

Available online at www.sciencedirect.com





C. R. Geoscience 336 (2004) 775-787

Géochimie (Géochronologie)

## Datation U–Pb des deux faciès du granite de Soultz (Fossé rhénan, France)

Alain Cocherie<sup>a,\*</sup> Catherine Guerrot<sup>a</sup>, C. Mark Fanning<sup>b</sup>, Albert Genter<sup>a</sup>

<sup>a</sup> BRGM, BP 6009, 45060 Orléans cedex 2, France <sup>b</sup> Research School of Earth Sciences, ANU, Canberra, ACT 0200, Australie

Reçu le 1<sup>er</sup> juillet 2002 ; accepté après révision le 12 janvier 2004

Disponible sur Internet le 19 mai 2004

Présenté par Zdenek Johan

## Résumé

Les sondages profonds réalisés dans le socle du fossé rhénan à Soultz-sous-Forêts ont mis en évidence un monzogranite très largement représenté. Le sondage GPK-2 atteignant 5090 m montre, en outre, un faciès plus leucocrate à grain fin et deux micas, présent localement à partir de 4860 m et de manière continue entre 5047 et 5090 m de profondeur. Grâce aux éléments en traces, et plus particulièrement grâce aux terres rares, on montre que le faciès leucocrate à grain fin serait une expression différenciée du magma potassique ayant conduit au pluton monzogranitique. Ce modèle est en accord avec les données isotopiques Sr-Nd, même si une légère contribution du socle préexistant doit aussi être considérée. L'utilisation de la méthode U–Pb, après dissolution, sur zircons du monzogranite (EPS-1) a permis d'en préciser l'âge de mise en place à 334,0 + 3,8/-3,5 Ma ( $2\sigma$ ). Les datations ponctuelles (SHRIMP II) sur les zircons du faciès à grain fin ont montré que cette mise en place se fait dans un socle très hétérogène en âge : depuis le Protérozoïque inférieur jusqu'au Silurien. L'âge estimé de cristallisation de ce dernier granite est de  $327 \pm 7$  Ma ( $2\sigma$ ), c'est-à-dire légèrement postérieur, voire sub-contemporain, à la mise en place du faciès monzogranitique commun, en accord avec les contraintes structurales. *Pour citer cet article : A. Cocherie et al., C. R. Geoscience 336 (2004).* 

© 2004 Académie des sciences. Publié par Elsevier SAS. Tous droits réservés.

#### Abstract

U–Pb dating of two granite types from Soultz (Rhine Graben, France). Deep boreholes drilled in the basement of the Rhine Graben at Soultz-sous-Forêts have shown the presence of an ubiquitous monzogranite. Borehole GPK-2, with a total depth of 5090 m, also intersected a more leucocratic fine-grained two-mica granite, locally present below 4860 m depth and continuously found between 5047 and 5090 m. Thanks to trace elements and in particular to REE (rare-earth elements), it could be shown that the leucocratic rock is a differentiated expression of the potassic magma that was at the origin of the monzogranite pluton. This model agrees with Sr–Nd isotope data, even though a slight contribution from the pre-existing basement should be considered as well. Use of the U–Pb method on monzogranite from EPS-1 – after zircon dissolution – has yielded an emplacement age of 334.0 + 3.8/-3.5 Ma ( $2\sigma$ ). Point dates obtained by SHRIMP II on the rare zircons from the fine-grained granite showed that it was emplaced in a basement with very heterogeneous ages, ranging from Early Proterozoic to Silurian.

\* Auteur correspondant.

Adresse e-mail: a.cocherie@brgm.fr (A. Cocherie).

1631-0713/\$ - see front matter © 2004 Académie des sciences. Publié par Elsevier SAS. Tous droits réservés. doi:10.1016/j.crte.2004.01.009

The estimated crystallization age of the last granite is  $327 \pm 7$  Ma  $(2\sigma)$ , slightly later than, or sub-contemporaneous with, the emplacement of the common monzogranite, in agreement with structural constrains. *To cite this article: A. Cocherie et al., C. R. Geoscience 336 (2004).* 

© 2004 Académie des sciences. Publié par Elsevier SAS. Tous droits réservés.

Mots-clés : datation U-Pb ; zircons ; Fossé rhénan ; Soultz-sous-Forêts ; France

Keywords: U-Pb dating; zircons; Rhine Graben; Soultz-sous-Forêts; France

## **Abridged English version**

#### 1. Introduction

In the area around Soultz-sous-Forêts, northwest of Strasbourg, several deep boreholes have been drilled as part of geothermal projects (Fig. 1). The drilling revealed the presence of large and homogeneous porphyroid monzogranite pluton. In one hole, however, fine-grained two-mica granite intrudes the monzogranite between 5047 m and the total depth of 5090 m [8]. Alexandrov et al., [1], determined a U–Pb age of  $331 \pm 9$  Ma on zircons extracted from three cutting samples of porphyroid monzogranite taken at different depths. This age is the result of 17 ion-microprobe (IMS-1270) point measurements, whose individual values range from  $362.7 \pm 8.9$  Ma to  $299.5 \pm 9.5$  Ma  $(1 \sigma)$ . In view of the good-quality zircons in this common porphyroid rock, it was judged necessary to refine the above age by means of the U-Pb method, using mass spectrometry (TIMS) after dissolving the zircons. This remains the reference method for dating good-quality zircons that have a simple history. The fine-grained granite, however, contains only a few rare zircons of complex aspect, which are unsuited to conventional U-Pb analysis and require the use of the SHRIMP II ion-microprobe method. The aim of these absolute-age measurements was to check the coherence of the intrusive character deduced from core observations. Finally, a geochemical study of trace elements and Sr and Nd isotopes was used for characterising those two granites.

#### 2. Geological setting

After traversing sedimentary cover rocks, borehole EPS-1 intersected porphyroid monzogranite below 1400 m until its total depth of 2230 m. A single sample of this very homogeneous granitic rock, taken at a depth of 1820 m, was analysed [1,8]. A postmagmatic hydrothermal alteration was shown by the presence of mainly chlorite and calcite  $\pm$  epidote and illite. Borehole GPK-2 reached a depth of 5090 m and found the same rock over much of its length. However, between 5047 and 5090 m, fine-grained two-mica granite forms a break with the dominant monzogranite into which it might have intruded. A sample was taken at a depth of 5058 m.

#### 3. Analytical procedure

A zircon population was extracted from the EPS-1 monzogranite. The grains are colourless to slightly smoky, limpid, quite abundant and commonly asymmetrical. Using the method of Krogh [12] and Parrish [18], five fractions of two to six crystals were analysed in dynamic mode on a Finnigan MAT 261 solid-source mass spectrometer at BRGM, Orléans. The measured ratios were corrected for initial common-Pb using the Stacey and Kramers model [23]; all errors are given at  $2\sigma$ .

The fine-grained two-mica granite sampled in the deep borehole GPK-2 between 5047 and 5090 m contains only few zircons, which are small and misshapen and commonly have inherited cores (see cathodoluminescence photos, Fig. 2). Under such conditions, the most suitable method is that of the ion microprobe. The SHRIMP II instrument of the Australian National University at Canberra was used according to the analytical procedure described by Williams [25]. As the zircons are relatively recent (< 1000 Ma), the – modified [5] – Tera and Wasserburg [24] Concordia diagram can be used, in which the  $^{207}$ Pb/ $^{206}$ Pb and  $^{238}$ U/ $^{206}$ Pb ratios are plotted, uncorrected for common Pb.

776

## 4. Results

## 4.1. U–Pb geochronology

4.1.1. Porphyroid monzogranite (EPS-1) The five fractions analysed by mass spectrometry are well aligned in the conventional Concordia plot (Table 1; Fig. 3). The upper intercept gives the isotope-system closing date of the analysed zircons as 334.0 + 3.8/-3.5 Ma. This is interpreted as being the emplacement age of the monzogranite.

4.1.2. Fine-grained two-mica granite (GPK-2) The 17 analysed points are almost all concordant (Table 2; Fig. 4), but an abundance and diversity of the heritages characterize the data distribution:  $2106 \pm 14$ ,  $1524 \pm$ 12,  $690 \pm 25$ ,  $550 \pm 10$ ,  $428 \pm 7$  Ma  $(2\sigma)$ . A group of seven Hercynian points allows approaching the age looked for  $(327.1 \pm 7.3 \text{ Ma})$ . The term 'approached age' is used, as the high MSWD of 6.2 shows that the population is statistically heterogeneous. Geochemical constraints (trace elements, REE, Sr and Nd isotopes) should thus help answering the following question: Is the emplacement of the fine-grained granite related to the final differentiation of the potassic magma that was the source of the monzogranite, or is the fine-grained granite significantly younger (30 Ma), as indicated by the youngest point age of  $299 \pm 7$  Ma?

#### 4.2. Geochemical data

The monzogranite of borehole EPS-1 has a typical potassic calc-alkaline composition, known from other granitic rocks in the Vosges Mountains [17], Bohemia [11], and Corsica [4]. The fine-grained granite in GPK-2 contains trace elements and in particular REE (Table 3, Fig. 5) that indicate that this leucocratic rock might belong to the potassic suite. Sr and Nd isotope data (0.7060, -0.4 (monzogranite) and 0.7065, -3.5 (fine-grained granite) for the  ${}^{87}$ Sr/ ${}^{86}$ Sr<sub>i</sub> ratio and  $\varepsilon_{Nd(T)}$ , Table 4) show the same field of variation as that observed for other plutons from northern Vosges [2] or from other locations such as Corsica [4].

## 5. Discussion and conclusion

Despite their common geochemical characteristics (REE, Sr), but due to their heterogeneous Nd isotope composition, it is not possible to demonstrate the genetic link between the two facies. However, a higher crustal input appears to characterize the fine-grained facies. This is coherent with the large proportion of inherited zircons found in the rare grains extracted from the leucocratic rock, and which range in age from Early Proterozoic to Silurian. Using the conventional U-Pb dating method, an emplacement age of 334.0 + 3.8/-3.5 Ma  $(2\sigma)$  was determined for the common monzogranite in EPS-1. SHRIMP II point dates on zircons from the fine-grained leucocratic rock show that the crystallization age of this granite can be estimated at  $327 \pm 7$  Ma, i.e., slightly after or roughly at the same time as the emplacement of the common monzogranite. The age of the Soultz monzogranite is thus similar to that of analogue granitoid rocks emplaced in the Hercynian chain, in the Vosges, Bohemia, and Corsica.

## 1. Introduction

Dans la région de Soultz-sous-Forêts, au nordouest de Strasbourg, plusieurs forages profonds ont été effectués dans le cadre de projets géothermiques (Fig. 1). Le pluton granitique de Soultz a été mis en évidence, en particulier, grâce au sondage EPS-1 entre les cotes 1400 et 2230 m et grâce au sondage GPK-2 entre les cotes 1400 et 5047 m. Ce monzogranite porphyroïde apparaît homogène à cette échelle importante. En revanche, entre 5047 et la cote la plus profonde atteinte, 5090 m, un granite fin à deux micas est mis en évidence. Selon Genter et al. [8], ce granite est intrusif dans le monzogranite. Alexandrov et al. [1] ont déterminé un âge U–Pb à  $331 \pm 9$  Ma sur zircons extraits de trois cuttings situés à 4626, 4831 et 5016 m de profondeur (monzogranite porphyroïde). Cet âge est issu du traitement statistique (âge <sup>206</sup>Pb/<sup>238</sup>U moyen pondéré corrigé du Pb commun par la méthode du <sup>204</sup>Pb) d'une série de dix-sept mesures ponctuelles (IMS-1270) dont les valeurs individuelles s'étalent entre 362,7  $\pm$  8,9 Ma et 299,5  $\pm$  9,5 Ma  $(1\sigma)$ . Devant la bonne qualité des zircons du faciès commun porphyroïde et, semble-t-il, l'absence d'héritage, il est apparu nécessaire de préciser cet âge à l'aide de la méthode U-Pb par spectrométrie de masse (TIMS) après mise en solution, spikage et purification de U et Pb. Cette méthode reste la méthode de référence pour dater des zircons de bonne qualité à histoire simple. D'autre part, le granite à grain fin contient



Fig. 1. Carte géologique schématique du Fossé rhénan et localisation du site de forage géothermique de Soultz-sous-Forêts. Détails de la coupe verticale AB (d'après [6]).

Fig. 1. Schematic geological map of the Rhine Graben and location of the geothermal drill site of Soultz-sous-Forêts. Vertical section AB: details of cross section (after [6]).

quelques très rares zircons d'aspect complexe, constituant un matériel, au contraire, très peu adapté à l'analyse U–Pb conventionnelle après mise en solution. C'est pourquoi, nous avons retenu la méthode par microsonde ionique (SHRIMP II). Ainsi, par ces deux mesures d'âges absolus, on pourra contrôler la cohérence du caractère intrusif déduit de l'observation des carottages. Enfin, ces deux faciès seront caractérisés géochimiquement à l'aide des éléments en traces et des isotopes du Sr et du Nd.

## 2. Contexte géologique

Le sondage EPS-1 rencontre le monzogranite porphyroïde à partir de la profondeur de 1400 m jusqu'à la profondeur maximale atteinte de 2230 m, après avoir traversé la couverture sédimentaire. Un seul échantillon a été analysé, mais comme l'indiquent les études antérieures, ce faciès porphyroïde est très homogène [1,8]. Une altération hydrothermale post-magmatique est cependant signalée : principalement chlorite et calcite et, pour une moindre part, épidote et illite. L'échantillon a été prélevé à 1820 m. Le sondage GPK-2 atteint une profondeur de 5090 m et rencontre ce même faciès sur une grande partie de sa longueur. Pourtant, entre 5047 et 5090 m, un faciès à grain fin et à deux micas constitue une rupture avec le faciès commun et serait intrusif dans ce dernier monzogranite. L'échantillon a été prélevé à 5058 m.

## 3. Procédures analytiques

## 3.1. Zircons et méthodes retenues

À partir d'un échantillon de monzogranite issu d'une fraction de carotte du sondage EPS-1, il a été aisé d'extraire des zircons parmi une population assez nombreuse. Les grains sont incolores à légèrement fumés. Ils sont limpides, assez abondants et souvent dissymétriques. La population de zircons indexés dans le

778



Fig. 2. Image en cathodoluminescence des douze zircons datés par SHRIMP. Fig. 2. Cathodoluminescence images of zircons dated with SHRIMP.

diagramme typologique de Pupin [19] (indice moyen 436-531) se situe au centre du diagramme, dans le domaine des granites calco-alcalins. Cinq fractions de deux à six cristaux parmi les non magnétiques ont été analysées par spectrométrie de masse à source solide après mise en solution, séparation et purification de U et Pb adaptées de Krogh [12] et Parrish [18]. Les analyses ont été effectuées sur multiplicateur d'électrons en mode dynamique sur spectromètre de masse Finnigan MAT 261 (BRGM, Orléans). Les niveaux de contamination sont inférieurs à 15 pg en Pb et 1 pg en U. Les rapports mesurés sont corrigés du fractionnement, du blanc de procédure, de l'étalon, et du Pb commun initial en utilisant le modèle de Stacey et Kramers [23]. Toutes les erreurs sont données à  $2\sigma$ . La régression est effectuée à l'aide du programme ISO-PLOT [13]. Tous les résultats sont donnés à 95 % de confiance.

Le granite à grain fin et deux micas prélevé sur le carottage profond GPK-2 entre 5057 et 5058,30 m ne contient que quelques rares zircons, petits et très mal formés. Ceci est illustré par les photos en cathodoluminescence (Fig. 2). De plus, ces photos montrent des cœurs hérités. Les rares silhouettes identifiables sont situées dans la partie supérieure du diagramme de Pupin, ce qui tend à en faire des zircons de température de cristallisation relativement basse. Dans ces conditions, la méthode de mesure des rapports isotopiques à des fins géochronologiques la mieux adaptée est la microsonde ionique. Vingt-trois grains seulement ont été extraits pour être analysés à l'aide de la SHRIMP II de l'Australian National University de Canberra, selon la procédure analytique décrite par Williams [25]. L'impact du faisceau d'ions incident sur les zircons était de 30 µm lors de cette session de mesures.

Aucune évidence d'altération n'apparaît. Le zircon standard AS 3 [16] est monté sur la même section polie que les zircons à dater, pour corriger la valeur des rapports  $^{206}$ Pb+/ $^{238}$ U+ mesurés et ainsi accéder aux rapports <sup>206</sup>Pb/<sup>238</sup>U réels. L'utilisation du diagramme de calibration  $\log(Pb/U) = f[\log(UO/U)]$ , tracé à l'aide des analyses effectuées sur le standard et les échantillons, permet de s'affranchir du fractionnement U/Pb inévitable sous le faisceau [3] et [25]. Pour les zircons relativement récents (<1000 Ma), l'imprécision du rapport <sup>206</sup>Pb/<sup>204</sup>Pb devient critique; on utilisera alors le diagramme Concordia de Tera et Wasserburg [24], modifié par la suite [5], dans lequel on porte les rapports <sup>207</sup>Pb/<sup>206</sup>Pb et <sup>238</sup>U/<sup>206</sup>Pb non corrigés du Pb commun. En l'absence de Pb commun, les points non perturbés par des événements thermiques postérieurs à la cristallisation du zircon ou par des cœurs hérités se porteront sur cette Concordia [3]. Si des quantités variables de Pb commun entachent les valeurs des deux rapports, les points s'aligneront selon une droite passant par la composition du Pb commun ( $^{207}Pb/^{206}Pb$ ) à l'âge supposé du système. L'extrapolation de cette droite sur la Concordia définit l'âge recherché. C'est ce que l'on appelle une correction du Pb commun par la méthode du  $^{207}$ Pb et non plus par celle du  $^{204}$ Pb, comme dans le cas du diagramme conventionnel. Par cette méthode de correction, on peut calculer les âges  $^{206}$ Pb\*/ $^{238}$ U pour chaque point (Tableau 2(a)).

# 3.2. Analyses isotopiques Sr–Nd et analyse des éléments en traces sur roches totales

Après attaque acide (HF, HNO<sub>3</sub>) en bombe téflon des deux échantillons de granitoïde, une fraction de la solution d'attaque a été directement utilisée pour la mesure des éléments en traces et des terres rares (Tableau 3 et Fig. 5) par ICP–MS quadripolaire (laboratoire commun BRGM–Insu–LPS de Saclay), tandis que d'autres fractions de la même solution subissaient les processus de séparation et de purification nécessaires à l'analyse isotopique (Tableau 4). Ces analyses isotopiques ont été réalisées sur spectromètre de masse Finnigan MAT 262 (BRGM, Orléans).

#### 4. Résultats

#### 4.1. Géochronologie U-Pb

#### 4.1.1. Monzogranite porphyroïde (EPS-1)

Les cinq fractions analysées par spectrométrie de masse sont bien alignées dans le diagramme concordia conventionnel (Fig. 3), selon une discordia statistiquement bien définie, avec un MSWD calculé de 0,85. Le degré de discordance varie de 0,3 à 17,5 % pour la fraction la plus discordante (Tableau 1). Les rapports  $^{206}$ Pb/ $^{204}$ Pb sont élevés (1500 à 2700), impliquant des corrections de Pb commun limitées. On observe ici une corrélation entre la teneur en U (relativement élevée) et le degré de discordance. La discordance liée à une perte de Pb radiogénique est souvent, dans ce cas, interprétée comme causée par la déstabilisation du réseau cristallin engendrée par la désintégration de U. Une seule fraction, dont la teneur en U est beaucoup plus faible, est réellement concordante à 333 Ma. La régression par les cinq points donne un intercept bas à  $56 \pm 18$  Ma, assimilable à l'origine. L'intercept haut donne l'âge de fermeture du système isotopique dans



Fig. 3. Diagramme concordia conventionnel pour les zircons du monzogranite de Soultz. Données obtenues après mise en solution de cinq fractions.

Fig. 3. Conventional Concordia plot for zircons from the Soultz monzogranite. Data obtained on five fractions after dissolution.

les zircons analysés à 334,0 + 3,8/-3,5 Ma. Cet âge est interprété comme l'âge de mise en place du monzogranite.

## 4.1.2. Granite à grain fin et à deux micas (GPK-2)

L'ensemble des 17 points analysés l'a été sur 12 grains différents (Tableau 2) en utilisant la microsonde ionique SHRIMP II. Dans le diagramme de Tera et Wasserburg (Fig. 4), à l'exception du point 7.1  $(654 \pm 21 \text{ Ma}, 2\sigma)$ , les points sont presque tous concordants, si on considère des erreurs à  $2\sigma$ . En conséquence, comme le montre le paramètre  $f_{206}$ (Tableau 2), le Pb commun est presque toujours négligeable, à l'exception du point discordant 7.1. On notera que les ellipses d'erreur sont portées à  $1\sigma$  pour faciliter la lecture des diagrammes (Fig. 4), mais tous les calculs sont effectués à  $2\sigma$ , à l'aide du programme ISOPLOT [13]. L'autre point marquant est l'abondance et la diversité des héritages : on a une succession d'héritages concordants à  $2106 \pm 14$ ,  $1524 \pm 12, 690 \pm 25, 550 \pm 10, 428 \pm 7$  Ma  $(2\sigma)$ . Un groupe de neuf points plus jeunes, subconcordants à concordants, est identifié (Fig. 4(b)). Cinq de ces points appartiennent au grain 8 et deux au grain 12. Comme le suggèrent la photo en cathodoluminescence (Fig. 2) et le diagramme de Tera et Wasserburg (Fig. 4(b)), le point 8.1 correspond à un cœur hérité

#### Tableau 1

Analyses U-Pb sur zircons du monzogranite de Soultz (faciès commun), obtenues à l'aide de la méthode conventionnelle, après mise en solution

#### Table 1

U-Pb analytical results for zircons from Soultz monzogranite (common facies), using conventional dissolution method

Fraction	Concentr	rations			Rapports isotop	iques				Âge			
	poids <sup>1</sup> (µg)	U (ppm)	Pb rad. (ppm)	Pb com. <sup>2</sup> (pg)	<sup>206</sup> Pb/ <sup>204</sup> Pb <sup>3</sup>	<sup>208</sup> Pb/ <sup>206</sup> Pb <sup>4</sup>	<sup>206</sup> Pb/ <sup>238</sup> U <sup>4</sup>	<sup>207</sup> Pb/ <sup>235</sup> U <sup>4</sup>	<sup>207</sup> Pb/ <sup>206</sup> Pb <sup>4</sup>	<sup>206</sup> Pb/ <sup>238</sup> U (Ma)	<sup>207</sup> Pb/ <sup>235</sup> U (Ma)	<sup>207</sup> Pb/ <sup>206</sup> Pb (Ma)	Disc. %
EPS-1													
2 grains, nm, a	28	1088	49,2	37	2247	0,14	$0,04399 \pm 22$	$0,3208 \pm 17$	$0,05288 \pm 6$	278	282	324	16,5
4 grains, nm, a	31	1331	59,9	57	1948	0,15	$0,04347 \pm 24$	$0,3167 \pm 19$	$0,05284 \pm 6$	274	279	322	17,5
5 grains, nm, a	34	831	40,9	31	2698	0,15	$0,04758 \pm 24$	$0,3479 \pm 19$	$0,05303 \pm 8$	300	303	330	10,0
6 grains, nm, a	34	539	29,3	26	2306	0,14	$0,05284 \pm 40$	$0,3868 \pm 30$	$0,05309 \pm 8$	332	332	333	0,3
6 grains, nm, a	27	622	28,9	32	1499	0,14	$0,04515\pm20$	$0,3293\pm16$	$0,05290\pm10$	285	289	324	13,7

<sup>1</sup> Les analyses sont effectuées sur fractions non magnétiques (nm) à l'aide d'un séparateur magnétique de type Franz. Les grains ont tous été abrasés (a).

<sup>2</sup> Pb commun total (étalon + contamination + grains analysés).

<sup>3</sup> Rapport corrigé du fractionnement de masse.

<sup>4</sup> Rapports corrigés du fractionnement de masse, la contamination générale (Pb = 15 pg, U = 1 pg), l'étalon et le Pb commun initial. Les erreurs sont données à  $2\sigma$ . La composition du Pb commun initial à été calculée selon le modèle à deux stades de Stacey et Kramer [23].

<sup>1</sup> Individual analyses were performed on the non-magnetic fraction (nm) using a Franz magnetic separator. All the grains were air-abraded (a).

<sup>2</sup> Total common Pb (tracer + contamination + analysed grains).

<sup>3</sup> Ratio corrected for mass fractionation.

<sup>4</sup> Ratios corrected for mass fractionation, general contamination (Pb = 15 pg, U = 1 pg), isotopic tracer contribution and initial common Pb. The errors are given at  $2\sigma$ . Initial common Pb is derived from the two-stage model of Stacey and Kramer [23].

Tableau 2(a) Données U-Pb sur zircons du granite à grain fin de Soultz obtenues à la microsonde ionique SHRIMP II

Table 2(a)
U-Pb data on zircons, from Soultz fine-grained granite, obtained using ion microprobe SHRIMP II

Grain.	U	Th	Th/U	Pb* <sup>4</sup>	<sup>204</sup> Pb/ <sup>206</sup> Pb	$f_{206}^{2}$	Total				Radiogénique		Âge (Ma)	
point	(ppm)	(ppm)		(ppm)		(%)	<sup>238</sup> U/ <sup>206</sup> Pb	± 1	<sup>207</sup> Pb/ <sup>206</sup> Pb	$\pm$ <sup>1</sup>	<sup>206</sup> Pb/ <sup>238</sup> U <sup>3</sup>	$\pm$ <sup>1</sup>	<sup>206</sup> Pb/ <sup>238</sup> U	$\pm$ <sup>1</sup>
1.1	623	76	0,121	34	0,000057	0,23	14,674	0,114	0,0572	0,0005	0,0680	0,0005	424,1	3,2
2.1	283	514	1,816	18	_	0,24	18,764	0,172	0,0551	0,0008	0,0532	0,0005	333,9	3,0
3.1	262	288	1,101	24	0,000020	0,15	11,395	0,108	0,0596	0,0006	0,0876	0,0008	541,4	5,0
4.1	472	208	0,441	38	0,000003	0,08	10,996	0,145	0,0595	0,0005	0,0909	0,0012	560,6	7,1
6.1	38	15	0,381	4	_	0,43	8,808	0,167	0,0660	0,0013	0,1131	0,0022	690,4	12,5
7.1	143	27	0,190	13	0,000183	2,41	9,134	0,157	0,0812	0,0009	0,1068	0,0018	654,3	10,7
8.1	1125	165	0,146	51	0,000029	< 0,01	18,035	0,123	0,0533	0,0003	0,0555	0,0004	347,9	2,3
8.2	126	54	0,426	6	0,000106	0,48	19,556	0,312	0,0567	0,0014	0,0509	0,0008	320,1	5,0
8.3	376	78	0,207	15	0,000102	0,43	21,007	0,248	0,0557	0,0009	0,0474	0,0006	298,8	3,5
8.4	336	164	0,489	15	0,000102	0,14	19,983	0,177	0,0538	0,0006	0,0500	0,0005	314,5	2,7
8.5	110	50	0,453	5	0,000342	0,76	18,943	0,207	0,0591	0,0009	0,0524	0,0006	329,2	3,5
9.1	297	540	1,817	19	0,000236	0,05	18,702	0,179	0,0535	0,0005	0,0534	0,0005	335,6	3,1
0, 1	554	53	0,095	31	_	0,04	14,554	0,131	0,0557	0,0006	0,0687	0,0006	428,2	3,7
2,1	215	1	0,005	9	0,000197	0,43	19,192	0,165	0,0564	0,0006	0,0519	0,0005	326,1	2,8
2,2	371	2	0,005	15	0,000030	0,21	18,876	0,184	0,0548	0,0007	0,0529	0,0005	332,1	3,2

Incertitudes données à 1 σ.
 f<sub>206</sub> % : pourcentage de <sup>206</sup>Pb issu du Pb commun.
 Correction du Pb commun utilisant la mesure des rapports <sup>238</sup>U/<sup>206</sup>Pb et <sup>207</sup>Pb/<sup>206</sup>Pb suivant Tera et Wasserburg [24] et développée dans Compston et al. [5].

<sup>4</sup> Pb radiogénique. <sup>1</sup> Uncertainties given at the 1 $\sigma$  level. <sup>2</sup>  $f_{206}$ % denotes the percentage of <sup>206</sup>Pb that is common Pb. <sup>3</sup> Correction for common Pb made using the measured <sup>238</sup>U/<sup>206</sup>Pb and <sup>207</sup>Pb/<sup>206</sup>Pb ratios following Tera and Wasserburg [24] as outlined in Compston et al. [5].

<sup>4</sup> Radiogenic Pb.

A

U-Pb	lata on zir	cons, fro	m Soultz	z fine-gr	ained grani	te, obtaine	d using ion	n micropre	be SHRIN	IP II ( <sup>204</sup>	Pb-correc	ted)							
Grain.	U	Th	Th/U	$Pb^*$	$^{204}\text{Pb}/$	$f_{206}$	Rapports	radiogéni	dues				Âge (Ma	~					Conc. <sup>2</sup>
point	(mdd)	(mdd)		(mdd)	$^{206}\text{Pb}$	(%)	$^{206}$ U/	+1	$^{207}Pb/$	++	$^{207}$ Pb/	++	$^{206}Pb/$	+1	$^{207}$ Pb/	н	$^{207}$ Pb/	++	(%)
							<sup>238</sup> Pb <sup>1</sup>		<sup>235</sup> Pb <sup>1</sup>		206  U 1		<sup>238</sup> U		<sup>235</sup> U		$^{206}Pb$		
5.1	859	146	0,170	192	I	< 0,01	0,2623	0,0017	3,428	0,025	0,0948	0,0003	1502	6	1511	9	1524	9	66
11.1	219	72	0,329	76	I	< 0,01	0,3905	0,0032	7,031	0,063	0,1306	0,0005	2125	14	2115	8	2106	٢	101
1 C	orrection c	łu Pb con	nmun à l	l'aide du	rapport <sup>20</sup>	<sup>4</sup> Pb/ <sup>206</sup> Pl	þ.												

Correction for common Pb made using the measured <sup>204</sup> Pb/<sup>206</sup> Pb ratio.

For % conc., 100% denotes a concordant analysis

2

% Conc., 100 % désigne une analyse concordante.

Table 2(h)

Données U-Pb sur zircons du granite à grain fin de Soultz obtenues à la microsonde ionique SHRIMP II (correction <sup>204</sup> Pb)

Fableau 2(b)

2200 2106 ± 14 Ma (2g) a- Granite de Soultz, faciès à grain fin, GPK-2 (n = 17) 2000 0.12 1800 524 ± 12 Ma (2o <sup>207</sup>Pb/<sup>206</sup>Pb 1600 1400 0.0 120 800 0.06 600 400 0.04 20 0 4 12 16 8 b- Granite de Soultz. 0.08 faciès à grain fin (GPK-2) 327,1 ± 7,3 Ma (2σ) MSWD = 6,2 (n = 7) 0.07 207 Pb/206 Pb 0.06 0.05 0.045 22 17 18 21 19 20 23811/ <sup>6</sup>Ph

Fig. 4. Diagramme de Tera et Wasserburg après analyse par SHRIMP des zircons du granite à grain fin : (a) toutes les données ; (b) données des analyses concordantes « jeunes ».

Fig. 4. Tera and Wasserburg plot of the SHRIMP analysis on zircons from the fine-grained granite: (a) all data; (b) concordant 'young' data.

 $(348 \pm 4 \text{ Ma})$ . En revanche, il est difficile de conclure en utilisant les huit analyses restantes. Soit l'âge de cristallisation du granite à grain fin est donné par le point 8.3 (299  $\pm$  7 Ma), qui alors correspondrait au stade ultime de cristallisation du grain (bord du zircon 8), soit le domaine correspondant au point 8.3 a subi une légère perte de Pb radiogénique, et alors les sept points restants peuvent constituer une valeur approchée de l'âge recherché ( $327, 1 \pm 7, 3$  Ma). On parlera ici d'âge approché, car le MSWD élevé (6,2) montre que la population n'est pas statistiquement homogène. Les contraintes géochimiques pourront, peut-être, nous aider à répondre à cette question. La mise en place du faciès à grain fin peut-elle être en relation avec la différenciation ultime du magma

0.14

Tableau 3

784

Teneur en éléments majeurs (% oxydes), traces (ppm) des deux granitoïdes datés

Table 3

Major- (in % oxides) and trace-element (ppm) concentrations for the two dated granitoids

	<b>Monzogranite</b> EPS-1	Granite à grain fin
SiO <sub>2</sub>	69,80	72,80
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,90	14,40
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> a	3,30	1,70
MnO	0,10	0,05
MgO	1,40	0,60
CaO	2,30	1,40
Na <sub>2</sub> O	3,50	3,40
K <sub>2</sub> O	3,45	4,60
TiO <sub>2</sub>	0,58	0,26
$P_2O_5$	0,26	0,08
PF	1,10	0,70
Total	99,69	99,99

potassique ayant conduit au faciès commun, ou bien est-elle très significativement postérieure ( $\sim$ 30 Ma)?

## 4.2. Données géochimiques

Le monzogranite du sondage EPS-1 se caractérise par une composition de type calco-alcalin potassique [7], semblable à celles des monzogranites rencontrés dans les Vosges [17], en Bohême [11] ou en Corse [4]. Le faciès à grain fin (GPK-2) est plus difficile à rattacher à une famille géochimique d'après la simple observation des éléments majeurs. En revanche, le cortège des éléments en traces et particulièrement les terres rares (TR) sont plus discriminants (Tableau 3, Fig. 5). Les fortes teneurs en U, Th, Ba et les rapports Th/U = 3, Zr/Hf = 39 plaident en faveur de l'appartenance de ce faciès leucocrate à la lignée potassique. De plus, son spectre de terres rares est très fractionné en TR légères, car enrichi en La et Ce (>100X Chondrites), et il présente un profil de TR lourdes similaire à celui du monzogranite, mais différent de celui observé dans le cas des granitoïdes calco-alcalins. Enfin, l'anomalie négative en Eu est significative, mais loin d'être aussi marquée que dans les faciès leucocrates des lignées calco-alcalines communes. Tous ces caractères géochimiques pourraient en faire un terme évolué par cristallisation fractionnée d'un magma potassique en présence d'amphibole à l'équilibre (mais

Table 3 (cont	inued)	
	Monzogranite EPS-1	Granite à grain fin
U	13,4	11,9
Th	46,8	36,2
Nb	26,0	10,2
Та	3,2	1,6
Hf	5,4	4,0
Zr	229	155
Cr	27	25
Co	6,0	2,2
Ni	11	3,3
Cu	3,9	3,6
Zn	59	26
Rb	158	202
Sr	540	255
Ва	549	1031
Y	19,4	7,4
La	66,2	52,5
Ce	127	96,3
Pr	13,4	9,72
Nd	43,9	31,6
Sm	6,60	4,77
Eu	1,38	0,80
Gd	4,71	2,74
Tb	0,72	0,34
Dy	3,96	1,59
Но	0,76	0,27
Er	2,15	0,68
Tm	0,31	0,096
Yb	2,08	0,53
Lu	0,30	0,083
$\Sigma_{\rm REE}$	273	202
La/Yb	32	99
Eu/Eu*	0,77	0,69

PF = perte au feu.

 $Eu^* =$  valeur en Eu interpolée.

 $Fe_2O_3a = Fe$  total sous forme  $Fe_2O_3$ .

PF = loss on ignition.

 $Eu^* = interpolated$  value of Eu.

 $Fe_2O_3a = Total Fe as Fe_2O_3.$ 

aussi de feldspaths et d'accessoires comme l'apatite et la titanite). Les spectres de TR des faciès leucocrates calco-alcalins sont, quant à eux, beaucoup moins fractionnés; ils ne présentent pas la concavité au niveau des TR lourdes et montrent une anomalie en Eu généralement très supérieure [3], des teneurs en Th et Ba plus faibles et des rapports Th/U < 3 et Zr/Hf < 40.

Les données isotopiques Sr et Nd (0,7060, -0.4 et 0,7065, -3.5 pour ( $^{87}$ Sr/ $^{86}$ Sr)<sub>i</sub> et  $\varepsilon_{Nd(T)}$  du faciès commun et à grain fin respectivement, les rapports étant recalculés à 330 Ma, (Tableau 4) présentent des



Fig. 5. Spectres de terres rares normalisés par rapport aux chondrites pour les deux granitoïdes de Soultz (valeurs de normalisation d'après les teneurs de la chondrite Leedy, divisées par 1,2, mesurées par Nakanura et Masuda [15] et Masuda [14]).

Fig. 5. Chondrite-normalized REE patterns for the two granitoid rocks from Soultz (normalizing values are those of Leedy chondrite divided by 1.2, after Nakanura and Masuda [15] and Masuda [14]).

domaines de variation comparables à ceux observés pour d'autres plutons calco-alcalins potassiques des Vosges du Nord [2], ou même d'autres exemples en France, comme en Corse [4]. En revanche, les analogues de la Forêt–Noire présentent généralement des  $\varepsilon_{Nd(T)}$  et des ( ${}^{87}$ Sr/ ${}^{86}$ Sr)<sub>i</sub> à affinité crustale plus marquée [9].

## 5. Discussion et conclusion

Malgré les caractères géochimiques (TR) et isotopiques (Sr) communs à ces deux faciès, mais en raison de l'hétérogénéité isotopique du Nd, on ne peut affirmer qu'il existe une filiation directe entre eux. Une contribution crustale plus forte caractérise le faciès leucocrate à grain fin. Ceci est d'ailleurs cohérent avec la proportion importante de zircons hérités mise en évidence dans la population des rares grains extraits du faciès leucocrate.

Composition 180	nbidoic	le en Sr	et ind des G	ieux grai	ntoldes date	SS (SOULT-SOUS-FORES)									
Table 4															
Isotopic compos	sition c	of Sr and	l Nd of the	two date	d granitoids	(Soultz-sous-Forêts)									
	Rb	Sr	$^{87}{ m Rb}/^{86}{ m S_1}$	r erreur	$^{87}\mathrm{Sr}/^{86}\mathrm{Sr}$	erreur $(^{87}\mathrm{Sr}/^{86}\mathrm{Sr})$	:) <sub>1</sub> T (Ma)	Sm	pN	$^{147}\mathrm{Sm}/^{144}\mathrm{Nd}$	143 Nd/144 Nd	erreur <i>ɛ</i>	L (0)PN	DM (Ma)	Nd(T)
	(mdd)	(mqq)		(%)			zircon	(mqq)	(mqq)				~		~
Monzogranite	158	540	0,847	5	0,710012	0,000010 0,70603	330	6,60	43,9	0,09089	0,512389	0,000036 -	4,9	944	-0,4
Granite	202	255	2,295	5	0,717312	0,000010 0,70653	330	4,77	31,6	0,09126	0,512232	- 600000,0	-8,0 1	140	-3,5

**Fableau** 4

Grâce à l'utilisation de la méthode de datation U-Pb, après dissolution, sur zircons, il a été possible de préciser l'âge de mise en place à 334.0+3.8/-3.5 Ma  $(2\sigma)$  du monzogranite de faciès commun (EPS-1). Ce résultat est compatible avec la datation proposée à  $331 \pm 9$  Ma [1] et la précise. Par ailleurs, grâce aux datations ponctuelles (SHRIMP II) sur les zircons du faciès leucocrate à grain fin, on a montré que cette mise en place se fait dans un socle très hétérogène en âge : depuis le Protérozoïque inférieur jusqu'au Silurien. L'estimation de l'âge de cristallisation de ce granite est de  $327 \pm 7$  Ma  $(2\sigma)$ , c'est-à-dire légèrement postérieur à la mise en place du faciès monzogranitique commun, voire sub-contemporain, si on tient compte de l'incertitude relativement importante sur cet âge. Cette postériorité serait compatible avec les observations structurales [8], puisque ce faciès fin apparaît intrusif dans le monzogranite. L'âge du monzogranite de Soultz est à rapprocher de celui du Kagenfels dans les Vosges (âge évaporation sur zircons à  $331 \pm 5$  Ma, [10]) ou en Bohême avec la durbachite de Trebic (âge évaporation sur zircon à  $340 \pm 8$  Ma, [11]) ou encore sur plusieurs plutons magnésio-potassiques de Corse, datés entre 340 et 335 Ma, également par évaporation sur zircon [20] et [21]. La mise en place de ce magmatisme serait donc légèrement postérieure à celui du Sud des Vosges, daté entre 345 et 340 Ma [22].

## Remerciements

Cet article constitue la publication scientifique nº 2196 du BRGM; il a été réalisé dans le cadre du projet de recherches du BRGM : *Géothermie* « *Soultz* ». Les auteurs tiennent à adresser leurs remerciements à M. Pagel et un à relecteur anonyme pour les corrections et suggestions proposées afin d'améliorer le manuscrit initial, ainsi qu'à P. Jezequel, pour le soin apporté à la sélection des zircons. M. Robert est également remerciée pour la qualité des analyses des éléments en traces effectuées par ICP–MS dans le cadre du laboratoire commun (BRGM, INSU, LPS) de Saclay.

## Références

[1] P. Alexandrov, J.-J. Royer, E. Deloule,  $331 \pm 9$  Ma emplacement age of the Soultz monzogranite (Rhine Graben basement)

by U/Pb ion-probe zircon dating of samples from 5-km depth, C. R. Acad. Sci. Paris Ser. IIa 332 (2001) 747–754.

- [2] R. Altherr, A. Holl, E. Hegner, C. Langer, H. Kreuzer, Highpotassium, calc-alkaline I-type plutonism in the European Variscides; northern Vosges (France) and northern Schwarzwald (Germany), Lithos 50 (2000) 51–73.
- [3] J.-C. Claoué-Long, W. Compston, J. Roberts, C.M. Fanning, Two Carboniferous ages: a comparison of SHRIMP zircon dating with conventional zircon ages and <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar analysis. Geochronology time scales and global stratigraphic correlation, SEPM Spec. Publ. 54 (1995) 1–21.
- [4] A. Cocherie, P. Rossi, A.M. Fouillac, P. Vidal, Crust and mantle contributions to granite genesis: an example from the Variscan batholith of Corsica, France, studied by trace element and Nd–Sr–O isotope systematics, Chem. Geol. 115 (1994) 173–211.
- [5] W. Compston, I.S. Williams, J.L. Kirschvink, Z. Zhang, G. Ma, Zircon U–Pb ages for Early Cambrian time scale, J. Geol. Soc. London 149 (1992) 171–184.
- [6] C. Dezayes, T. Villemin, A. Genter, H. Traineau, J. Angelier, Analysis of fractures in boreholes of Hot Dry Rock project at Soultz-sous-Forêts (Rhine Graben, France), J. Sci. Drilling 5 (1995) 31–41.
- [7] S.F. Foley, G. Venturelli, D.H. Green, L. Toscani, The ultrapotassic rocks: characteristics classification and constraints for petrogenetic models, Earth Sci. Rev. 24 (1987) 81–134.
- [8] A. Genter, G. Homeier, P. Chèvremont, H. Tenzer, Deepening of GPK-2 HDR borehole, 3880–5090 m (Soultz-sous-Forêts, France), Geological Monitoring, Rapport BRGM R 40685, Orléans, 1999, 80 p.
- [9] E. Hegner, M. Kölbl-Ebert, J. Loeschke, Post-collisional Variscan lamprophyres (Black Forest, Germany): <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar phlogopite dating, Nd, Pb, Sr isotope, and trace element characteristics, Lithos 45 (1998) 395–411.
- [10] J.C. Hess, H.J. Lippolt, B. Kober, The age of the Kagenfels granite (northern Vosges) and its bearing on the intrusion scheme of Late Variscan granitoids, Geol. Rundsch. 84 (1995) 568–577.
- [11] F. Holub, A. Cocherie, P. Rossi, Radiometric dating of granitic rocks from the Central Bohemian Plutonic Complex (Czech Republic): constraints on the thermotectonic chronology along the Moldanubian–Barrandian suture, C. R. Acad. Sci. Paris Ser. IIa 325 (1997) 19–26.
- [12] T.E. Krogh, A low-contamination method for hydrothermal decomposition of zircon and extraction of U and Pb for isotopic age determination, Geochim. Cosmochim. Acta 37 (1973) 485–494.
- [13] K.R. Ludwig, Users manual for ISOPLOT/EX, version 2. A geochronological toolkit for Microsoft Excel, Berkeley Geochronology Center Spec. Publ. 1a, 2000, 43 p.
- [14] A. Masuda, Abundances of monoisotopic REE, consistent with the Leedy chondrite values, Geochem. J. 9 (1975) 183–184.
- [15] N. Nakamura, A. Masuda, Chondrites with peculiar rare-earth patterns, Earth Planet. Sci. Lett. 19 (1973) 429–437.
- [16] J.B. Paces, J.D. Miller, Precise U–Pb ages of Duluth Complex and related mafic intrusions, Northern Minnesota: geochronological insight to physical, petrogenic, and tectonomagmatic

786

processes associated with the 1.1 Ga midcontinent rift system, J. Geophys. Res. B 98 (8) (1993) 13997–14013.

- [17] M. Pagel, J. Leterrier, The subalkaline potassic magmatism of the Ballons massif (southern Vosges, France): shoshonitic affinity, Lithos 13 (1980) 1–10.
- [18] R.R. Parrish, An improved micro-capsule for zircon dissolution in U–Pb geochronology, Chem. Geol. (Isotope Geoscience Section) 66 (1987) 99–102.
- [19] J.-P. Pupin, Zircon and granite petrology, Contrib. Mineral. Petrol. 73 (1980) 207–220.
- [20] P. Rossi, A. Cocherie, Chronologie des intrusions du batholite corse : données de l'évaporation du plomb sur monozircon, SGF, vol. 24, Magmatismes dans le Sud–Est de la France, Nice, 25–27 October 1995.
- [21] P. Rossi, A. Cocherie, A belt of high-K plutonic rocks related to crustal extension: evidence from the European Variscan, in:

3rd Hutton Symposium on the Origin of Granites and Related Rocks, University of Maryland, 24 August–2 September 1995, in: USGS Circular, vol. 1129, 1995, pp. 128–129.

- [22] U. Schaltegger, J.-L. Schneider, J.-C. Maurin, F. Corfu, Precise U–Pb chronology of 345–340 Ma old magmatism related to syn-convergence extension in the Southern Vosges (Central Variscan Belt), Earth Planet. Sci. Lett. 144 (1996) 403– 419.
- [23] J.S. Stacey, J.D. Kramers, Approximation of terrestrial lead isotope evolution by a two-stage model, Earth Planet. Sci. Lett. 26 (1975) 207–221.
- [24] F. Tera, G.J. Wasserburg, U–Th–Pb systematics in three Apollo 14 basalts and the problem of initial Pb in lunar rocks, Earth Planet. Sci. Lett. 14 (1972) 281–304.
- [25] I.S. Williams, U–Th–Pb Geochronology by Ion Microprobe, Rev. Econ. Geol. 7 (1998) 1–35.