution post-orogénique des Pyrénées. Master thesis. Université Paul Sabatier, Toulouse III, 55 pp.

Lagasquié, J. **1963**. Le relief calcaire du plateau de Sault. *Revue Géographique des Pyrénées et du Sud-Ouest*, 34, 11-32

Meurisse, M. **1973**. Étude structurale de la zone Nord-Pyrénéenne orientale. Thèse de doctorat. 325 pp.

Monod, B., Allanic, C., Bailly-Comte, V., Jacob, T., avec la collaboration de Martel, L., Courrioux, G. **2016.** Évaluation des ressource en eaux souterraines du Plateau de Sault – étude structurale, modèle géologique 3D, acquisition gravimétrique et analyse de la fracturation, Rapport final BRGM/RP-68288-FR, 155 pp., 91 ill., 1 tabl., 2 annexes

Mouchené, M., van der Beek, P., Carretier, S., Mouthereau, F. **2017a**. Autogenic versus allogenic controls on the evolution of a coupled fluvial megafan/mountainous catchment system: numerical modelling and comparison with the Lannemezan megafan system (Northern Pyrenees, France). *Earth Surface Dynamics*, 5, 125-143

Mouchené, M., van der Beek, P., Mouthereau, F., Carcaillet, J. **2017b**. Controls on Quaternary incision of the Northern Pyrenean foreland: Chronological and geomorphological constraints from the Lannemezan megafan, SW France. *Geomorphology*, 281, 78-93

Murray, A., Olley, J.M., Caitcheon, G. **1995**. Measurement of equivalent doses in quartz from contemporary water-lain sediments using optically stimulated luminescence. *Quaternary Geochronology*, 14, 365-371

Olley, J.M., Caitcheon, G.G., Roberts, R.G. **1999**. The origin of dose distributions in fuvial sediments, and the prospect of dating single grains from fuvial deposits using optically stimulated luminescence. *Radiation Measurements*, 30, 207-217

Ournié, S. and Ournié, B. **1985**. Le complexe souterrain du massif des Fanges et du chaînon du Roc Paradet, Fenouillèdes, Pyr. Orientales/Aude – Hypothèses de fonctionnement – Le Chtulhu Démoniaque. *Spelunca*, 18, 30-36.

Palmer A.N. **2007**. Cave Geology, *Cave Books, Cave Research Foundation*, Dayton, 454 pp.

Stokes, S., Bray, H.E., Blum, M.D. **2001**. Optical resetting in large drainage basins: tests of zeroing assumptions using single-aliquot procedures. *Quaternary Science Reviews*, 20 (5–9), 879-885

Wintle, A.G. **1997**. Luminescence dating: laboratory procedures and protocols. *Radiation Measurements*, 27(5), 760-817

Synthèse

Synthesis

Résumé des améliorations de la connaissance et perspectives de recherche

Summary of knowledge improvements and research perspectives



Grappe de chauves-souris en hivernation dans Lombrives supérieure (Ariège) – Photo P. Sorriaux

Contenu de la synthèse / Content of the synthesis

1- Reminder of the objectives 403

2- What are the difficulties associated with the use of the TCN and ESR dating methods?? ... 403

2.1- How to ensure that the sampled intra-karstic deposits are pertinent to answer the scientific question: when have they been deposited? ? 403

2.2- Are ESR dating reliable in mountainous environments? A Pyrenean case study 407

3- The karst, a powerful tool? 408

3.1- Relations between horizontal drains and base level: the role of the karst configuration 408

3.2- Is the relationship between the age of the sampled sediment and the age of the karst straightforward? 409

4- Synthesis of the results: do the Pyrenees continue to rise? 411

4.1- Evolution of the incision process of the French eastern Pyrenees since early Miocene 412

4.2- Comparison with the central and western Pyrenees 413

4.3- Derived paleodenudation rates and their reliability 414

4.4- Tentative conclusion regarding uplift 414

4.5- Prospects 415

Références bibliographiques de la conclusion 418

1- Reminder of the objectives

The aim of the presented thesis was to reconstruct the chronology of the valleys incision on the eastern part of the Pyrenees. In the course of this 3 years work, the Têt River, Aude River, and Ariège River valleys were studied with the objective of characterizing their specific response according to the maritime front (Atlantic, Mediterranean) and geodynamic or climatic events (Messinian crisis for example). In addition, valleys entrenching in response to an orogenic uplift, incision rates were estimated to derive information on uplift rates.. Indeed, the dynamics of the chain over the ten million years remains a subject of controversy which could benefit from the quantitative information provided by the estimation of the rates of incision and elevation.

The thesis therefore proposed to:

- Reconstitute the incision stages of the studied Pyrenean valleys over the long term and quantify the incision rates;
- Compare the estimated incision rates for the Pyrenean maritime fronts subject to differential changes in their base levels;
- Attempt to deduce uplift rates;
- Remove the analytical locks related to the dating methods used on alluvial deposits (TCN).

2- What are the difficulties associated with the use of the TCN and ESR dating methods?

2.1- How to ensure that the sampled intra-karstic deposits are pertinent to answer the scientific question: when have they been deposited?

2.1.1- $^{26}Al/^{10}Be$ burial dating

This method has been extensively used since its development in the late 1990s (see Chapter 3). It is a powerful method relevant for a wide range of contexts due to the supporting mineral (quartz) and the time period that can be investigated (~ 0.2 - 6.0 Ma with a suitable accuracy). Nevertheless, our work has shown that in a context more complex that those already studied, a certain number of difficulties, some of them methodological, remained to be solved. These difficulties are of several types.

First and as recently recognized by all the laboratories performing this type of analysis, there is an analytical difficulty linked to the absolute necessity of treating only samples which

contain only the quartz mineral. Indeed, other minerals may contaminate either with ^{10}Be or ^{27}Al the analyzed sample. For example, beryl such as tourmaline can provide irrelevant ^{10}Be trapped into fluid inclusions. Other minerals such as muscovite (as demonstrated in Chapter 6-Part 2), biotite or disthene can contribute for a significant amount to the stable aluminum concentration. This lead to over-estimated ^{26}Al concentration and, consequently, to over-estimated $^{26}Al/^{10}Be$ ratio and under-estimated burial durations. In addition, these contaminating minerals through the contribution of the trace elements that they bring disrupt the chemical treatments, especially the recovery of aluminum.

Another limitation is linked to the determination of the ^{26}Al concentrations. Because while performing the AMS measurements it has be chosen to ionize the aluminum isotopes as Al^- in order to eliminate the isobar of ^{26}Al: ^{26}Mg whose ionic specie $^{26}Mg^-$ is unstable, the intensity of the current out of the ion source is low. Consequently, the number of events detected is also reduced, which implies a rather high statistical uncertainty that to be propagated when calculating the ^{26}Al concentration. The sometimes induced large uncertainties associated to the $^{26}Al/^{10}Be$ ratios make difficult the interpretations in case of a dense karstic staging. However, the recent development of new high-intensity sources or of the gas-filled magnet technique should make it possible to remedy these limitations, with however currently little hope to obtain a resolution sufficient to constrain the chronology of stratified fillings in the cavities.

Other crucial concerns are linked to the geological context of the studied areas. Indeed, if the shielding is not properly estimated, the muonic post-production cannot be conveniently constrained and the burial duration estimates are then inaccurately calculated. Similarly, to be quantifiable it is necessary that the cosmogenic nuclide concentrations remaining in the samples after a given burial duration are significantly higher than their corresponding chemical blank, implying that they accumulate prior to their deposition in the cave high cosmogenic nuclide concentrations, which imposes long enough stable conditions of the watershed base level.

Last but not least, with regard to the contribution of the watershed, it must be verified that natural dams have not developed and that the drains have not remobilized sediments already buried. This last phenomenon may provide an explanation for the results regarding the Pliocene record in the Têt River valley (Chapter 5; Sartégou et al., in revision). Sediments deposited, buried for an indefinite time period and then remobilized to be finally re-deposited in another accumulating sedimentary deposit can seriously distort the obtained results. In the case of the Têt

River valley, the distortion is even more serious because the age of Escaro's formation could not be accurately constrained. Moreover, it is not possible to estimate what proportion of sediments originates from such remobilizations due to the lack of source tracing through geochemical analyzes. It is thus essential to consider further karstological studies and sources tracing geochemical analyzes.

2.1.2- $^{10}Be/^{21}Ne$ burial dating

As reported in the Chapters 5 and 6 discussions, ^{21}Ne is a stable isotope. Consequently, the measured concentrations are potentially indicative of pre-burial successive episodes. Thus, $^{10}Be/^{21}Ne$ burial durations are at most maximum burial durations because they are cumulative (*i.e.*, incorporating several burial-exposure cycles). A corollary is that the ratio-derived paleodenudation rates are probably underestimated and are therefore minimum denudation rates. Furthermore, the time period over which the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratio is integrated is larger than that related to the other ratios usually used. The $^{10}Be/^{21}Ne$ ratio will therefore average over a longer period of time and will integrate stochastic events.

The nature of the rocks being studied in the catchment has to be considered with attention. Indeed, some clasts or grains may come from metamorphic rocks. If these rocks have been subjected to temperatures at which neon diffuses efficiently, the measured concentrations may be distorted. In this case, the concentrations obtained would be a minimum concentrations leading to under-estimated burial durations. However, the geological context of this study is rather reassuring regarding this issue.

The analytical concerns are: (i) is the neon content sufficient to be detected? (ii) is quality of the blank sufficient to ensure manageable measurement uncertainties? (iii) is the spectrometer resolution sufficient to properly deconvolute the various sources of neon.

Regarding the first concern, it has to be assumed that the analyzed quartz have been exposed in the watershed over a sufficiently long time period for its concentration to reach values exceeding the spectrometer detection limit. Surprisingly, this condition, which seems difficult to satisfy in the state of knowledge preceding my thesis, did not constituted a major limitation for most of the analyzed samples. Only the lowest-level samples from the Têt River valley could not be measured.

Regarding the second concern, it is worth specifying that many gas (DOM standard) as well as quartz (CRONUS-1 and CREU-1; Vermeersch et al., 2012) standards are analyzed at

CRPG. In addition, particular attention is paid to the quality of the blanks and their reproducibility. Thus, there is no calibration bias of the lines and spectrometers used and blanks are not a major source of error in the ^{21}Ne measurements. In most cases, we have also performed a single extraction of neon, not four or five stages as recommended (e.g., Dunai, 2009). In fact, the efficiency of this protocol depends on the site where the contaminant neon is located. If it is in fluid inclusions, it is necessary to raise the temperature at around 800 - 1200 °C in order provide enough energy to diffuse this neon. If it is adsorbed on the quartz surface, the releasing temperature is between 200 and 800 °C. In some cases, the rise of the temperature does not bring anything because the cosmogenic neon is released from the quartz at the same temperature as the atmospheric neon. This is particularly the case of the analyzed Pyrenean samples. Therefore, after several tests, we decided to perform total extractions at temperatures between 1200 and 1300 °C. The crucial point is that the data obtained at the degassing temperatures of the cosmogenic neon line up on the spallation line in a 22/20 vs 21/20 diagram, which allows excluding contamination with nucleogenic ^{21}Ne.

Regarding the third concern, the acquisition by the CRPG of the last generation of the Helix MC+ spectrometer made it possible to carry out some measurements of remarkable quality which formally demonstrated that the neon analyzed was univocally of cosmogenic origin.

2.1.3- ^{26}Al-^{10}Be-^{21}Ne burial dating

The cumulative nature of neon due to its isotopic stability can be used to detect potential successions of burial / exposure cycles. Indeed, ^{26}Al/^{10}Be and ^{10}Be/^{21}Ne burial durations will not match for analyzed sediments which entirely or partially originate from sediments previously buried, either in the catchment area or within the cavities, and remobilized.

However, if this coupling proves to be very informative or even necessary, it does not allow tracing all the processes that have occurred in the history of the sediment. For example, it does not allow distinguishing different phases of deposits.

It is therefore necessary to envisage this combination as an effective tool for detecting the phenomena of external rearrangements or *in situ* sediment mixing.

A non-negligible limit to this approach is that it is (i) time-consuming; (ii) expensive, making it impossible to apply to all samples.

2.1.4- Criticism of the approach taken during this work

The objective of the thesis involves a bulimic exploration of the networks. While this is sustainable in the study of small cavities, when large networks are considered, such an approach is limited and inevitably leads to the conclusion that additional studies are needed. It might have been more effective to focus on a single river valley and conduct more in-depth studies on one or two networks.

However, this approach has had the merit of revealing several interesting karstological cases which we will be discussed in the following paragraphs.

However, although all the difficulties previously exposed have not been solved yet, the method remains powerful. Anyway, it should be kept in mind that this method is based on physical principles and cannot be called into question unless these principles are been proven false. Consequently, any unexpected or contradictory result may only arise from the fact that the selected sample is not the most suitable to answer the scientific question raised.

2.2- Are ESR dating reliable in mountainous environments? A Pyrenean case study

Applying the Electronic Spin Resonance (ESR) method at least on the oldest (and hence hypothetically, the best bleached) sediments was also envisaged. Indeed, this method offers in theory the opportunity to extent the investigable time period to the Early Pleistocene. In addition, using the relevant samples, both the ESR and TCN methods in the karstic context can be cross-checked.

Samples were taken from the three studied valleys not only in fossilized ducts containing *a priori* old alluvial deposits (Ariège River valley - Massif de Calamès), but also in recent pipes (Têt and Aude rivers valleys) as well as even in current ducts (Aude River valley - TM71). Sediments have also been collected in the current bed of the aerial Têt River. All the ESR signals obtained on these various samples were not interpretable in terms of burial durations. Indeed, a strong angular dependence is observed and the measurements do not appear to be reproducible. Furthermore, the measured doses are often scattered and the majority of the samples having experienced low irradiation doses emitted signals weaker than the bleached sample.

The quartz minerals constituting part of these Pyrenean samples appear to have a specific signature characterized by low relative intensities linked to ESR aluminum centers and no signal related to the titanium centers that hamper to apply a multi-center approach. Such a specific property may eventually be used to trace the sediment source.

But, as already mentioned regarding the TCN, it has to be kept in mind that we used the method used is based on more or less well constrained physical principles. Whatever the

analytical difficulties encountered, the fact remains that the results are associated with samples which must be selected for their relevance to the scientific question posed.

The questions raised at the end of the fifth chapter remain relevant in this context. . Indeed, we may have been measuring in the selected aliquots several quartz populations resulting from sediment reworking, as attested by some TCN results (Têt River valley). However, such an explanation may not be valid for the Aude and Ariège rivers valleys for which the ^{26}Al, ^{10}Be and ^{21}Ne measurements lead to similar $^{26}Al/^{10}Be$ and $^{10}Be/^{21}Ne$ derived burial durations. The quartz structures, the quality of their bleaching before entering caves may therefore be invoked. Anyway, parameters such as the quartz nature (alpha or not), the quartz radio-sensitivity (crystalline defects, poly-mineral grains), the proximity of the sources and the torrentiality as well as the influence of stochastic events (recycling, mixing, etc.), or of the time transfer need to be investigated and better understood. The studied caves are often located between 60 and 10 km from the sources of the various tributaries. The slopes appear to be stable, but it is difficult to extrapolate such stability over millions of years, and the impacts of the past floods are not visible. Moreover, the influence of the glacial imprint cannot be neglected in the Ariège River valley. So, quartz recently brought to the surface, that is to say quartz which has not yet been completely bleached, can therefore feed quartz-rich sediments already suitably bleached due to longer transport duration and cause a "contamination" as for investigations using the TCNs.

Finally, the active context of the area, far from the usual studied plains contexts, can also be an explanation for the encountered difficulties.

3- The karst, a powerful tool?

While limitations linked to the used chronological methods have been discussed, the basic assumptions on which this work is based have also to be examined.

3.1- Relations between horizontal drains and base level: the role of the karst configuration

As reported in Chapter 2, the current elevation of the gallery gives the actual position of the base level with varying degrees of accuracy. Indeed, the question of formation of horizontal networks at or below the water table has long been debated. Ford (1971) proposed the Four state model linking the frequency of cracking to the shape of the cavity (length, depth). This model of initial speleogenesis evolved progressively until consensus was reached. Further studies performed by Audra (1994) and Worthington (2005) allowed making it evolve. In particular, they revealed the presence of horizontal networks about 100 m below the water table and the

formation of loopings below this limit that result from dissolution kinetics. This has been subsequently considered to emphasize the phenomena of loading during floods, the formation of deep loopings being only possible in the case of exceptional eustatic floods, accidental floods and hydrothermal contexts. In addition, alpine karsts are strongly influenced by fluvial incision, uplift of the massifs and irregular refills (Gabrovsek et al., 2014).

Thus, the relationship between the position of the base level and that of the horizontal galleries can be complex and induce significant uncertainties when considering current staging systems. If the epiphreatic model seems to be suitable for the studied Pyrenean networks and systems, this complexity has to be kept in mind.

Furthermore, the karst structure is important in terms of sediment dynamics. Thus, in the barred karst of Fôret des Fanges where the Cthulhu Démoniaque network is located, initially deposited sediments that are not or only partly evacuated during high intensity flooding are continuously reworkedIf large clasts could have been collected, it might have been possible to distinguish several generations of filling.

Another particular case is the Niaux-Lombrives-Sabart network (Ariège). If the horizontal galleries were actually excavated at representative heights of the successive base paleo-levels, these galleries were subsequently re-flooded during glacial periods (probably at 350 ka). The sediments then injected would have been mixed with alluvium already present and preserved in the galleries.

It turns out that the karst may not evacuate all the initially present alluvium in the galleries despite the importance of certain floods. This phenomenon can be related to the structure as to a very large quantity of sediments to be evacuated.

3.2- Is the relationship between the age of the sampled sediment and the age of the karst straightforward?

As shown in the diagram below (Figure 8.1), the assumed relationships between the TCN content of the analyzed grains and the time at which the base level was at the level of the network are numerous. These relations seemed obvious and were taken for granted by most authors at the initiation of this work. But, as the results obtained on the studied three valleys suggest, this is not as simple.

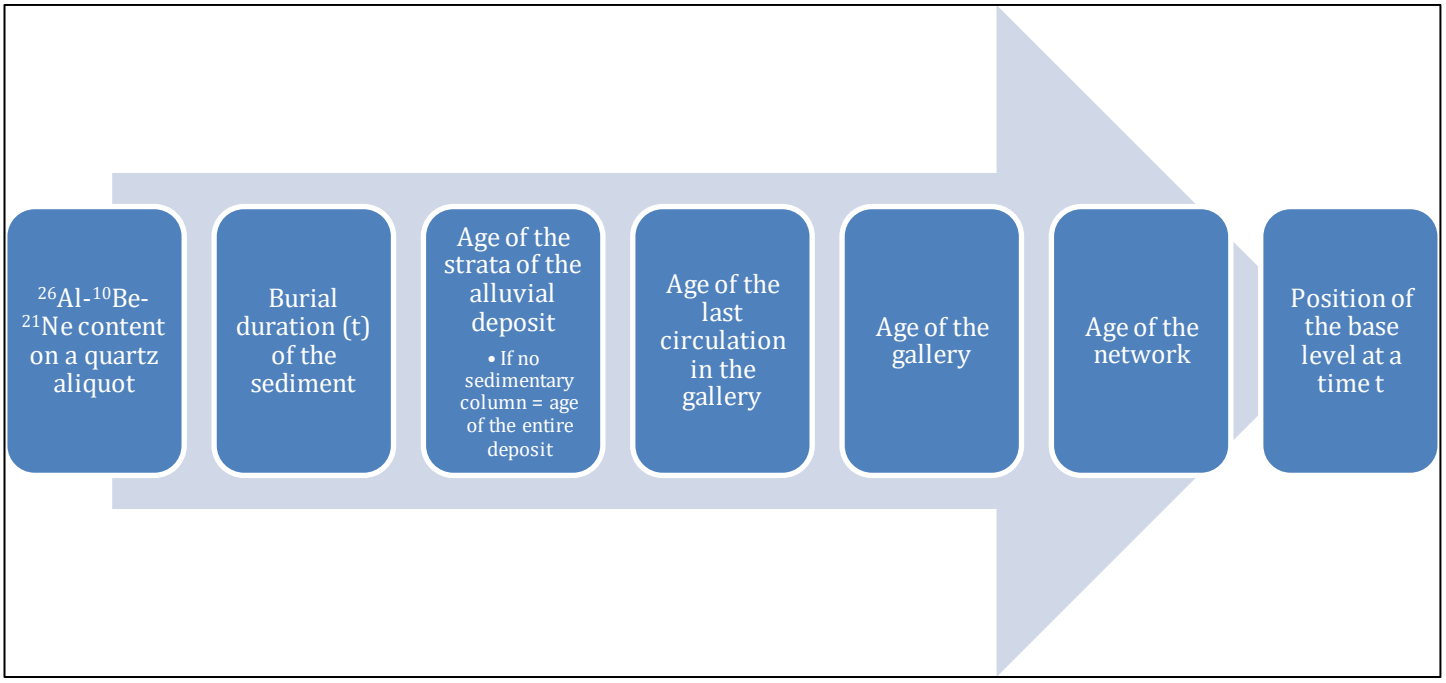


Figure 8.1: Relationship between the analyzed object and the desired final data, with the necessary milestones and extrapolations to achieve this.

On the one hand, the first link depends on the studied object: are these concentrations measured in a pebble, in an amalgam of pebbles, or in sands more or less consolidated? This question is crucial because the nature of the sample determines the extent of the watershed integrated and can already introduce a first bias. Indeed, sands are assumed to integrate the entire catchment area. But they are *a priori* more mobile and easily subject to reworking. The pebbles are representative of only one area of the watershed. If they are large enough to be analyzed individually, they must be numerous enough to allow performing an isochron. If they are small, they have to be mixed trying to ensure that their population is representative of the deposit and analyzed together. The burial duration of the sediment at the sampling site is then calculated from the measured TCN concentrations in the quartz grains (ignoring the analytical problems), with the previous limitations depending of the selected object.

This burial duration is then extrapolated to the strata (if possible) and/or the entire deposit. However, it should be ensured that the whole deposit has been collected in several places. This extrapolation can become hazardous if the stratigraphic correlations are not clearly established. Furthermore, most of the networks contain only flakes of alluvium.

The age of the deposit is then considered as the age of abandonment of the duct by the waters, *i.e.* the age of the last circulation. It is then necessary to assume: (i) that the first and last flooding phases are within a negligible time interval relative to the resolution of the used dating techniques (which does not seem to be the case for TM71, for example); (ii) failing, that the

sediments already deposited are either over-dug or evacuated to leave only the last alluvial deposits. However, as seen in Chapter 2, the over-digging is not necessarily a common mode of speleogenesis during the paragenetic phase. Indeed, flows are rather upward. And many examples in the three studied valleys have shown that the evacuation of the sediment in place could be partial. Therefore, in the case of mixing or reworking, these assumptions are far from proven.

But, as stated above, the time lag between the initiation of the speleogenesis of the conduit and the last circulation is difficult to estimate in certain contexts. Subsequent re-flooding events may obscure a first abandonment phase if the base level goes up, for example. Thus, determining the age of the gallery can also be complex in some cases.

Moreover, it is not certain that the various galleries of a network, now connected, have been dug during the same time interval. Neither may the same river be responsible for digging in some cases, although it is often the same watershed or drains with the same base level. Stream captures (origin: tectonic, natural damming, erosion or glacier retreat), or watersheds with divergent histories also influence sedimentary deposition. All these complexities are reflected in the sedimentary contribution whose representativeness can therefore be questioned. Certain galleries of the network may also be excavated during subsequent speleogenesis phases due to fluctuations of the base level, for example.

Finally, as mentioned in the previous sub-section, the relationship between the base level, the water table and the studied horizontal level may also be flawed. The considered marker may thus be tainted with a slight error in terms of elevation (probably of the order of one meter).

Of course, the above brushed picture is exaggerated and might suggest that the entire approach is obsolete. Despite the fact that I am not aware of all karstic staging around the world, I guess that many simple cases must exist. In all cases, it is essential to properly ask the scientific question and to carry out all the preliminary studies necessary for the selection of the sample(s) to answer it in the most relevant way. Also note that in most cases the operator has to work with the small amount of material present on the sites. But one of the aims of my remarks is also to highlight the need for "samplers" to communicate with those who perform dating and interpretations in order to avoid dispersion that may lead to hasty conclusions or over-interpretations.

4- Synthesis of the results: do the Pyrenees continue to rise?

Despite all the limitations and interrogations, it is possible to try to answer the original scientific question, at least partially.

4.1- Evolution of the incision process of the French eastern Pyrenees since early Miocene

To summarize:

- The most complete and convincing record was obtained for the Têt River valley. Burial durations documented a Têt valley incision that occurred in successive stages. The incision likely began during the Early Miocene, probably before 16 Ma, from poorly incised post-orogenic surfaces possibly because of an isostatic rebound that compensated for lithospheric thinning from the opening of the Gulf of Lion. Although we could not determine whether this event was caused by the opening of the Conflent graben and/or a drastic lowering of the global base level around the Langhian – Serravallian transition (~11 Ma), acceleration from ~20 m/Ma to ~80 – 160 m/Ma of the Têt valley entrenchment was evidenced;
- The record of the Ariège River valley, although comprehensive, has fewer milestones and does not allow drawing such formal conclusions. We could only quantify the incision process since the Langhian. The incision may have begun in the early Miocene due to driving mechanisms still to be identified. The estimated incision rates are of the order of 56 m/Ma during the Miocene;
- Finally, the incision process seems to have begun in the early Miocene from poorly-incised post-orogenic surfaces in the Aude River valley area. But it is currently the least complete recording. We can neither evidenced incision rates variations nor determined whether the incision was induced by internal forcing and/or a drastic lowering of the global base level. Finally, the period extending from the Messinian to the present provided a record difficult to interpret, like the two other studied valleys.

The comparison of the incision rates deduced in the three studied valleys reveals that, even if the records may be biased due to sedimentary remobilization and/or mixing, they are moderate during the Messinian in the Têt and Aude river valleys. This may reflect the fact that they both are conveyed to the Mediterranean and might therefore corroborate the importance of the eustatic factor. . By contrast, despite the absence of cavities at the relevant elevations, it is extrapolated to a quite high value in the Ariège River valley over the same time range. This is in line with Crest's observations (2017). In addition, the Ariège River valley is filled with thick alluvial deposits in the vicinity of Tarascon-sur-Ariège, the holes drilled in them indicating karstic behavior below these sediments. In the present state of knowledge derived from the data acquired, it may be proposed that the incision process is more intense towards the center of the Pyrenees (high incision rates are also presented by Genti (2015)). If a glacial influence may

support such a difference (Crest, 2017), significantly different base levels have also to be considered.

Extrapolating the incision rates deduced from our measurements, it is possible to estimate an age for the Highly-Elevated Low-Relief (HELR) surfaces incised by the valleys. They thus appear to date either from the early Miocene (Têt – Pla des Horts) or from the Oligocene (Ariège – plateau of Aston-Beille). Similarly, it is possible to estimate that the Sault plateau, intermediate surface in the Aude area, would be Miocene age, while the highest HELR of the Aude area would be of the late Miocene. These results are not incompatible with those of the literature (see Chapter 1 and references therein), and may add some additional constraints to the modelers.

4.2- Comparison with the central and western Pyrenees

As a reminder (see Chapter 1), in the central Pyrenees, the Montpellier team obtained $^{26}Al/^{10}Be$ burial durations on three cavities of the Arbas massif (Genti, 2015). They are inter-coherent and the deducible incision rates vary between 85 and 147 m/Ma considering the Pène Blanque and Commingeois caves, and 126 to 165 m/Ma considering the higher-elevation network of Coume Nère. This variability, not discussed by the authors, may result from an influence of a local base level (natural barrier, tectonics, glaciations, etc.).

In the Western Pyrenees (Basque Country), the data obtained on the karst system of Isturitz-Oxocelhaya (Audra et al., 2017) reveal methodological difficulties. However, the incision rates deduced from $^{26}Al/^{10}Be$ burial durations range between 5 and 25 m/Ma during the Pliocene period.

Altogether, these results suggest that the incision rates are of the same order of magnitude and quite low over the entire width of the chain. Nevertheless, they appear to be more consistent in the central areas that were affected by glaciations. The neotectonics indices discussed in Chapter 1 (Figure 1-16) also suggest a more pronounced activity at the center of the chain during the post-orogenic period. It is also in this zone that the microseismicity is the most pronounced. Observations on a longer time scale suggest that the central part has always been slightly more active (at least in the Pliocene). But it is not currently possible to clearly evidence potential east to west gradient.

On the Spanish side, in the central Pyrenees, only alluvial deposits from two cavities were analyzed by Genti (2015). Calculated burial durations in two caves (Llenes, 1.12 ± 0.16 Ma and Cinco de Agosto, 1.24 ± 0.22 Ma) lead to deduced very high incision rates, respectively, 269.2 ±

175.6 m/Ma and 860.1 ± 381.0 m/Ma. Only the incision rate deduced from the Llenes cave is comparable (taking into account the uncertainties) with the incision rates obtained on the French slope.

Even if the data are scarce and their associated analytical uncertainties large, a trend towards a North-South gradient seems to emerge, gradient would be observable from, the Spanish slope probably having been incised faster. Given the investigated timescale, this assertion does not appear far-fetched considering the large base level variations the region experienced (Ebro endoreism and then connection to the Mediterranean). Furthermore, in the Aneto and Seu d'Urgell massifs which exhibit a current significant micro-seismic activity (Figure 1-16), some faults had been active during the Neogene. .

This observation remains to be completed in order to determine if a similar distribution along the French slope is visible.

4.3- Derived paleodenudation rates and their reliability

Except some isolated clasts probably coming from particular areas of the catchments, the $^{26}Al/^{10}Be$ derived paleodenudation rates are generally all lower than 100 mm/ka, representative of relatively stable catchments. Some exceptions concern isolated clasts, which probably have to come from a particular catchment area. . The paleodenudation rates derived from the $^{10}Be/^{21}Ne$ ratios are even of an order of magnitude lower. Of course, one must not forget the cumulative nature of ^{21}Ne, which implies that the calculated rates are minimum rates. The data too dispersed do not allow highlighting a clear trend over time. No east-west gradient is evidenced. On the other hand, a north-south gradient seems to emerge, with higher paleodenudation rates on the Spanish slopes.

However, it may be tentatively proposed that over the integrated time periods the watersheds are most likely relatively stable. If this is indeed the case, the activity of the Pyrenean chain in its eastern part must be moderated over the integrated time scale, with some local stochastic events nearby.

Nevertheless, it must be kept in mind that it is currently difficult to estimate what proportion of the samples is relevant (not tainted by rearrangements, mixtures, etc.) for quantification purposes.

4.4- Tentative conclusion regarding uplift

The incision process occurs in response to internal, external and eustatic forcings.

Can we conclude that the Pyrenees have experienced a late uplift episode? Considering each valley studied, it is impossible to exclude the participation of each of these forcings for which we cannot furthermore precisely quantify the share in the records obtained.

If the maximum incision rate ranges are considered, can we conclude that the Pyrenees have experienced a late uplift episode? Relying on the maximum incision rates, it is not impossible to consider a late uplift of the chain, but certainly not of the order of magnitude described by some authors (2000 meters in 10 Ma). Therefore, our data do not appear to be consistent with certain thermochronological data (see chapter 1 and references therein).

Are the observations homogeneous over the whole chain? It is difficult to firmly answer this question since neither eustatic forcing (especially regarding the valleys connected to the Mediterranean) nor external forcing (Central Pyrenees) can be excluded. If there has been a late episode of uplift, constraining its geometry will be challenging as long as the contribution of each forcing, complex to quantify, will not be constrained and some areas not be studied.

4.5- Prospects

4.5.1- Improving the methodology, an interesting issue

There have already been indications of developments concerning TCN measurements above this paragraph. But in addition to these developments, the extension of cross-checking involving stable nuclides is very promising and should be extended to other applications. Their combined use with the *in situ* ^{14}C, which we wanted to develop in this work for the TM71 network, could also prove invaluable to constrain the sedimentary dynamics in an intrakarstic context.

Concerning the ESR methodology, some clues were presented in a previous paragraph. The titanium center does not currently offer a solution. On the other hand, the study of the Ge center, promising but in development, could provide an alternative. Indeed, the time required for bleaching is of the same order of magnitude as for the OSL. The application of the OSL method on mono-grains is of course a very interesting research topic to exploit in order to improve the understanding of the sedimentation dynamics in the karsts.

Improving the inter-calibrations and providing methods to a better understanding of the contexts is also of particular interest in the fields of archeology.

Above all, it might be interesting to apply this method with high sampling resolution in other contexts, perhaps simpler than the Pyrenees. The fact that the overall geodynamic context

of the area is complex and that the selected marker is not as relevant as initially thought to respond to the initial questioning cannot be overlooked. Applying the methodology developed in this work at high resolution in the Ardennes or in the Causses of the Lot and Lozère could prove invaluable. A preliminary study has already been initiated in the framework of the excellent educational project Eramus+ "Live on the Karst" of the Peytavin high school of Mende (Lozère, France).

4.5.2- Extension of the methodology, research tracks, interesting areas and potential issues

Some issues deserve further studies. To better constrain the recent evolution of the Têt River valley, the use of U-Th or even U-Pb radiometric dating could be judicious. Indeed, U-Th dating on the concretions licked by later currents for example (presenting scallops), would bring interesting chronological constraints. However, this approach is only possible in the most recent networks, the U-Th method being limited to ~ 450-500 ka, and peculiar purity of calcite or aragonite are required. This approach could, for example, be attempted in the Lachambre and En Gorner networks.

It would also been interesting to use geochemical methods to trace the sediment sources. Such methods will allow not only constraining the source of sediments in the watershed but also effectively constraining external karst remobilizations.

At the chain scale, it would be wise to acquire more data in order to decipher fundamental issues. The densification of these studies and the combination of methods quantifying the exhumation, for example, would allow obtaining crucial constraints for modeling. It may then be possible to estimate the contribution of the various forcings in the incision process.

However, attention should be paid to various difficulties concerning large networks and potential communication between karstic levels (vertical connections). This could be studied at the Pierre Saint-Martin for example, where numerous studies have already been carried out. The combination of TCNs, U-Th and source tracer methods would certainly be highly useful. It would be of particular interest to test a TCN profile along the terraces of this network, making it possible to distinguish or not a possible homogeneity of the results. The information thus obtained may shed light on the sedimentation process and potential mixing and/or remobilization through their comparison with the stratigraphic and petrological observations.

Indeed, the cut is rather well constrained thanks to the U-Th data of Quinif and Maire (1998). In terms of the time scale, a dosimetric study may also be considered.

Finally, it would have been interesting to study some river profiles (see Chapter 2) and to compare the results obtained with karstological observations and geochronological data. Many captures are visible in mapping, as well as knickpoints.

Références bibliographiques de la conclusion

Audra, P. **1994**. Karsts alpins – Genèse de grands réseaux souterrains. Exemples : le Tennengebirge (Autriche), l'Île de Crémieu, la Chartreuse et le Vercors (France). *Karstologia Mémoires*, 5, 280 pp.

Audra, P., Vanara, N., Caillaut, H., Camus, H., Bigot, J.-Y., Bourlès, D., Braucher, R. **2017**. Datations cosmogéniques des niveaux étagés du réseau d'Isturitz-Oxocelhaya (Pays-Basque). *16èmes RIK-RAK, Saint-Christol 2017*.

Crest, Y. **2017**. Quantification de la dénudation glaciaire et postglaciaire dans l'orogène pyrénéen. Thèse de doctorat, Université de Perpignan Via Domitia, France, 480 pp.

Dunai, T. J. **2010**. Cosmogenic Nuclides, Principles, Concepts and Applications in the Earth Surface Sciences. *Cambridge University Press*, 198 pages; ISBN-13: 9780521873802

Ford, D.C. **1971**. Geologic structure and a new explanation of limestone cavern genesis. *Trans. Cave Res. Group Great Brit.* 13, 81-94

Gabrovsek, F., Häuselmann, P. & Audra, P. **2014**. 'Looping caves' versus 'water table caves': The role of base-level changes and recharge variations in cave development. *Geomorphology*, 204, 683-691.

Genti, M. **2015**. Impact des processus de surface sur la déformation actuelle des Pyrénées et des Alpes. Thèse de doctorat, Université de Montpellier, France, 255 pp

Quinif, Y., and Maire, R. **1998**. Pleistocene Deposits in Pierre Saint-Martin Cave, French Pyrenees. *Quaternary Research*, 49, 37-50.

Vermeesch, P., Balco, G., Blard, P.-H., Dunai, T.J., Kober, F., Niedermann, S., Shuster, D.L., Strasky, S., Finlay, F.M., Wieler, R. & Zimmermann, L. **2012**. Interlaboratory comparison of cosmogenic ^{21}Ne in quartz. *Quaternary Geochronology*, 26, 20-28, doi:10.1016/j.quageo.2012.11.009

Worthington, S.R.H. **2005**. Evolution of caves in response to base-level lowering. *Cave and Karst Science*, 32, 3-12.