



HAL
open science

Questioning the accuracy of K-Ar ages: example of the dating of two trachytic domes from the Gölcük (Turkey)

Hervé Guillou, Vincent L Scao, Sébastien Nomade, Bernard Platevoet,
Dominique L Blamart

► To cite this version:

Hervé Guillou, Vincent L Scao, Sébastien Nomade, Bernard Platevoet, Dominique L Blamart. Questioning the accuracy of K-Ar ages: example of the dating of two trachytic domes from the Gölcük (Turkey). *Quaternaire*, 2017, 28 (2), pp.141-148. 10.4000/quaternaire.7975 . hal-01791060

HAL Id: hal-01791060

<https://hal.science/hal-01791060v1>

Submitted on 19 Oct 2020

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

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

DE LA JUSTESSE DES ÂGES K-AR : EXEMPLE DE LA DATATION DE DEUX DÔMES TRACHYTIQUES DU GÖLCÜK (TURQUIE)

Hervé GUILLOU¹, Vincent SCAO¹, Sébastien NOMADE¹, Bernard PLATEVOET²
& Dominique BLAMART¹

RÉSUMÉ

Le Gölcük, situé au sud de la ville d'Isparta (Turquie), est un volcan composite, construit en trois phases durant le Pléistocène (Alici *et al.*, 1998 ; Platevoet *et al.*, 2008 ; Elitok *et al.*, 2010). Les études réalisées par Platevoet *et al.* (2008) et Schmitt *et al.* (2014) se sont intéressées en partie à la datation de deux dômes mis en place au sein de la caldeira du Gölcük. Les âges K-Ar (Platevoet *et al.*, 2008) de ces dômes trachytiques (Küçükcesme Tepe : 52 ± 2 ka et Pilav Tepe : 24 ± 2 ka) sont significativement plus vieux que les âges (U-Th)/He sur zircons obtenus par Schmitt *et al.* (2014) étant respectivement de $14,1 \pm 0,5$ et de $12,9 \pm 0,4$ ka. Nous avons testé l'hypothèse proposée par Schmitt *et al.* (2014) qui est celle d'un excès d' $^{40}\text{Ar}^*$ faussant les âges K-Ar en datant ces mêmes trachytes par la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Nos âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur mésostase confirment les âges (U-Th)/He sur zircons et datent l'activité magmatique la plus récente du Gölcük à $13,4 \pm 0,3$ ka. Nous proposons que l'erreur sur les âges K-Ar soit liée à un excès d'argon probablement porté par des clinopyroxènes associés à la mésostase.

Mots-clés : K-Ar, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, Excès d'argon, volcan de Gölcük, Pléistocène, Turquie

ABSTRACT

QUESTIONING THE ACCURACY OF K-AR AGES: EXAMPLE OF THE DATING OF TWO TRACHYTIC DOMES FROM THE GÖLCÜK (TURKEY)

The Gölcük volcano, located south to the city of Isparta (Turkey), built-up in three stages during the Pleistocene (Alici *et al.*, 1998; Platevoet *et al.*, 2008; Elitok *et al.*, 2010). A reliable and accurate dating of the most recent volcanic stage is crucial to assess the potential hazards for the infrastructures and the populations. In this context, Platevoet *et al.* (2008) and Schmitt *et al.* (2014) applied respectively the K-Ar and the (U-Th)/He methods to date the youngest volcanic stage of the Gölcük and obtained contrasted results. Based on the K-Ar dating of two trachytic domes (Küçükcesme Tepe et Pilav Tepe), the post-caldera stage is dated between 52 ± 2 ka and 24 ± 2 ka by Platevoet *et al.* (2008). When the (U-Th)/He method is applied on zircons from the same trachytic domes, Schmitt *et al.* (2014) date the post-caldera stage around $14.1 \pm 0.5 - 12.9 \pm 0.4$ ka. Schmitt *et al.* (2014) proposed that the K-Ar ages were erroneously too old, probably because of excess $^{40}\text{Ar}^*$. We have tested this hypothesis by dating groundmass splits of these trachytes using the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method. Our $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages reproduce the (U-Th)/He ages on zircons and date the youngest volcanic stage of the Gölcük at 13.4 ± 0.3 ka. Confirming the hypothesis of Schmitt *et al.* (2014), we propose that the error on the K-Ar ages is related to excess argon probably trapped in small fragments of clinopyroxene attached to the groundmass.

Keywords : K-Ar, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, Excess Argon, Gölcük volcano, Pleistocene, Turkey

1 - INTRODUCTION

Pendant les années 1960 à 1980 environ, la datation des roches volcaniques, par la méthode potassium-argon (K-Ar), a contribué à des avancées majeures dans le domaine des sciences de la terre. La datation K-Ar des archipels volcaniques du Pacifique a apporté un argument fort à la tectonique des plaques en permettant de calculer la vitesse de dérive de la plaque Pacifique. Une revue exhaustive du contexte et des résultats de ces travaux est proposée par Ian McDougall (2013) qui fut l'un des

principaux acteurs de ces recherches. Durant la même période, fut développée l'échelle de temps géomagnétique (geomagnetic polarity timescale, GPTS). Ces études pionnières portant sur la détermination conjointe de l'âge K-Ar et de la polarité magnétique d'échantillons volcaniques sont décrites également par McDougall (2013). Elles sont à la base, notamment, de la datation des inversions du champ magnétique terrestre, inversions qui servent en particulier à dater indirectement, le plancher océanique, les archives climatiques enregistrées dans les carottes de sédiments et de glace ainsi que les niveaux à hominidés.

¹ Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement - IPSL, CEA-CNRS-USVQ, FR-91198, GIF-SUR-YVETTE.

Courriels : herve.guillou@lscce.ipsl.fr, vincent.scao@lscce.ipsl.fr, sebastien.nomade@lscce.ipsl.fr, dominique.blamart@lscce.ipsl.fr

² Laboratoire de Planétologie, GEOPS, Bât 509 Université de Paris-Sud 11, FR-91405 ORSAY. Courriel : bernard.platevoet@orange.fr

Cette méthode de datation est supplantée depuis les années 1980 par une technique dérivée du couple K-Ar, l' $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$. Entre autres exemples, la datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ des inversions du champ magnétique terrestre a mis en évidence que leurs âges K-Ar pouvaient être sous-estimés (Spell & McDougall, 1992) parfois de 5 à 7 % (Baksi, 1995). En d'autres cas, les âges K-Ar peuvent être surestimés à cause d'excès d' ^{40}Ar (McDougall *et al.*, 1969).

Ces erreurs systématiques sont en partie liées à des raisons méthodologiques discutées plus loin et que nous illustrerons par l'exemple de la datation conjointe K-Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ de deux dômes trachytiques du Gölcük (Isparta, Turquie). Notre étude confirme que si la technique K-Ar permet d'obtenir des âges de bonne précision, la valeur de l'âge peut, dans certains cas, être remise en question, via la technique $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ qui a la capacité de mettre en évidence, par le biais des spectres d'âge et des isochrones les pertes ou excès de ^{40}Ar .

2 - LE CHRONOMÈTRE K-AR

Pour une description complète de la méthode, nous renvoyons le lecteur à deux ouvrages de référence (Dalrymple & Lanphere, 1969 ; McDougall & Harrison, 1988), pour n'en rappeler ici que les grandes lignes nécessaires à la compréhension de notre étude. L'un des isotopes du potassium, le ^{40}K qui ne représente que 0,01167 % du potassium total, est naturellement radioactif. Le ^{40}K a une demi-vie de $1,25 \times 10^9$ ans. Environ 89 % du ^{40}K décroît en ^{40}Ca , 11 % en $^{40}\text{Ar}^*$ (* signifie ici radiogénique, à savoir issu de la décroissance radioactive du ^{40}K). La décroissance du ^{40}K (isotope parent) en $^{40}\text{Ar}^*$ (isotope fils) est à la base du chronomètre. Aux températures élevées (1200°C pour un magma basaltique), un postulat de la méthode K-Ar indique que le $^{40}\text{Ar}^*$ est évacué continuellement du magma. Lors de l'éruption, traduite soit par la mise en place de laves si elle est effusive, soit par la mise en place de téphra si elle est explosive, le magma se solidifie rapidement. Le ^{40}K continue sa décroissance en $^{40}\text{Ar}^*$, mais l' $^{40}\text{Ar}^*$ sera dès lors piégé dans le réseau cristallin. Ainsi, en mesurant conjointement le nombre d'isotopes parents restants (^{40}K) et le nombre d'isotopes fils formés ($^{40}\text{Ar}^*$) et connaissant les constantes de décroissance du ^{40}K , on peut calculer la durée nous séparant de la date de l'éruption, soit l'âge de la roche. Cette méthode sous-entend les hypothèses suivantes. On postule que, à $t = 0$ (*i.e.* date de l'éruption et de la cristallisation de la lave), le magma est dépourvu de $^{40}\text{Ar}^*$. On considère ainsi que l'argon potentiel initialement piégé dans l'échantillon a un rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ équivalent à celui de l'atmosphère, soit 298,56 (Lee *et al.*, 2006). Pour rappel, ^{36}Ar est exclusivement d'origine atmosphérique. On considère également que la roche ou le cristal évoluent en système clos, de leur solidification à leur datation. Ceci signifie que l'échantillon ne doit pas avoir été réchauffé, ce qui provoquerait une perte non quantifiable de $^{40}\text{Ar}^*$, ou altéré ce qui entraînerait une perte de $^{40}\text{Ar}^*$ accompagnée d'une perte ou d'un gain

de ^{40}K selon le type d'altération. Les âges K-Ar reposent donc sur l'acceptation implicite de ces conditions, ce qui peut aboutir à des âges erronés sans signification géologique, si l'une (ou plusieurs) de ces conditions n'est pas satisfaite.

3 - UNE REMISE EN QUESTION DES ÂGES K-AR DES DÔMES TRACHYTIQUES DU GÖLCÜK

Le Gölcük (fig. 1), situé au sud de la ville d'Isparta (Turquie), est un volcan composite, construit en trois phases lors du Pléistocène (Alici *et al.*, 1998; Platevoet *et al.*, 2008; Elitok *et al.*, 2010). De composition ultra-potassique, il est caractérisé par une caldeira dans laquelle se mettent en place plusieurs dômes de composition trachytique. Une datation juste et précise des épisodes volcaniques les plus récents est cruciale pour définir les risques potentiels de ce volcan vis-à-vis des infrastructures et des populations environnantes. C'est dans ce contexte que Platevoet *et al.* (2008) et Schmitt *et al.* (2014) ont réalisé une étude géochronologique du Gölcük. Ces deux études aboutissent à des résultats contrastés pour ce qui concerne la datation de l'activité récente de ce volcan. Sur la base de la datation K-Ar de deux dômes trachytiques (Küçükçesme Tepe et Pilav Tepe), l'activité post-caldeira est datée entre 52 ± 2 ka et 24 ± 2 ka par Platevoet *et al.* (2008). Pour les deux mêmes dômes, Schmitt *et al.* (2014) obtiennent des âges (U-Th)/He sur zircons de $14,1 \pm 0,5$ et de $12,9 \pm 0,4$ ka. Comment expliquer une telle différence et quel âge retenir au final, sont les motivations de cette étude. L'hypothèse proposée par Schmitt *et al.* (2014) est celle d'un excès de ^{40}Ar faussant les âges K-Ar. C'est cette hypothèse, que nous jugeons à priori légitime, que nous avons examinée. Les travaux de Faure & Mensing (1993) ont montré que pour des teneurs en eau inférieures à 1 %, le Rb qui est un élément plus mobile que le K, restait stable dans les roches volcaniques. De ce fait, nous écartons l'hypothèse d'une perte de ^{40}K ou d'un gain d' $^{40}\text{Ar}^*$ par altération pour expliquer les âges K-Ar trop vieux, car les deux échantillons datés ont des teneurs en eau inférieures à 0.5 % (voir teneur en H_2O dans le tableau 3 de Platevoet *et al.*, 2014).

4 - LES MÉTHODES K-AR ET $^{40}\text{AR}/^{39}\text{AR}$ FACE AUX EXCÈS D'ARGON

Rappelons qu'un âge K-Ar sera surestimé si, à $t = 0$, moment de l'éruption, l'échantillon contient déjà de l' $^{40}\text{Ar}^*$ non issus de la décroissance du ^{40}K de la mésotase ayant cristallisé après la fermeture du système. Ainsi, à $t = 0$ le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ sera supérieur à 298,56, valeur assignée au rapport d'Argon atmosphérique. Cet argon, communément appelé « argon étranger » (Dalrymple & Lanphere, 1969) est de deux types. Lors d'une éruption, des enclaves de roches anciennes du socle environnant, voire des cristaux anciens, peuvent être incorporés dans

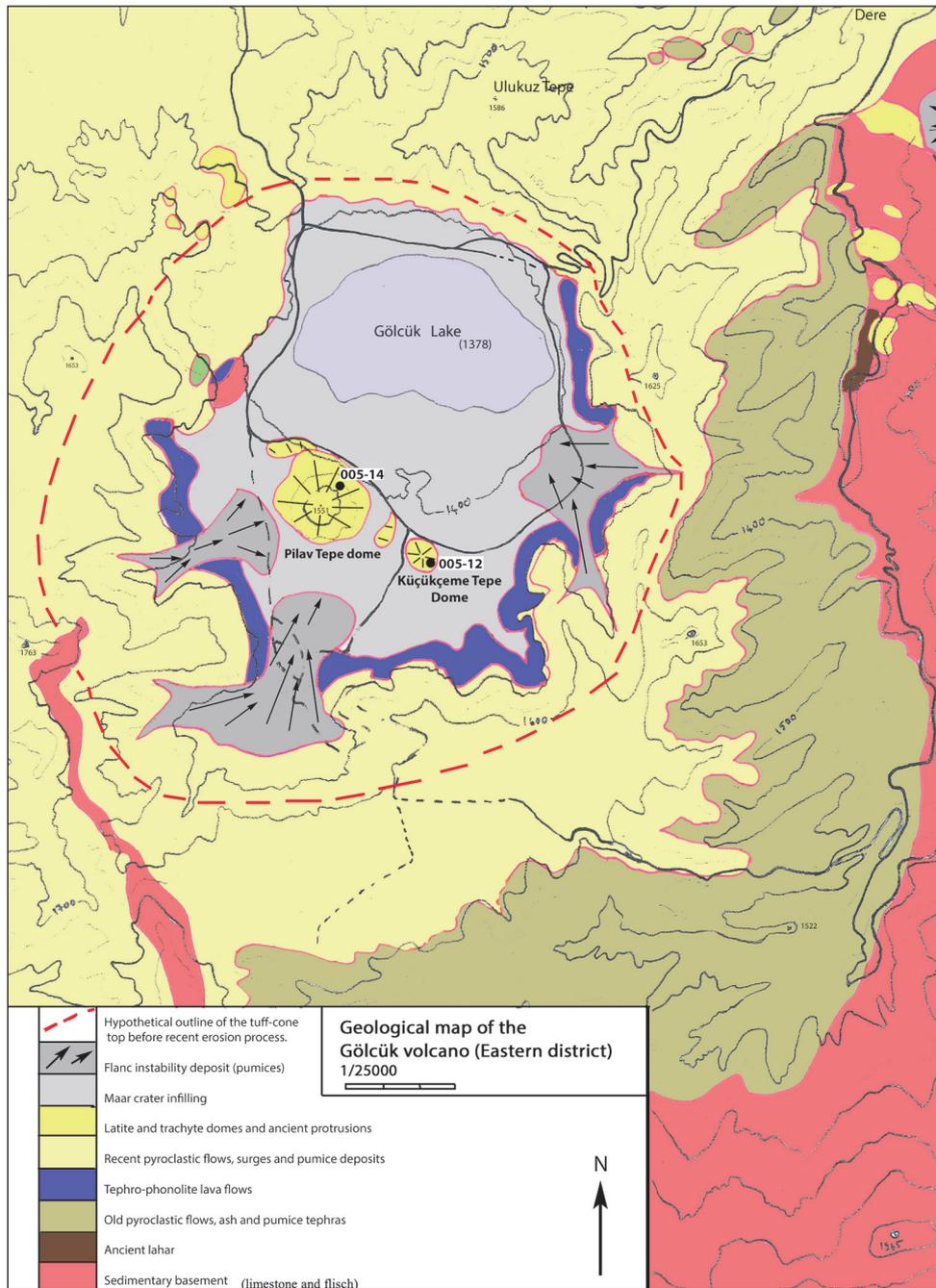


Fig. 1 : Carte géologique simplifiée de la partie centrale et sud-est du volcan Gölcük d'après Platvoet et al. (2008) et localisation des échantillons datés.

Fig. 1: Geological map of the central and south-eastern parts of the Gölcük volcano (modified from Platevoet et al., 2008) and location of the dated samples.

le magma lors de sa remontée en surface. Ces xénolithes sont forcément plus anciens que les éruptions qui les ont remontés en surface. Cet argon est qualifié d'« argon hérité ». Notre mode de préparation des échantillons vise à minimiser cette source d'erreur. L'élimination de ces cristaux ou fragments lithiques de la fraction datée est faite par tris densitométrique et magnétique, pour ne conserver que la mésostase, qui est la phase cristallisée lors du refroidissement en surface de la lave. Le second type d'argon est l'argon « en excès ». C'est la fraction d'argon ^{40}Ar introduite dans l'échantillon lors de sa cristallisation : il ne provient pas de la décroissance in-situ du ^{40}K au sein de l'échantillon. L'origine de cet argon est encore

mal comprise. Cet argon en excès se répartit généralement sous forme d'inclusions fluides ou vitreuses dans les zones périphériques des grains constitutifs de la roche (Kelley, 2002). Les tris densitométriques et magnétiques sont inefficaces pour séparer cet argon de celui purement radiogénique in-situ. Pour chaque expérience de datation K-Ar faite sur les trachytes du Gölcük, furent fondus entre 1,0 et 1,5 grammes d'échantillon. La totalité de l'argon extrait a été analysée par spectrométrie de masse en une seule prise. La méthode utilisée dite la méthode K-Ar sans traceur (Cassignol & Gillot, 1982) ne permet pas de séparer le $^{40}\text{Ar}^*$ issus de la désintégration du ^{40}K de la mésostase, de l' ^{40}Ar en excès.

La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ offre la possibilité de distinguer l'argon radiogénique de l'argon en excès par le biais des isochrones et des spectres d'âge. Les échantillons sont soumis à un flux de neutrons rapides au sein d'un réacteur nucléaire, pour transformer artificiellement une partie des isotopes ^{39}K en ^{39}Ar . La quantité d' ^{39}Ar ainsi générée est proportionnelle au nombre d' ^{39}K présents dans l'échantillon et donc de ^{40}K (atomes parents), le rapport $^{40}\text{K}/^{39}\text{K}$ étant connu à un instant donné et donc à l'actuel dans les échantillons terrestres. L'avantage est que le rapport atomes fils radiogéniques ($^{40}\text{Ar}^*$) vs atomes parents (^{39}Ar proportionnel à ^{40}K) est obtenu par une mesure simultanée par spectrométrie de masse. La connaissance précise du rendement de production d' ^{39}Ar à partir de ^{39}K est obtenue en se référant à des standards d'âges connus, irradiés conjointement avec les échantillons à dater. Pour notre étude, il s'agit des cristaux de sanidine de la Rhyolite d'Alder Creek (USA) datée à $1,193 \pm 0,001$ par Nomade *et al.* (2005). La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ permet d'obtenir des informations plus complètes sur le comportement de l'horloge radio-isotopique que la méthode K/Ar. Dans la méthode dite de « step-heating » (Turner *et al.*, 1966), l'échantillon est chauffé progressivement par paliers de températures croissantes (par exemple des paliers de 60°C) par le biais d'un four ou d'un laser. Pour chaque palier, la composition isotopique en argon du gaz extrait et purifié est mesurée au spectromètre de masse. On peut ainsi calculer un âge apparent pour chaque étape de dégazage de l'échantillon. Au final, on obtient un spectre d'âge. L'allure générale de ces spectres permet de voir si l'horloge K/Ar au sein de l'échantillon a été ou non perturbée. Un échantillon non perturbé qui a évolué en système clos depuis sa cristallisation aura à chaque étape de température un rapport constant entre les isotopes $^{40}\text{Ar}^*$ et ^{39}Ar . On obtiendra donc, pour chaque palier de température un âge $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ apparent identique, aux erreurs analytiques près. Le résultat de l'expérience sera représenté sous forme d'un spectre d'âge dont chaque étape de température donnera le même âge. On pourra alors définir l'âge de l'échantillon comme l'âge plateau. On considère en général qu'un plateau est composé d'au moins trois paliers successifs contenant au minimum 60 % de l' $^{39}\text{Ar}_k$ (l'indice k désigne le ^{39}K issu de l'activation du ^{39}K lors de l'irradiation) dégazé et dont les âges apparents sont cohérents à 95 % de probabilité (Sharp & Renne, 2005). Pour des échantillons contenant de l'argon en excès, l'analyse $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ par étapes successives de dégazage met en évidence la décrépitation des inclusions fluides dans les basses températures, donnant des âges trop anciens dans les premières étapes du spectre d'âge et des inclusions vitreuses ou solides à hautes température (Esser *et al.*, 1997) donnant également des âges trop anciens dans les dernières étapes du spectre d'âge. Le spectre d'âge est alors discordant, en forme de U, diagnostique de l'excès d' ^{40}Ar . Cette approche expérimentale a également permis de démontrer la migration de l'excès d'argon à la périphérie des grains (Harrison & McDougall, 1981). Les inclusions fluides et les inclusions vitreuses sont de fréquentes sources d'excès d'argon et elles peuvent impacter de manière significative la data-

tion des roches, en particulier celles qui sont jeunes et/ou pauvres en potassium. La richesse en argon de ces inclusions s'explique par le caractère hygromagmatophile (i.e. possédant une forte affinité pour les phases fluides ou liquides) de l'argon. Ainsi les inclusions vitreuses provenant d'un magma riche en excès d'argon peuvent contenir jusqu'à 100 fois plus d'argon (en poids) que les minéraux cristallisant à partir de ce même magma. Dans le cas d'inclusions fluides, cette valeur monte à 10 000 (Kelley, 2002).

La méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ permet aussi de traiter les données isotopiques obtenues pour construire des isochrones. On reporte dans un diagramme dit « isochrone inverse » les valeurs expérimentales $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ vs $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ acquises pour chaque palier de température. Lorsque le gaz extrait est un mélange simple argon atmosphérique – argon radiogénique, les points sont alignés le long d'une droite de mélange ou isochrone. L'intersection de l'isochrone avec l'axe $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ correspond à une valeur de ^{39}Ar égale à 0. Cette valeur déduite et calculée correspond au signal isotopique d'un échantillon dépourvu de K et qui ne peut donc produire de l' $^{40}\text{Ar}^*$ purement radiogénique. Ainsi, pour un échantillon dépourvu d' $^{40}\text{Ar}^*$ en excès, l'isochrone intercepte l'axe $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ à une ordonnée de valeur $1/298,56$ (Lee *et al.*, 2006) que l'on notera par la suite ($^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$)_i. A l'opposé, pour un échantillon contenant de l' $^{40}\text{Ar}^*$ en excès, ($^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$)_i aura une valeur inférieure à $1/298,56$. On peut ainsi, à partir du diagramme isochrone inverse, mettre en évidence la présence ou l'absence d'excès d'argon.

5 - MISE EN ÉVIDENCE DE L'EXCÈS D'ARGON DANS LES TRACHYTES DU GÖLCÜK

5.1 - APPROCHE EXPÉRIMENTALE

Nous avons réalisé nos mesures de datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur la même fraction de mésostase que celle datée au préalable en K-Ar (Platevoet *et al.*, 2008). Les procédures d'irradiation, de fusion et de purification des gaz, ainsi que les mesures spectrométriques et des blancs expérimentaux sont décrites dans Guillou *et al.* (2011). Les échantillons d'environ 100 à 120 mg enveloppés dans des feuillets de cuivre ultra-pur, placés dans des disques en aluminium ont été irradiés 60 minutes (Irradiation n°104) dans le tube 1 du réacteur OSIRIS (CEA Saclay, France). Le flux de neutrons rapides est de l'ordre de $4,5 \cdot 10^{18}$ n.m⁻².s⁻¹. Le calcul du flux de neutrons rapides effectivement reçu par les échantillons repose sur les mesures faites sur le standard d'irradiation ACs (Nomade *et al.*, 2005). De nouvelles données ont été récemment acquises sur ce standard en se calant sur la calibration astronomique et en utilisant des spectromètres de masse de nouvelle génération (Jicha *et al.*, 2016, Phillips *et al.*, 2017, Niespolo *et al.*, 2017). La justesse et la précision sur son âge en ont été améliorées. Les âges obtenus sont : $1,1864 \pm 0,0003$ Ma (Jicha *et al.*, 2016), $1,18404 \pm 0,00068$ (Phillips *et al.*, 2017) et $1,1848 \pm 0,0006$ Ma (Niespolo *et al.*, 2017). L'utilisation de l'une ou l'autre de ces valeurs se traduit

par une différence inférieure à 0,1 ka sur l'âge calculé pour nos échantillons de trachyte. Ceci est un ordre de grandeur en deçà de notre erreur analytique. Ainsi, nous retenons la valeur intermédiaire donnée par Niespolo *et al.* (2017). Les valeurs retenues pour les constantes de désintégration de ^{40}K sont celles de Min *et al.* (2000). Pour nos calculs, nous attribuons une valeur de 298,56 pour le rapport $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ dans l'atmosphère (Lee *et al.*, 2006). Après irradiation, les aliquotes purs de mésostase sont placés dans un four à résistance et chauffés progressivement de 600°C à 1200°C en 10-11 paliers de 50 à 60°C. La mesure des compositions isotopiques se fait avec un spectromètre de masse à haute sensibilité équipé d'un comptage d'ions. Les résultats de nos mesures sont synthétisés dans le tableau 1 et détaillés dans le supplément électronique (tab. S1).

Pour le calcul des âges plateaux et la régression des isochrones, nous avons utilisé le programme ArArCalc (Koppers, 2002) et adopté les critères de Sharp & Renne (2005). Ainsi, le plateau doit être composé d'un minimum de 3 étapes de chauffés consécutives contenant au moins 60 % de ^{39}Ar dégazé et ne comporter aucun point aberrant ou âge non cohérent parmi les étapes sélectionnées. Suivant ces mêmes auteurs, un âge isochrone avéré est calculé sur la base d'un nombre maximal de paliers consécutifs pour une MSWD proche de 1. Cet ensemble de paliers constitué d'un minimum de trois étapes de chauffe successives, contenant au moins 60 % de ^{39}Ar dégazé, définit une isochrone dont l'intersection avec l'axe des ordonnées (i.e. $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$) ne devrait pas être statistiquement différent de 298,56 (i.e. le rapport atmosphérique).

5.2 - RÉSULTATS ET IMPLICATIONS

Les âges plateaux calculés à partir des deux expériences sur l'échantillon 005-12 (tab. 1 ; fig. 2) sont identiques, à savoir $13,6 \pm 1,1$ et $13,4 \pm 0,8$ ka (les erreurs sont reportées à 1 sigma, pour une comparaison directe avec les données de Schmitt *et al.*, 2014). Respectivement 91,6 % et 89,2 % du gaz extrait sont ici utilisés dans le calcul des âges plateaux, ce qui pour la première expérience équivaut à 9 paliers sur 10 paliers, et 9 paliers

sur 11 pour la seconde expérience pour des températures comprises entre 600 et 1106°C (tab. 1 ; fig. 2). Sur la base des critères retenus, sont écartés du calcul d'âge le dernier palier de la première expérience ainsi que les deux derniers paliers de la seconde expérience. Les âges obtenus pour ces derniers paliers sont de 1,5 à 2 fois plus vieux que les âges plateaux calculés, attestant de la présence d' ^{40}Ar en excès dans la mésostase.

Le spectre d'âge obtenu pour l'échantillon 005-14 apparaît plus perturbé. L'âge plateau de $13,4 \pm 2,4$ ka est défini par les quatre paliers de températures comprises entre 799°C et 986°C (fig.2). Les trois premiers paliers (températures entre 597°C et 733°C) sont éliminés du calcul de l'âge plateau car ils donnent des âges négatifs dont l'origine peut être interprétée comme une perte de $^{40}\text{Ar}^*$. Les trois derniers paliers donnent des âges 3 à 6 fois plus vieux que l'âge plateau, attestant ainsi d' ^{40}Ar en excès. Les paliers définissant le plateau ont des teneurs en $^{40}\text{Ar}^*$ 3 à 4 fois inférieures à celles mesurées dans 005-12 (tab. S1). Ceci induit une précision plus faible sur les différentes étapes de dégazage et sur l'âge plateau.

L'analyse des diagrammes d'isochrones inverses vient renforcer l'hypothèse de la présence d'excès d'argon. Rappelons que pour un échantillon contenant une fraction d'argon en excès, la valeur de $(^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar})_i$ sera inférieure à $1/298,56$ (i.e. 0,003349). Ceci est le cas pour les trois isochrones tracées en prenant en compte tous les paliers de température (fig. 2). Si l'on élimine du calcul de l'âge isochrone les mêmes paliers que ceux éliminés du calcul des âges plateaux, alors les rapports $(^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar})_i$ sont équivalents à ceux de l'atmosphère. Les âges isochrones ainsi calculés sont concordants avec les âges plateaux (tab. 1 ; fig. 2).

Une indication sur les phases minéralogiques contenant ces excès d'argon est donnée par l'évolution du rapport K/Ca (fig. 2 ; tab. 1). Ce rapport est proportionnel au rapport $^{37}\text{Ar}_{\text{Ca}}/^{39}\text{Ar}_{\text{K}}$, $^{37}\text{Ar}_{\text{Ca}}$ étant produit par l'activation de ^{40}Ca et $^{39}\text{Ar}_{\text{K}}$ par celle du ^{39}K . Pour l'échantillon 005-12, les spectres K/Ca montrent dans les premiers paliers un dégazage de phases potassiques, puis, au-delà du premier tiers du spectre, un dégazage préférentiel de phases plus riches en calcium. On note une évolution

Échantillon N° d'expérience	masse (mg)	K/Ca (total)	Spectre d'âge				Analyse Isochrone		
			Âge (ka) Fusion totale	Paliers retenus (°C)	^{39}Ar (%)	Âge $\pm 1 \sigma$ (ka)	N	$^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar} \pm 2 \sigma$ intercept	Âge $\pm 1 \sigma$ (ka)
005-12, mésostase									
FG-1530 to FG-1539	129	4,92	$15,5 \pm 1,3$	609-1106	91,6	$13,6 \pm 1,1$	9 sur 10	$301,5 \pm 4,6$	$12,1 \pm 2,4$
FG-1550 to FG-1560	121	4,89	$15,1 \pm 0,9$	600-1104	89,2	$13,4 \pm 0,8$	9 sur 11	$298,6 \pm 1,9$	$13,4 \pm 1,2$
<i>moyenne pondérée des âges plateau et isochrones:</i>						$13,5 \pm 0,7$		$299,0 \pm 1,8$	$13,1 \pm 1,1$
005-14, mésostase									
FG-1604 to FG-1615	96	4,08	$16,1 \pm 2,2$	799-986	73,4	$13,4 \pm 2,4$	4 sur 10	$299,3 \pm 4,3$	$11,2 \pm 7,0$

Âges calculés en référence à un âge de 1,1848 Ma pour le standard "Alder Creek Rhyolite sanidine"

Tab. 1 : Synthèse des expériences de datation $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur la mésostase des trachytes du Gölcük.

N/ Nombre de paliers de température retenus pour le calcul des âges plateaux et isochrones.

Tab. 1: Summary of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ data from incremental heating experiments performed on the groundmass of Gölcük trachytes. N/ Number of increment used.

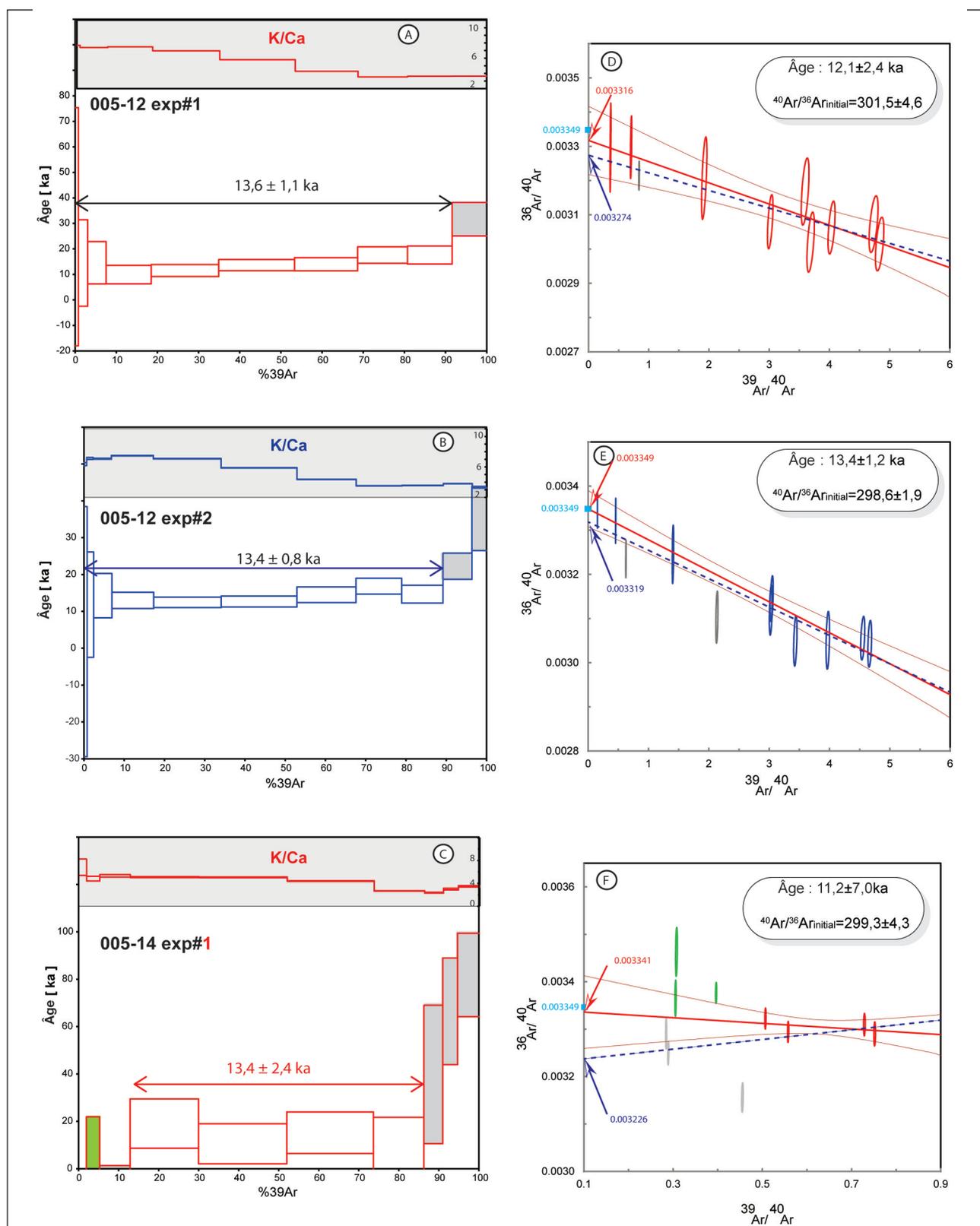


Fig. 2 : Spectres d'âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et isochrones inverses pour les échantillons du Gölcük (données traitées avec ArArCalc, Koppers, 2002).

1A/, 1B/, 1C/ Spectres d'âges et spectre du rapport K/Ca correspondants. Les erreurs sont reportées à 1σ . Les boîtes grises et vertes sont les paliers exclus du calcul de l'âge plateau. 1D/, 1E/, 1F/ Diagrammes isochrones inverses. L'erreur sur l'âge est reportée à 1σ . Les ellipses rouges (1D, 1E, 1F) et bleues (1E) sont incluses dans le calcul de l'âge isochrone, pas les grises. Les ellipses vertes (1F) correspondant aux âges négatifs sont également exclues du calcul de l'âge isochrone. Le point bleu ciel (0.00349) marque la valeur atmosphérique du rapport $^{36}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$. Les isochrones rouges sont calculées à partir des mêmes étapes que celles retenues dans le calcul de l'âge plateau. Les isochrones en pointillés bleus sont calculées prenant en compte toutes les étapes sauf celles des âges négatifs. Les flèches rouges et bleues marquent la valeur du rapport ($^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$), calculée pour chaque régression.

Fig.2: The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age spectra and inverse isochrons for Gölcük samples. 1A/ 1B/ 1C/ Age spectras with related K/Ca ratio. Error on ages is given with the 1σ uncertainties. Height of boxes is 1σ error. Grey and green boxes are excluded steps in age plateau calculation. 1D/, 1E/, 1F/ Inverse isochron, error on ages is given with the 1σ uncertainties. Red ellipses in 1D and 1F, blue ellipses in 1E, are included in isochron regression; grey and green are not. The light blue dot (0.00349) coincides with the atmospheric composition. Red isochrones are calculated using the same steps than the ones retained to calculate the plateau age. Dot blue isochrones are calculated using all steps except the ones giving negative ages. The red and blue arrows marks the ($^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$) value.

proche pour l'échantillon 005-14, le dégazage des phases calciques étant cependant un peu plus tardif. Telles que décrites par Platevoet *et al.* (2014) les trachytes datés ont une texture porphyrique microlitique avec des phénocristaux de clinopyroxène, de phlogopite, de rare amphibole, de plagioclase sodique et de feldspath alcalin. On retrouve dans la mésostase des microlites de feldspaths potassiques, d'oxydes de fer, ainsi que des clinopyroxènes (Platevoet *et al.*, 2014). Les rapports K/Ca élevés illustrent un dégazage préférentiel des microlites de feldspaths potassiques dans les premières étapes du spectre. Puis, vers les plus hautes températures, les clinopyroxènes (phases calciques) participent au signal d'argon libéré, baissant ainsi le rapport K/Ca total. La baisse des rapports K/Ca coïncide avec les étapes de température délivrant des âges trop vieux ne rentrant pas dans le calcul de l'âge final. Le dégazage des clinopyroxènes est simultané à ces étapes montrant des excès d' ^{40}Ar . Ces minéraux, dégazant leur argon à haute température, seraient les plus probables porteurs de l'excès d'argon. Nous supposons qu'il s'agit de fragments de phénocristaux soudés à la mésostase que nos tris minéralogiques et magnétiques n'ont pu écarter. L'excès d'argon serait alors relié aux inclusions fluides ou vitreuses piégées au sein des clinopyroxènes. C'est ce type d'inclusion qui décrépète à haute température (Esser *et al.*, 1997).

Les âges isochrones calculés à partir des paliers retenus sur la base de l'analyse du spectre d'âge sont concordants mais moins précis que les âges plateaux. Ceci s'explique, notamment pour l'échantillon 005-14, par les faibles teneurs mesurées en $^{40}\text{Ar}^*$ et la répartition limitée des points expérimentaux le long de l'isochrone. Ainsi, pour la suite, nous retiendrons les âges plateaux plus précis, soit $13,5 \pm 0,7$ ka pour 005-12 et $13,4 \pm 2,4$ ka pour 005-14 (tab. 1).

Dans le tableau 2, nous avons reporté le résultat des datations issues des différentes méthodes appliquées aux deux trachytes. Les âges K-Ar sont systématiquement plus anciens que les âges plateaux $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ qui sont eux équivalents aux âges (U-Th)/He sur zircons (tab. 2). L'excès d'argon porté par les clinopyroxènes et mis en évidence par les expériences de chauffés par paliers de températures explique les âges K-Ar trop élevés. Nos nouvelles datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur les deux trachytes du Gölcük confirment les datations (U-TH)/He sur zircons. Elles vont dans le sens des conclusions de Schmitt *et al.* (2014), à savoir que les âges K-Ar des deux trachytes étaient surestimés du fait de la présence d'excès d'argon

dans les aliquotes de mésostase. En combinant les résultats des datations $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ et (U-Th)/He on obtient un âge de $13,4 \pm 0,3$ ka pour l'activité post-caldeira du Gölcük.

6 - CONCLUSION

Notre étude montre :

- les âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur mésostase confirment les âges (U-Th)/He sur zircons et datent l'activité magmatique la plus récente du Gölcük à $13,4 \pm 0,3$ ka ;

- l'erreur sur les âges K-Ar précédents est due à un excès d'argon que nous avons mis en évidence dans cette étude. Cet excès est probablement porté par microlites de clinopyroxènes associés à la mésostase.

Plusieurs études combinant datations K-Ar et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ont montré que les âges K-Ar sur laves pouvaient être justes et précis, lorsque les échantillons ne contiennent pas d'excès d'argon. Il en est ainsi pour les laves potassiques de Vulcano âgées de 100 -110 ka (Guillou *et al.*, 2016), pour les phonolites de Ténérife datées à environ 30 ka (Guillou *et al.*, 2011) ainsi que pour la majorité des basaltes de la chaîne des Puys du Massif central français datés par les deux méthodes (Laj *et al.*, 2014). Il en va différemment pour les trachytes du Gölcük, porteurs d'excès d'argon. Il est donc important de considérer que bien que précis, les âges K-Ar peuvent être parfois erronés. La méthode K-Ar, est plus aisée à mettre en œuvre que la méthode $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ car il n'est pas nécessaire d'irradier les échantillons au préalable. Elle permet de construire assez rapidement le cadre chronologique d'un volcan ou d'un système volcanique. Cependant, nous recommandons de confirmer les âges K-Ar par des mesures $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ afin de vérifier leur exactitude lorsque ces âges doivent servir à l'intercalibration des échelles de temps ou à la datation de tout autre événement discret servant de marqueur temporel et d'outil de corrélation entre différentes archives géologiques.

REMERCIEMENTS

Cette étude a bénéficié du support financier du CEA et du CNRS. Les auteurs remercient Jean-Louis Joron du Laboratoire Pierre Süe du CEA-Saclay pour la réalisation des irradiations. Nous remercions également Chrystèle Vérati dont les commentaires et remarques ont aidé à la rédaction du présent manuscrit. N° de contribution LSCE 6033.

Platvoet <i>et al.</i> , 2008	Cette étude		Schmitt <i>et al.</i> , 2014	
Âge K-Ar(*) $\pm 1\sigma$ (ka)	Échantillon	Âge $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ $\pm 1\sigma$ (ka)	Âge (U-Th)/He $\pm 1\sigma$ (ka)	
	Échantillon			
GÖL-1	24 \pm 1	005-14	13,4 \pm 2,4	14,1 \pm 0,5
GÖL-2	52 \pm 1	005-12	13,5 \pm 0,7	12,9 \pm 0,4

(*): erreur recalculée à 1 sigma

Tab. 2 : Comparaison entre les âges K-Ar, (U-Th)/He et $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$.
Tab. 2: Comparison between K-Ar, (U-Th)/He and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages.

RÉFÉRENCES

- ALICI P., TEMEL A., GOURGAUD A., KIEFFER G. & GÜNDOĞDU M.N., 1998 - Petrology and geochemistry of potassic rocks in the Gölcük area (Isparta, SW Turkey): genesis of enriched alkaline magmas. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, **85** (1-4), 423-446.
- BAKSI A.K., 1995 - Fine tuning of the radiometrically derived geomagnetic polarity time scale (GPTS) for 0-10 Ma. *Geophysical Research Letters*, **22** (4), 457-460.
- CASSIGNOL C. & GILLOT P.Y., 1982 - Range and effectiveness of unspiked potassium-argon dating: experimental groundwork and applications. In: G. S. Odin (ed), *Numerical Dating in Stratigraphy*. Wiley, Chichester, 159-179.
- DALRYMPLE G. B. & LANPHERE M. A., 1969 - *Potassium-Argon dating. Principles, techniques and applications to geochronology*. Freeman, San Francisco, 251 p.
- ELITOK Ö., ÖZGÜR N., DRÜPPEL K., DILEK Y., PLATEVOET B., GUILLOU H., POISSON A., SCAILLET S., SATIR M., SIEBEL W., BARDINTZEFF J.M., DENIEL C. & YILMAZ K., 2010 - Origin and geodynamic evolution of late Cenozoic potassium-rich volcanism in the Isparta area, southwestern Turkey. *International Geological Review*, **52** (4-6), 454-504.
- ESSER R.P., MCINTOSH W.C., HEIZLER M.T. & KYLE P.R., 1997 - Excess argon in melt inclusions in zero-age anorthoclase feldspar from Mt Erebus, Antarctica, as revealed by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **61** (18), 3789-3801.
- FAURE G. & MENSING T.M. 1993 - K-Ar dates and paleomagnetic evidence for Cretaceous alteration of Mesozoic basaltic lava flows, Mesa Range, northern Victoria Land, Antarctica. *Chemical Geology*, **109** (1-4), 305-315.
- GUILLOU H., NOMADE S., CARRACEDO J.C., KISSEL C., LAJ C., PEREZ TORRADO F.J. & WANDRES C., 2011 - Effectiveness of combined unspiked K-Ar and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating methods in the ^{14}C age range. *Quaternary Geochronology*, **6** (6), 530-538.
- GUILLOU H., SCAO V. & NOMADE S., 2016 - Blake excursion at Vulcano (Aeolian Islands, Italy): Revised K-Ar and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages. *Quaternary Geochronology*, **35**, 77-87.
- HARRISON T.M. & MCDUGALL I., 1981 - Excess ^{40}Ar in metamorphic rocks from Broken Hill, New South Wales: Implications for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age spectra and the thermal history of the region. *Earth and Planetary Science Letters* **55** (1), 123-149.
- JICHA B.R., SINGER B.S. & SOBOL P., 2016 - Re-evaluation of the ages of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sanidine standards and supereruptions in the western US using a Noblesse multicollector mass spectrometer. *Chemical Geology*, **431**, 54-66.
- KELLEY S., 2002 - Excess argon in K-Ar and Ar-Ar geochronology. *Chemical Geology*, **188** (1-2), 1-22.
- KOPPERS A.A.P., 2002 - ArAr CALC-software for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age calculations. *Computer and Geosciences*, **28** (5), 605-619.
- LAJ C., GUILLOU H. & KISSEL C., 2014 - Dynamics of the earth magnetic field in the 10-75kyr period comprising the Laschamp and Mono Lake excursions: New results from the French Chaîne des Puys in a global perspective. *Earth and Planetary Science Letters*, **387**, 184-197.
- LEE J. Y., MARTI K., SEVERINGHAUS K., KAWAMURA K., YOO H. S., LEE J. B. & KIM J. S., 2006 - A redetermination of the isotopic abundances of atmospheric Ar. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **70** (17), 4507-4512.
- MCDUGALL I., 2013 - Retrospective on the plate tectonic revolution focusing on K/Ar dating, linear volcanic chains and the geomagnetic polarity time scale. *Earth Sciences History*, **32** (2), 313-331.
- MCDUGALL I. & HARRISON T.M., 1988 - *Geochronology and thermochronology by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method*. Oxford University Press, New York, 212p.
- MCDUGALL I., POLACH H.A. & STIPP J.J., 1969 - Excess radiogenic argon in young subaerial basalts from the Auckland volcanic field, New Zealand. *Geochemica et Cosmochimica Acta*, **33** (12), 1485-1520.
- MIN K., MUNDIL R., RENNE P.R. & LUDWIG K.R., 2000 - A test for systematic errors in $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology through comparison with U/Pb analysis of a 1.1 Ga rhyolite. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **64** (1), 73-98.
- NOMADE S., RENNE P.R., VOGEL N., DEINO A.L., SHARP W.D., BECKER T.A., JAOUNI A.R. & MUNDIL R., 2005 - Alder creek sanidine (ACs-2): a quaternary $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard tied to the Cobb mountain geomagnetic event. *Chemical Geology*, **218** (3-4), 315-338.
- NIESPOLO E.M., RUTTE D., DEINO A.L., & RENNE P.R., 2017 (in press) - Intercalibration and age of the Alder Creek sanidine $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ standard. *Quaternary Geochronology*. DOI: 10.1016/j.quageo.2016.09.004
- PLATEVOET B., SCAILLET S., GUILLOU H., BLAMART D., NOMADE S., MASSAULT M., POISSON A., ELITOK Ö., NEVZAT Ö., YAGMURLU F. & YILMAZ K., 2008 - Pleistocene eruptive chronology of the Gölcük volcano, Isparta Angle, Turkey. *Quaternaire*, **19** (2), 147-156.
- PLATEVOET B., ELITOK Ö., GUILLOU H., BARDINTZEFF J.-M., YAGMURLU F., NOMADE S., POISSON A., DENIEL C. & ÖZGÜR N., 2014 - Petrology of Quaternary volcanic rocks and related plutonic xenoliths from Gölcük volcano, Isparta Angle, Turkey: Origin and evolution of the high-K alkaline series. *Journal of Asian Sciences*, **92** (1), 53-76.
- PHILLIPS D., MATCHAN E. L., HONDA M. & KUIPER K. F., 2017 - Ultra-high precision $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages for fish Canyon tuff and Alder Creek rhyolite sanidine: new dating standards required? *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **121**, 229-239.
- SCHMITT A.K., DANISIK M., SIEBEL W., ELITOK Ö., CHANG Y.-W. & SHEN C.-C., 2014 - Late Pleistocene zircon ages for intracaldera domes at Gölcük (Isparta, Turkey). *Journal of Volcanological and Geothermal Research*, **286**, 24-29.
- SHARP W. D. & RENNE P. R., 2005 - The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of core recovered by the Hawaii Scientific Drilling Project (phase 2), Hilo, Hawaii. *Geochemistry Geophysics Geosystems*, **6**, Q04G17, doi:10.1029/2004GC000846
- SPELL T.L. & MCDUGALL I., 1992 - Revision of the age of the Brunhes - Matuyama boundary and the Pleistocene geomagnetic polarity timescale. *Geophysical Research Letters*, **19** (12), 1181-1184.
- TURNER G., MILLER J.A. & GRASTY R.L., 1966 - The thermal history of the Bruderheim meteorite. *Earth and Planetary Science Letters*, **1** (4), 155-157.