



HAL
open science

Les fluctuations du champ magnétique terrestre : des variations séculaires récentes aux renversements

Gregory Fanjat

► **To cite this version:**

Gregory Fanjat. Les fluctuations du champ magnétique terrestre : des variations séculaires récentes aux renversements. Géophysique [physics.geo-ph]. Université Montpellier 2, 2012. Français. NNT : . tel-00719380

HAL Id: tel-00719380

<https://theses.hal.science/tel-00719380>

Submitted on 19 Jul 2012

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.

GÉOSCIENCES MONTPELLIER

ÉCOLE DOCTORALE SIBAGHE

THÈSE

présentée par

Grégory Fanjat

le 29 juin 2012

en vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER 2

Spécialité : Physique et Chimie de la Terre

**Les fluctuations du champ magnétique terrestre :
des variations séculaires récentes aux renversements**

JURY :

M. ALVA-VALDIVIA Luis	Professeur à l'Université de Mexico	Invité
M. BOUCHEZ Jean Luc	Professeur à l'Université de Toulouse	Examineur
M. CAMPS Pierre	Chargé de Recherche à l'Université Montpellier 2	Directeur de thèse
M. CATTIN Rodolphe	Professeur à l'Université Montpellier 2	Président du jury
M. DEKKERS Mark	Professeur à l'Université d'Utrecht	Rapporteur
M. GALLET Yves	Directeur de Recherche à l'IPGP	Rapporteur
M. ROPERCH Pierrick	Directeur de Recherche à l'Université de Rennes	Examineur

Résumé

Le champ magnétique terrestre présente une vaste gamme de variations temporelles, de l'année à plusieurs millions d'années. J'ai étudié au cours de ma thèse divers aspects de ces fluctuations, des variations séculaires récentes aux renversements.

La première partie de ma thèse porte sur l'archéomagnétisme, discipline qui permet de retracer l'évolution temporelle du champ magnétique terrestre au travers des derniers millénaires, principalement à partir des matériaux archéologiques. J'ai étudié deux jeux d'échantillons provenant pour l'un de la Grèce (période néolithique, 6800-3200 avant J.C.) et pour l'autre du Mexique (Palenque, période Maya Classique 320-840 après J.C.), dans le but d'acquérir de nouvelles données d'archéointensité et de mieux contraindre la variation séculaire du champ magnétique terrestre. La comparaison de mes données avec celles disponibles dans la bibliographie et avec les différents modèles globaux et régionaux a mis en évidence que les variations séculaires au Néolithique en Grèce et au cours du premier millénaire en Amérique Centrale sont très mal définies. Mes données suggèrent que des composantes locales, non prises en compte dans les modèles globaux peuvent exister au niveau de ces régions. Elles renforcent l'intérêt de développer des modèles régionaux précis. Pour ce faire, l'acquisition de nouvelles données de haute qualité est un élément majeur.

La deuxième partie traite de la description d'un renversement du champ magnétique terrestre. Cette étude a été basée sur deux points précis : étudier les directions transitionnelles afin d'apporter de nouvelles contraintes sur le possible confinement longitudinal des pôles géomagnétiques virtuels (PGV) d'une part, et d'autre part vérifier des paléointensités transitionnelles obtenues sur la séquence volcanique d'Akaroa (Nouvelle Zélande), dont l'intensité est significativement supérieure à celles des intensités avant et après le renversement. Nous avons ré-échantillonné cette séquence, et l'évolution directionnelle obtenue pour ce renversement est une succession complexe de polarités N-T-R-T-N-T-R. Les PGV obtenus semblent se regrouper sous deux bandes longitudinales sous l'Australie et l'Amérique, ce qui renforce l'hypothèse d'une interaction entre le manteau et le noyau sur plusieurs millions d'années. Suite à une étude de minéralogie magnétique, j'ai sélectionné les échantillons susceptibles de fournir une valeur de paléointensité par les méthodes de Thellier et du multispecimen. Les paléointensités obtenues sont relativement faibles (environ $20 \mu\text{T}$) au cours du changement de polarité et forte à la fin de la séquence. Mon interprétation, basée à la fois sur les valeurs de l'intensité du champ et sur les données radiochronologiques montrant que la séquence s'est mise en place très rapidement, est de considérer que seul le renversement C4Ar.1n-C4Ar.1r a été enregistré dans cette séquence. Dans cette hypothèse, le renversement montre un cheminement complexe comparable à d'autres renversements enregistrés dans l'hémisphère nord (comme celui de la Steens Mountain par exemple), incluant un phénomène de rebond avant de se stabiliser.

La troisième partie de ma thèse est consacrée au développement d'une nouvelle méthodologie et d'un nouvel appareillage pour déterminer des paléointensités. Le faible taux de réussite des expériences de paléointensité de l'étude précédente m'a poussé à m'intéresser au protocole multispecimen, qui peut s'appliquer aux échantillons possédant un comportement polydomaine. L'inconvénient technique majeur de cette méthode réside dans l'application du champ le long de l'aimantation naturelle, difficile à réaliser avec précision dans les fours standards. Pour ce faire, nous avons décidé de développer des porte-échantillons permettant d'orienter les échantillons dans l'espace pour le four standard et un prototype de four à chauffage ultra-rapide particulièrement bien adapté avec la possibilité d'orienter le champ appliqué dans les 3 dimensions. J'ai testé les différents protocoles de la méthode sur des laves historiques de la Réunion et de l'Etna, possédant des minéralogies très différentes. Pour l'ensemble des coulées étudiées, j'ai obtenu des paléointensités très proches des valeurs attendues, et ce indépendamment de la minéralogie, révélant ainsi le faisabilité de notre appareillage et le côté prometteur de la méthode. L'application de diverses corrections sur la statistique d'estimation de la valeur de l'intensité ou sur le taux de refroidissement n'ont eu aucun impact notable sur mes résultats.

Abstract

The Earth's magnetic field shows a large range of temporal variations from the year to several million years. I studied during my PhD thesis several aspects of these fluctuations, from recent secular variations to reversals.

The first part of my manuscript deals with archeomagnetism, a discipline that allows to track the temporal variations of the Earth's magnetic field through millennia, mainly from archeological materials. I studied two sets of samples, one from Greece (Neolithic period 6800-3200 B.C.) and the other from Mexico (Palenque, Maya Classic period 320-840 A.D.), to acquire new archeointensity data in order to better constrain the secular variation of the geomagnetic field. By comparing my data with those available in the literature and with the various global and regional models, I showed that the secular variations during the Neolithic in Greece and during the first millennium in Central America are poorly defined. My data suggest that local components, not described by global models, may exist in these regions. They reinforce the importance of developing specific regional models. As a consequence, the acquisition of new high quality data is of main importance.

The second part presents the description of a geomagnetic field reversal. This work was based on two points: first by studying transitional directions to provide new constraints on the possible preferred longitudinal paths of virtual geomagnetic poles (VGPs) and second by checking transitional paleointensities obtained on a volcanic sequence in Akaroa volcano (New Zealand). Indeed the transitional field intensity is significantly higher than the field intensity before and after the reversal. We re-sampled this sequence, and the directional results show a complex sequence of N-T-R-T-N-T-R polarity. The transitional VGPs obtained are clustered in two longitudinal bands through Australia and America. This observation seems to reinforce the assumption of a core-mantle interaction over several million years. Following a rock magnetic study, I selected samples that could provide a value for the Thellier and multispecimen paleointensity methods. The obtained paleointensity are relatively low (about $20 \mu\text{T}$) during the polarity change and strong at the end of the sequence. Based both on the field strength values and on the radiochronological ages, showing that the sequence was erupted in a very short time, I suggest that only the C4AR.1n-C4Ar.1r reversal was recorded in this sequence. In this assumption, the reversal shows a complex path comparable to other reversals recorded in the northern hemisphere (for example the Steens Mountain), including a rebound before stabilizing.

Finally the last part is devoted to the development of a new methodology and a new apparatus to determine absolute paleointensity. Following the low success rate of paleointensity experiments from the previous study, I decided to test the multispecimen protocol, which can be applied to samples yielding a predominant multidomain behavior. The main technical drawback of this method lies in the application of the laboratory field along the natural remanent magnetization, a difficult task to perform accurately in standard paleointensity ovens. Thus, we decided to adapt sample holders from our standard oven in order to allow the sample orientation in space and to develop an ultra-fast heating oven prototype particularly well-suited for this method, allowing to apply the laboratory field in the 3 dimensions. I checked the different multispecimen protocols on historical lavas from Reunion and Etna volcano, yielding very different magnetic mineralogies. For all flows, I obtained paleointensities very close from the expected values, regardless from the magnetic mineralogy, revealing the feasibility of our apparatus and the promising interest of the method. The application of various corrections on the statistical estimation of the intensity value or on the cooling rate had no significant impact on my results.

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Pierre pour m'avoir fait confiance durant ces trois années. Pierre m'a tout (ou presque) appris du magnétisme des roches au paléomagnétisme, toujours disponible et prêt à discuter dans la bonne humeur. Rappelons qu'en plus de ses connaissances scientifiques, ses talents culinaires, associés aux miens, nous ont permis d'être sacrés "Master chefs" du camping à Akaroa !

Je tiens également à remercier tout particulièrement Brigitte pour ses conseils avisés sur l'utilisation du matériel expérimental ainsi que Thierry et Patrick qui m'ont aidé et supporté au quotidien dans la mise au point des expériences et m'ont beaucoup appris. Ces remerciements s'adressent également à Mireille, qui, malgré son départ du laboratoire, a gardé un oeil bien-veillant sur mon travail (notamment pour les corrections d'anglais).

Je tiens aussi à remercier chaleureusement les membres de mon jury, Mark Dekkers, Yves Gallet, Luis Alva-Valdivia, Jeau Luc Bouchez, Rodolphe Cattin et Pierrick Roperch pour avoir accepté de lire et juger mon travail.

Merci à Moulay et Fabrice pour m'avoir fait profiter de leur savoir faire en spectroscopie Mössbauer et EBSD et sans qui j'aurai eu quelques difficultés à interpréter une partie de mes résultats. Merci à Claire pour m'avoir fait tous les FORCs et m'avoir convaincu que le vélo couché, finalement, c'était pas si mal.

Merci à Valera, Elina, Despina et Luis de m'avoir accordé une partie de leur temps et de leur confiance pour les différentes études que nous avons menées ensemble, et pour m'avoir souvent éclairé au travers de nombreuses discussions.

Je tiens à remercier tous mes compagnons de terrain avec qui j'ai partagé de fabuleuses aventures. Merci à Ben de nous avoir apporté quelques lumières sur les structures volcaniques d'Akaroa. Merci à Sonia de m'avoir fait participer à la mission Contamana, où j'ai rencontré PierrO, Maeva, Julia, Guillaume...et découvert la vie et le terrain en forêt amazonienne, une expérience inoubliable !! Merci à Luis et sa famille pour m'avoir fait découvrir Mexico et sa gastronomie locale, délicieuse bien qu'un peu épicée. Merci à Chui et Alex pour leurs explications avisées sur la géologie du Golf de Basse Californie et sur la fabrication de la tequila.

Je tiens aussi à remercier tous mes camarades thésards. Tout d'abord ceux qui m'auront souvent attendu pour aller au RU et avec qui nous avons partagé moult discussions aussi bien philosophiques que tumultueuses : les stéphanois Fab, Théo, Greg (le grand), Steve et Dimit, Antoine, Fatna, Gustavo, Carolina, Roberto, Gian Luca, Kate, Steph, Yannick, Julie, Damien, Virginie, Mika, Tom, Eglantine, Lyvanne, Camille... Puis ceux avec qui j'ai partagé de super pique-niques, Marianne, Marina, Jérôme, Alex, Agathe, Thibault, Ous, Jehanne...et tous les autres !

J'ai une pensée toute particulière pour ma famille et mes proches qui m'auront toujours soutenu dans mes choix, même si mon travail est, et restera probablement, un mystère pour eux.

Bref, un grand merci à tous ceux que j'ai côtoyé durant ces trois années passées à Montpellier....

Table des matières

Résumé	iii
Abstract	iv
Remerciements	v
Introduction	1
1 Du géomagnétisme au magnétisme des roches	5
1.1 La physique du champ magnétique	5
1.1.1 Qu'est ce qu'un champ magnétique ?	5
1.1.2 Les lois de l'électromagnétisme	5
1.2 Le champ magnétique terrestre et la géodynamo	7
1.2.1 Description du champ magnétique terrestre	7
1.2.2 L'origine du champ magnétique terrestre	13
1.2.3 Variations temporelles du champ magnétique terrestre	15
1.3 Les minéraux : mémoire du champ magnétique passé	20
1.3.1 Propriétés magnétiques des solides	20
1.3.2 Structure et composition des principaux minéraux ferromagnétiques	24
1.3.3 Origine de l'aimantation rémanente	28
1.3.4 Les différents types de rémanence magnétique	34
2 Archéomagnétisme et variations séculaires récentes	37
2.1 Introduction à l'archéomagnétisme	37
2.1.1 Les données	37
2.1.2 Les datations	38
2.1.3 La reconstitution du champ magnétique passé	40
2.1.4 Les applications	42
2.2 Introduction aux deux études réalisées	44
2.2.1 La variation séculaire au cours de la période Néolithique en Grèce .	44

2.2.2	La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale	45
2.3	La variation séculaire en Grèce durant le Néolithique	50
	<i>Archeointensities in Greece during the Neolithic period : New insights into material selection and Secular Variation Curve</i> , article soumis à <i>Physics of Earth and Planetary Interior</i>	50
2.3.1	Introduction	51
2.3.2	Archeological context and sample description	52
2.3.3	Experimental procedures	56
2.3.4	Results	60
2.3.5	Discussion	66
2.3.6	Conclusion	70
2.4	La variation séculaire en Amérique Centrale durant la période Maya Classique	72
	<i>First archeointensity determination on Maya incense burners from Palenque temples, Mexico : New data to constrain the Mesoamerica secular variation curve</i> , article soumis à <i>Earth and Planetary Science Letters</i>	72
2.4.1	Introduction	73
2.4.2	Archeological context and ceramic ages	74
2.4.3	Magnetic properties of samples	77
2.4.4	Hysteresis loops	79
2.4.5	Firing conditions	80
2.4.6	Archeointensity determinations	84
2.4.7	Discussion	89
2.4.8	Reliability of the archeintensity determinations	89
2.4.9	Conclusions	92
2.5	Compléments d'information	93
2.5.1	Comment obtenir une valeur fiable d'archéointensité en laboratoire ?	93
2.5.2	Détermination des conditions de cuisson du matériel archéologique	95

3	Comportement du champ magnétique terrestre lors d'un changement de polarité : Étude d'un exemple	101
3.1	Introduction à l'étude	101
3.2	Comportement du champ magnétique lors du renversement d'Akaroa . . .	105
	<i>Behavior of the transitional field during the Akaroa polarity reversal, New Zealand : low paleointensities coupled to a geomagnetic rebound ?</i> , article en préparation	105
3.2.1	Introduction	106

3.2.2	Geological settings and sampling	108
3.2.3	Paleomagnetic directions	109
3.2.4	Rock magnetism properties	110
3.2.5	Paleointensities	115
3.2.6	Discussion	120
3.2.7	Conclusion	122
4	Multispecimen : un nouveau protocole pour déterminer les paléointensités ?	123
4.1	Introduction à la méthode du multispecimen	123
4.1.1	Principe de la méthode multispecimen	123
4.1.2	La méthode MSP-DSC	125
4.2	Matériel expérimental	128
4.3	Sélection et minéralogie des échantillons	130
4.3.1	Description des échantillons	130
4.3.2	Courbes de thermosusceptibilité	131
4.3.3	Désaimantations thermiques	132
4.3.4	FORCs	132
4.3.5	Paléointensité Thellier-Thellier	133
4.3.6	Bilan	134
4.4	Résultats	134
4.5	Discussion	136
4.5.1	Influence du taux de refroidissement	136
4.5.2	Régression forcée par l'origine	136
4.6	Conclusion	137
	Conclusion	139
	Bibliographie	142
	Annexe	163
A	Méthodologie, de l'échantillonnage à la mesure de l'aimantation rémanente	163
A.1	L'échantillonnage	163
A.2	Susceptibilité magnétique à haute et basse température	164
A.3	Détermination des paléodirections	165
A.4	Détermination des paléointensités	171
B	Anisotropie de susceptibilité magnétique : orientation des fabriques et rôle des interactions	176
B.1	Les fabriques : quelles origines ?	176

B.2	L'orientation préférentielle des réseaux cristallins par l'EBSD . . .	179
B.3	Résultats de l'étude	182
	<i>Magnetic interactions at the origin of abnormal magnetic fabric in lava flows :</i> <i>a case study from Kerguelen flood basalts</i> , publié dans <i>Geophysical Journal</i> <i>International</i>	182
	<i>Influence of magnetic interactions on the Anisotropy of Magnetic Susceptibility :</i> <i>The case of single domain cluster aggregation</i> , publié dans <i>Studia</i> <i>Geophysica and Geodaetica</i>	202

Introduction

"We may see how far from unproductive magnetic philosophy is, how agreeable, how helpful, how divine! Sailors when tossed about on the waves with continuous cloudy weather, and unable by means of the celestial luminaries to learn anything about the place or the region in which they are, with a very slight effort and with a small instrument are comforted, and learn the latitude of the place." Gilbert (1600)

La boussole, comme le note Gilbert (1600) dans la citation précédente, est une application directe du géomagnétisme à la vie courante et a été pendant plusieurs siècles un outil précieux pour la navigation. C'est en Chine qu'a été mise évidence un champ magnétique propre à la Terre au II^{ème} siècle avant J.C., par le biais d'une cuillère en "pierre d'aimant" (la magnétite, oxyde de fer naturellement aimanté), ancêtre de la boussole. Mais ce n'est qu'au VII^{ème} siècle après J.C. que la boussole est devenue le moyen le plus simple pour s'orienter, l'aiguille libre indiquant approximativement le Nord géographique. Les premières mesures du champ magnétique au XVII^{ème} siècle, réalisées lors de diverses expéditions aux quatre coins du monde, ont permis de détecter des variations temporelles du champ géomagnétique en terme d'orientation. En 1906, Bernard Bruhnes fut le premier à mettre en évidence que le champ magnétique terrestre pouvait avoir une polarité inverse. Étonnamment, il a fallu attendre 1954 et les travaux de Keith Runcorn pour démontrer que le champ magnétique s'est inversé de nombreuses fois au cours de l'histoire de la planète, découverte majeure puisqu'elle a permis par la suite de valider la théorie de la tectonique des plaques. En quelques milliers d'années, vraisemblablement entre 5000 et 7000 ans en moyenne, le champ géomagnétique passe d'une géométrie dipolaire d'un sens donné (la configuration actuelle étant qualifiée de polarité 'normale') à une géométrie analogue mais de sens opposé (configuration dite 'inverse'). Ce phénomène, longtemps resté énigmatique, n'est aujourd'hui encore pas totalement compris. Pourquoi et comment le champ magnétique terrestre est-il parfois amené à se renverser? Durant ces dernières années, les progrès spectaculaires des simulations numériques de la convection au sein du noyau d'une part et de la modélisation expérimentale en laboratoire de dynamos à vocation géophysique d'autre part permettent une meilleure compréhension des renversements du champ magnétique. Bien qu'aucun de ces modèles ne représentent

fidèlement la dynamo terrestre, ils ouvrent de nouvelles perspectives auxquelles l'apport de nouvelles observations est indispensable car pour bien modéliser un phénomène naturel, il faut avant tout bien l'observer. Le paléomagnétisme, l'étude du champ magnétique enregistré dans les laves et les sédiments par certains minéraux, contribue à l'acquisition de nouvelles données sur le champ magnétique passé, notamment en ce qui concerne les renversements et les variations à long terme sur plusieurs millions d'années. Par ailleurs, l'archéomagnétisme permet de recueillir des données sur la variation séculaire du champ magnétique au cours des périodes préhistorique et historique, sur quelques milliers d'années. Cette discipline s'appuie principalement sur l'analyse magnétique des poteries, briques ou autres éléments d'archéologie mais aussi sur des laves et sédiments contemporains. L'acquisition de nouvelles données fiables et précises est essentielle pour comprendre le fonctionnement de la dynamo terrestre mais aussi pour développer de nouvelles disciplines comme l'archéométrie (datation des objets archéologique par le biais du champ magnétique qu'ils ont fossilisé) ou encore l'assimilation de données. Ma thèse s'est inscrite pleinement dans ce cadre.

Lors de mon stage de Master 2 réalisé à Grenoble sous la direction de Nicolas Gillet, j'ai travaillé sur l'inversion des données géomagnétiques. L'inversion de ces données permet de déterminer le champ de vitesse de l'écoulement du fer liquide à la surface du noyau externe et de modéliser la variation séculaire. Je me suis rendu compte à cette occasion que l'acquisition de données sur le champ magnétique revêt une extrême importance pour étudier le noyau externe et les processus à l'origine de la dynamo terrestre. Ainsi pour compléter ma formation, j'ai choisi de réaliser une thèse focalisée essentiellement sur l'obtention et l'interprétation de nouvelles données sur les fluctuations du champ magnétique terrestre, des renversements aux variations séculaires récentes. Chacun des chapitres de ce mémoire résume le travail que j'ai effectué au cours de ces trois années. Dans le premier chapitre, je rappelle les pré-requis essentiels aux études que j'ai menées. Je décris tout d'abord les principales caractéristiques du champ magnétique terrestre puis je discute les processus par lesquels certains minéraux et certaines roches sont susceptibles de mémoriser ce champ. Les principales méthodes utilisées dans toutes études paléo- ou archéomagnétiques sont exposées en Annexe A. Ces deux parties seront particulièrement utiles aux personnes non spécialistes d'un des points abordés au cours de mes travaux et pourront ainsi s'y référer pour l'éclaircir. L'un des aspects majeurs de ma thèse a été de développer l'archéomagnétisme au laboratoire de magnétisme des roches de Montpellier. Le second chapitre de ce mémoire est consacré à ce thème. Après une brève introduction sur l'archéomagnétisme, je détaille les deux études que j'ai menées sur des jeux d'échantillons archéologiques provenant de Grèce (période néolithique, 5400-3500 avant. J.C.) et du Mexique (Palenque, période Maya classique, 350-800 après J.C.), dans le but de mieux contraindre les variations du champ magnétique terrestre pour ces

deux régions. L'autre partie importante de mon travail, qui constitue le troisième chapitre, a été focalisée sur la description du champ magnétique au cours d'un renversement enregistré dans la série volcanique miocène d'Akaroa (Nouvelle Zélande), à la fois en terme de direction mais aussi d'intensité. Dans une dernière partie, suite à la difficulté d'obtenir des paléointensités sur les échantillons provenant de la Nouvelle Zélande, je discute les avantages et les inconvénients d'une nouvelle méthode de détermination des paléointensités, la méthode multispécimen, pour laquelle nous avons développé un nouvel appareillage au laboratoire. Enfin, en Annexe B, je présente un travail à la fois expérimental et théorique que j'ai mené au cours de ma première année de thèse en attendant de réaliser la mission d'échantillonnage sur le terrain. Cette étude porte sur le rôle joué par les interactions magnétiques sur les fabriques magnétiques de laves provenant d'une séquence volcanique particulière de l'archipel de Kerguelen située au Mont Rabouillère.

Chapitre 1

Du géomagnétisme au magnétisme des roches

1.1 La physique du champ magnétique

1.1.1 Qu'est ce qu'un champ magnétique ?

Un champ magnétique, tout comme le champ de pesanteur, ne peut être touché ou vu et correspond à un champ vectoriel (un champ magnétique possède une direction et une intensité). Nous pouvons prendre conscience de l'existence d'un champ magnétique par son effet sur des objets particuliers, sensibles à celui-ci, telle que la boussole. Par exemple, l'aiguille aimantée de la boussole est sensible au champ magnétique terrestre et s'aligne avec les lignes de champ (Fig. 1.1), pointant le Nord magnétique. L'un des pionniers du géomagnétisme fut Pierre de Maricourt, mieux connu sous le nom de Petrus Peregrinus (le pèlerin). Dans son livre *Epistola de Magnete* (1269), il décrit les premières recherches en magnétisme, améliore le principe de la boussole connu en Occident depuis le XII^{ème} siècle et met au point le compas (Courtillot and Le Mouél, 2007; Jonkers, 2008). Mais ce n'est qu'au cours du XIX^{ème} siècle que des travaux expérimentaux sur les phénomènes magnétiques ont permis de bien comprendre la nature, l'origine et les propriétés du magnétisme.

1.1.2 Les lois de l'électromagnétisme

En 1820, Hans Christian Oersted (1777-1851), professeur de physique à l'Université de Copenhague, met en évidence le lien existant entre deux domaines de la Physique qui jusqu'ici étaient séparés : le magnétisme et l'électricité. Il a observé expérimentalement que "*L'aiguille aimantée est déviée de sa position d'équilibre par l'action d'un appareil voltaïque. Cet effet se produit quand le circuit est fermé et non lorsqu'il est ouvert*".

De son côté, André-Marie Ampère (1775-1836), mathématicien et physicien français, présente alors que si un courant dans un fil exerce une force magnétique sur une aiguille de boussole, deux fils parcourus chacun par un courant devraient interagir. Dans une

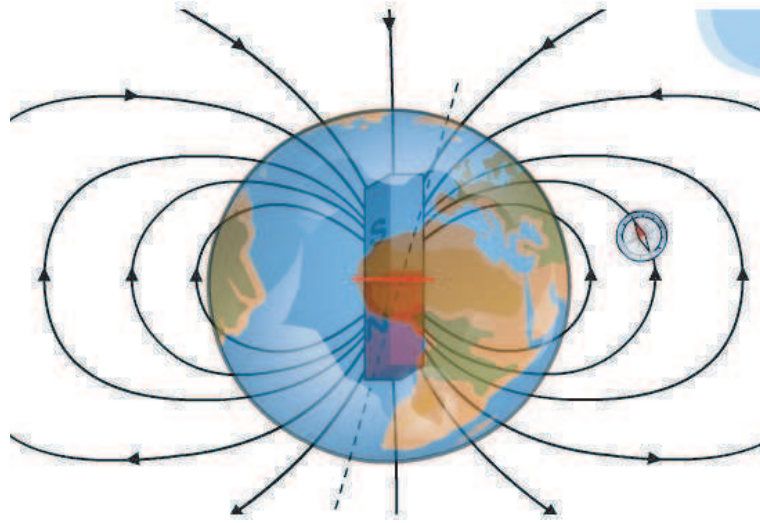


FIGURE 1.1 – Lignes de champ magnétique terrestre.

série d'expériences, il montre que d'une part des courants parallèles s'écoulant sur une longue distance s'attirent et que des courants de sens contraire se repoussent. D'autre part, il observe que la force entre deux courants est inversement proportionnelle à la distance qui les séparent et proportionnelle à son intensité (dont l'unité de mesure porte son nom).

Quelques années plus tard, le physicien anglais Michael Faraday (1791-1867) montre qu'une variation de flux de champ magnétique à travers un circuit conducteur peut générer un courant électrique : c'est le phénomène d'induction.

En 1865, Maxwell synthétise l'ensemble de ces travaux expérimentaux sous la forme de quatre équations intégrales, montrant ainsi l'intime relation qu'il existe entre les courants électriques et le champ magnétique.

$$\nabla \cdot \mathbf{E} = \frac{\rho_c}{\epsilon_0}, \quad (1.1)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \quad (1.2)$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{J}}{\partial t}, \quad (1.3)$$

$$\nabla \times \mathbf{B} = \mu_0 \mathbf{J}. \quad (1.4)$$

\mathbf{B} est l'induction magnétique, exprimée en Tesla ($T = V \cdot s \cdot m^{-2}$), \mathbf{E} est le champ électrique en V/m et \mathbf{J} est la densité de courant en $A \cdot m^{-2}$. ρ correspond à la charge électrique totale ($C \cdot m^{-3}$), ϵ_0 est la permittivité du vide ($8.85 \cdot 10^{-12} F \cdot m^{-1}$) et μ_0 est la perméabilité du vide ($4\pi \cdot 10^{-7} H \cdot m^{-1}$). L'équation 1.2 montre qu'il n'existe pas de monopôle ; une charge magnétique ne peut pas être isolée, on a toujours au minimum un dipôle avec des lignes de champ fermées. D'après la loi d'Ampère (eq. 1.3), les champs magnétiques ne sont pas des champs potentiels. Cependant, au sein d'un milieu non conducteur, par exemple

dans l’atmosphère neutre ou le manteau terrestre, le courant électrique ne circule pas, par conséquent $J = 0$ et ainsi l’équation 1.4 devient $\nabla \times \mathbf{B} = 0$. Le champ magnétique est dit dans ce cadre là conservatif et peut être exprimé sous la forme d’un gradient de potentiel scalaire V (Backus et al., 1996) :

$$\mathbf{B} = -\nabla V \tag{1.5}$$

Ce type de champ est appelé champ potentiel, ce qui implique que V satisfasse l’équation de Laplace :

$$\nabla^2 V = 0. \tag{1.6}$$

Le champ magnétique terrestre satisfait l’ensemble de ces équations et est considéré comme un champ potentiel entre la surface du noyau et l’ionosphère. Comment à partir de ces lois et des observations peut-on caractériser le champ magnétique terrestre ?

1.2 Le champ magnétique terrestre et la géodynamo

Le champ magnétique terrestre est une composante importante du système complexe qu’est la Terre. Il interagit aussi bien avec l’atmosphère, que la biosphère et il est le témoin de la dynamique de la Terre profonde. Il est par conséquent important de comprendre les différentes caractéristiques de ce champ et d’essayer de percer le mystère de son évolution et de son origine.

1.2.1 Description du champ magnétique terrestre

Attardons nous tout d’abord sur la manière de décrire le champ magnétique à la surface du globe.

Description du champ magnétique terrestre en un point de la surface de la Terre

Le champ magnétique terrestre se présente sous la forme d’un vecteur, ce qui implique une direction et une intensité pour le caractériser totalement. Pour décrire ce champ magnétique en tout point de la surface, on utilise une décomposition en coordonnées cartésiennes : X (azimuth), Y (co-azimuth) , Z (inclinaison) ainsi que les angles D (déclinaison) et I (inclinaison) (cf. figure 1.2.1). Les mesures de déclinaisons furent communément relevées dès la seconde partie du XVI^{ème} lorsque l’utilisation de la boussole devint incontournable pour la navigation, alors que les relevés de l’inclinaison ne commencèrent qu’au début du XVII^{ème} (voir Jackson and Finlay (2007) pour une revue). Ce n’est qu’à partir de la fin du XVII^{ème} siècle que les mesures d’intensité débutèrent et qui permirent à Elisabeth-Paul-Édouard de Rossel de mettre en évidence des variations latitudinales d’intensité lors de l’expédition menée par Antoine Bruny d’Entrecasteaux

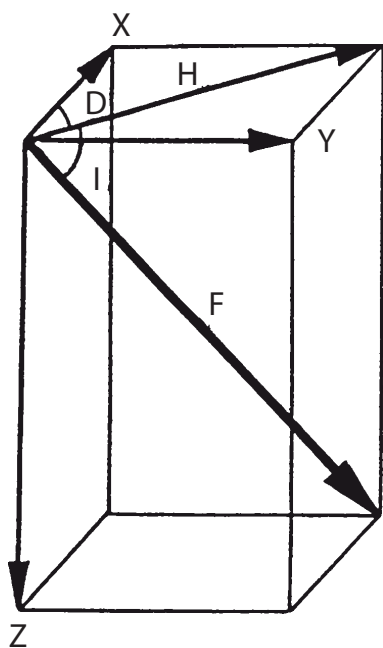


FIGURE 1.2 – Les composantes X et Y sont respectivement dirigées vers le nord géographique et l'est. \mathbf{H} est la composante horizontale du vecteur champ magnétique \mathbf{F} . B représente la norme du champ magnétique et est indépendante du référentielle utilisé. Enfin I représente l'inclinaison, c'est à dire l'angle entre l'horizontale et le vecteur champ magnétique, et D correspond à la déclinaison, c'est à dire l'angle entre le nord magnétique (H) et le Nord géographique (X)

(1791-1794). Il conclue en 1808 "By comparing the experimental results obtained during the expedition with each other it is evident that the oscillations of the needle were more rapid at Paris and Van Diemen's Land than at Surabaya in the Isle of Java and at Amboyna; and that therefore the magnetic force is greater near the poles than at the equator" (Courtillot and Le Mouél, 2007).

Décomposition en harmoniques sphériques

En 1832, le mathématicien, astronome et physicien Carl Friedrich Gauss (1777-1855) a développé une méthode de représentation du champ magnétique en décomposant le potentiel scalaire V , solution de l'équation de Laplace (eq. 1.6), sous la forme d'une série convergente dont chacun des termes est fonction de la colatitude θ (angle depuis l'axe polaire), de la longitude ϕ et de la distance radiale au centre de la Terre r . Ce type de décomposition est particulièrement bien adapté à la géométrie sphérique de la Terre. Le champ résultant à la surface de la Terre est issu de différentes contributions, à la fois d'origines interne et externe. Pour cela, on définit pour le champ d'origine interne, le potentiel V_i donné par l'expression :

$$V_i = a \sum_{l=1}^{\infty} \sum_{m=0}^l \left(\frac{a}{r}\right)^{l+1} (g_l^m(t) \cos(m\phi) + (h_l^m(t) \sin(m\phi))) P_l^m(\cos\theta), \quad (1.7)$$

et pour le champ d'origine externe, le potentiel V_e :

$$V_e = a \sum_{l=1}^{\infty} \sum_{m=0}^l \left(\frac{r}{a}\right)^l (q_l^m(t) \cos(m\phi) + (s_l^m(t) \sin(m\phi))) P_l^m(\cos\theta). \quad (1.8)$$

Les g_l^m et h_l^m sont les coefficients internes de Gauss et les q_l^m et s_l^m sont les coefficients externes, décrit sous la semi-normalisation de Schmidt des fonctions associées de Le-

1.2.1 Description du champ magnétique terrestre

gendre. l représente le degré et m l'ordre de l'harmonique. De même, on peut décrire les variations séculaires par les coefficients d'harmonique sphérique \dot{g}_l^m et \dot{h}_l^m , qui sont les dérivées temporelles des coefficients g_l^m et h_l^m . A partir de cette décomposition et à partir de mesures effectuées à la surface de la Terre, Gauss a montré que le champ magnétique d'origine interne représente près de 99% du champ total. Ces coefficients sont calculés (en nT) pour une date donnée, de façon à ce qu'ils satisfassent au mieux l'équation 1.7 avec les données obtenues par les observatoires ou les satellites. L'IGRF (International Geomagnetic Reference Field) est un modèle du champ magnétique compilant l'ensemble des coefficients de Gauss ainsi que leurs dérivées temporelles (variations séculaires), calculés pour une année donnée jusqu'au degré $l=13$ pour le champ principal.

A partir de l'expression de V_i (eq. 1.7), on peut aisément calculer la composante radiale du champ magnétique B_r :

$$B_r = -\partial_r V_i = \sum_{l=1}^{\infty} \sum_{m=0}^l \left(\frac{a}{r}\right)^{l+2} (g_l^m(t) \cos(m\phi) + (h_l^m(t) \sin(m\phi)) P_l^m(\cos \theta)(l+1)) \quad (1.9)$$

Il est possible, à partir d'un modèle de champ magnétique à la surface du globe, développé en harmonique sphérique, de le projeter à la surface du noyau (Fig. 1.3). Ces modèles de champ à la surface de la Terre et à la surface du noyau montre que le champ magnétique terrestre est essentiellement dipolaire.

Le spectre du champ magnétique, défini comme la valeur moyenne du champ au carré sur une surface donnée (B^2), est également un élément important pour décrire le champ magnétique terrestre. La puissance, ou spectre, $R(l)$ du champ magnétique est défini de la manière suivante :

$$R(l) = \left(\frac{a}{r}\right)^{2l+4} \sum_{m=0}^l ((g_l^m)^2 + (h_l^m)^2) \quad (1.10)$$

Il donne la contribution en terme de puissance de chaque degré d'harmonique sphérique calculé à la surface de la Terre ou à la surface manteau noyau (Fig. 1.4). Le spectre à la surface de la Terre montre que le dipôle est le terme dominant et que plus le degré est faible, plus la contribution à la puissance est faible. D'autre part, jusqu'à un degré $l = 14$, le champ mesuré est d'origine interne. Les plus hauts degrés sont ensuite masqués par le champ rémanent de la croûte terrestre et filtrés par le manteau. Les petites échelles du champ magnétique d'origine interne ne sont donc pas visibles par les enregistrements à la surface du globe mais semblent présenter une importance non négligeable à la surface du noyau compte tenu du spectre à la limite manteau-noyau. Les sources de production du champ magnétique observé à la surface de la Terre sont diverses. La composante principale est le champ magnétique d'origine interne; c'est elle qui nous intéressera. Néanmoins, la croûte et l'ionosphère sont également des sources non négligeables, dont les contributions sont parfois difficiles à déterminer dans le signal enregistré à la surface du globe par les observatoires ou les satellites.

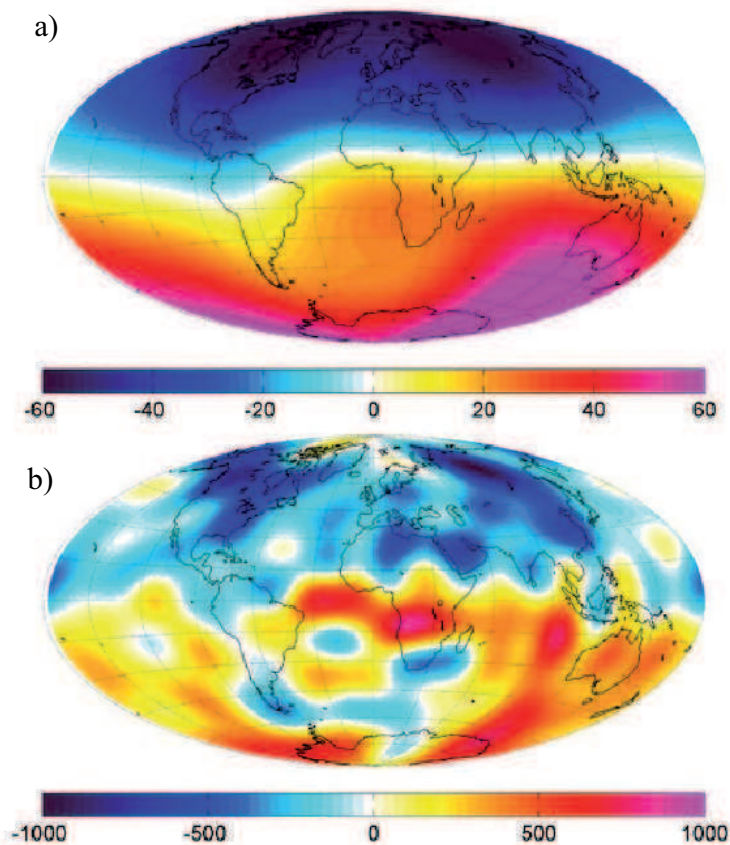


FIGURE 1.3 – Composante radiale du champ magnétique terrestre (en μT) a) à la surface de la Terre b) à la limite noyau-manteau, déterminé à l'aide du modèle CHAOS-2 (Olsen et al., 2009).

Pôle géomagnétique virtuel

En première approximation, et de ce que nous venons de voir, le champ magnétique terrestre est dipolaire. Ceci implique l'existence de deux pôles opposés. A partir de l'équation (1.7), nous pouvons écrire :

$$V = ag_1^0 \left(\frac{a}{r}\right)^2 P_1^0(\cos \theta) = ag_1^0 \left(\frac{a}{r}\right)^2 \cos \theta = \frac{B_0 \cos \theta}{r}, \quad (1.11)$$

où $B_0 = g_1^0 a^3$. Ainsi on peut déterminer la relation entre l'inclinaison du champ magnétique et la latitude magnétique λ_m (ou colatitude magnétique θ_m) d'un site :

$$\tan I = 2 \cot \theta_m = 2 \tan \lambda_m \quad (1.12)$$

Il en va de même pour l'intensité :

$$F = \frac{B_0}{r^3} (1 + 3 \cos^2 \theta_m)^{\frac{1}{2}} \quad (1.13)$$

Le dipôle moyen du champ magnétique terrestre n'est pas aligné avec l'axe de rotation de la Terre. En effet, la somme des trois premiers termes g_1^0 (dipôle axial), g_1^1 et h_1^1 (plan

1.2.1 Description du champ magnétique terrestre

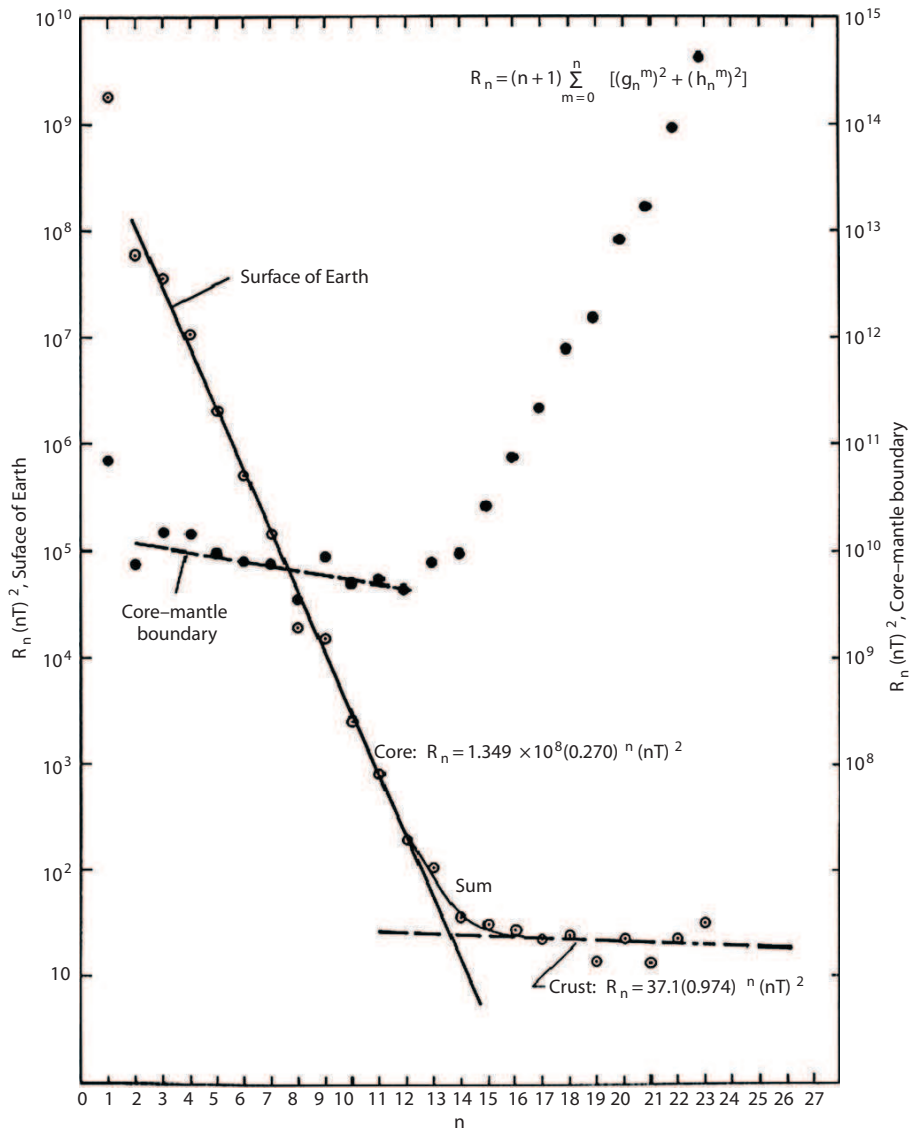


FIGURE 1.4 – Spectre de Mauersberger-Lowes du champ magnétique à la surface de la Terre et à la limite manteau-noyau en fonction du degré d'harmonique sphérique l (Kono, 2007).

équatorial respectivement Méridien de Greenwich et 90° Est) correspond à un dipôle géocentrique actuellement incliné de 11° par rapport à l'axe de rotation de la Terre (Fig. 1.5).

Les points correspondant à l'intersection entre le dipôle et la surface de la Terre sont appelés pôles géomagnétiques. Les contributions non dipolaires et les champs d'origine externe expliquent que les pôles géomagnétiques et les pôles magnétiques (pôles mesurés) ne soient pas confondus. Le paléomagnétisme est une discipline qui vise à étudier le mouvement des pôles géomagnétiques à la surface du globe au cours du temps. Ainsi, à partir d'une observation locale (X,Y,Z,I,D), il est possible de déterminer les caractéristiques du champ magnétique à un instant t : position des pôles géomagnétiques et intensité du dipôle. En effet, à partir de la mesure de la direction et de l'inclinaison de l'aimantation

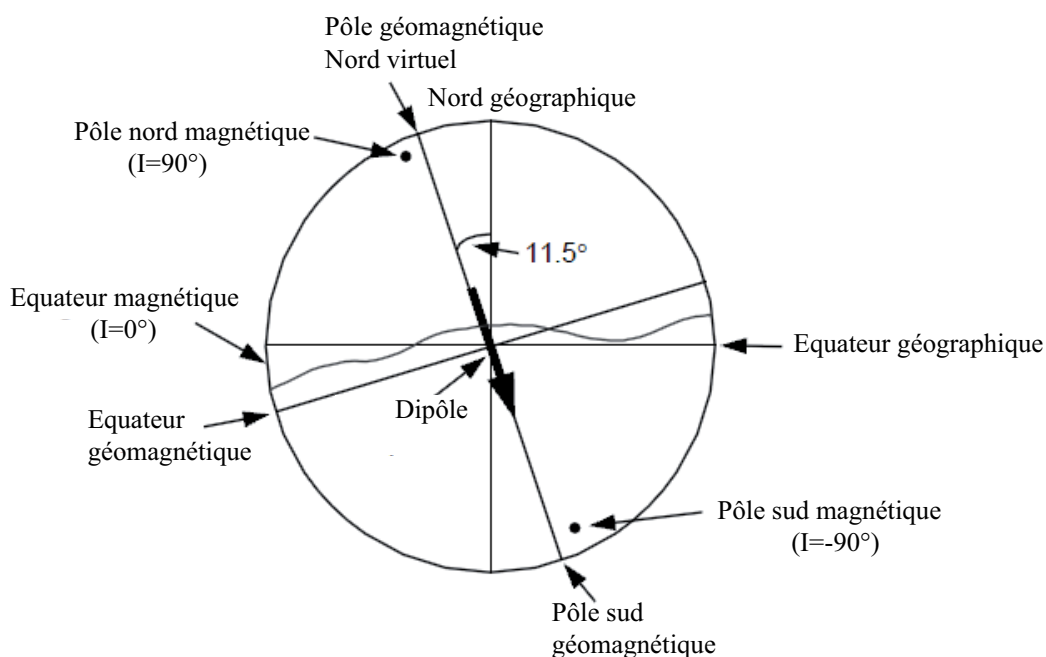


FIGURE 1.5 – *Modèle du dipôle géocentrique incliné. Le dipôle géocentrique incliné représentant au mieux le champ actuel est schématisé en coupe transversale de la Terre. La distinction entre pôle géomagnétique et pôle magnétique est illustré ainsi que la différence entre équateur magnétique et équateur géomagnétique.*

d'une roche, on peut calculer la position sur le globe d'un pôle géomagnétique virtuel (PGV), en supposant le champ purement dipolaire, qui expliquerait les mesures obtenues (Fig. 1.6).

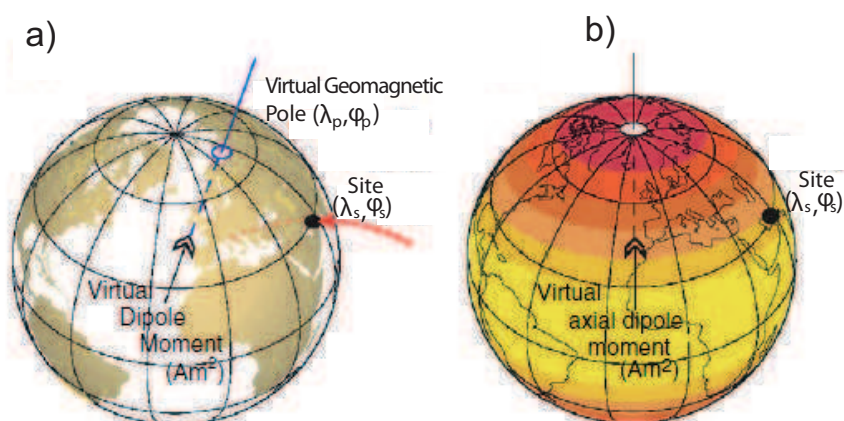


FIGURE 1.6 – (a) *Le moment virtuel magnétique correspond au dipôle géocentrique qui explique le champ magnétique relevé en un site P de latitude λ_s et de longitude ϕ_s . (b) Le moment virtuel axial magnétique correspond au dipôle axial géocentrique qui donne lieu à l'intensité mesurée sur le site P.*

1.2.2 L'origine du champ magnétique terrestre

Moment dipolaire virtuel

Comme nous l'avons vu auparavant, l'intensité du champ magnétique terrestre varie dans l'espace en fonction de la latitude et de la longitude, tout comme l'inclinaison et la déclinaison. Ainsi il est pratique d'exprimer la valeur de l'intensité en terme de moment magnétique dipolaire m afin de s'affranchir de cette dépendance géographique. Ce moment est calculé à partir des coefficients de Gauss de degré 1 (g_1^0, g_1^1, h_1^1) de la manière suivante :

$$m = \frac{4\pi r^3}{\mu_0} \sqrt{(g_1^0)^2 + (g_1^1)^2 + (h_1^1)^2}. \quad (1.14)$$

Néanmoins, lorsque les données ne sont pas suffisantes pour développer un modèle de champ magnétique en harmoniques sphériques (c'est le cas des enregistrements paléo- ou archéomagnétiques), le moment dipolaire virtuel (MDV), par analogie aux PGV, est calculé en utilisant les mesures d'intensité du champ magnétique F .

$$MDV = \frac{4\pi r^3}{\mu_0} F(1 + 3 \cos^2 \theta_m)^{\frac{1}{2}}, \quad (1.15)$$

où θ_m est la colatitude magnétique calculée à partir de l'équation 1.12. Le MDV tient compte de l'inclinaison du dipôle magnétique par rapport à l'axe de rotation de la Terre (Fig. 1.6). Parfois, l'inclinaison n'est pas mesurable, et par conséquent il est impossible d'évaluer la colatitude magnétique. De ce fait, la colatitude du site est utilisée dans l'équation (1.15). Ceci permet de calculer un moment de dipôle axial virtuel (VADM), pour lequel l'axe du dipôle et l'axe de rotation de la Terre sont confondus (Fig. 1.6). Néanmoins le calcul du VADM n'est valable que pour des données récentes, non affectés par le mouvement des plaques tectoniques.

1.2.2 L'origine du champ magnétique terrestre

Un champ magnétique provenant de l'intérieur de la Terre

William Gilbert, physicien de la reine Elizabeth I, fait part des premières explications rationnelles pour expliquer le fait que l'aiguille de la boussole s'aligne avec le Nord géographique : la Terre elle-même doit être magnétique et doit s'apparenter à un aimant (Gilbert, 1600). Néanmoins, cette explication ne peut se révéler être exacte car la température avoisinant 6000 K au centre de la graine est bien supérieure au point de Curie du Fer (cf. paragraphe 2.1). De plus, sans un mécanisme d'auto-entretien, le champ magnétique serait dissipé par effet Joule en moins de 100 000 ans.

En 1919, Sir Joseph Larmor propose une théorie basée sur un effet dynamo fluide afin d'expliquer la dynamo solaire. D'une manière générale, il s'agit d'une instabilité qui se développe dans un matériau conducteur lorsque les paramètres du système sont favorables. Un champ magnétique B_n qui, après n étapes d'induction, vient se surimposer

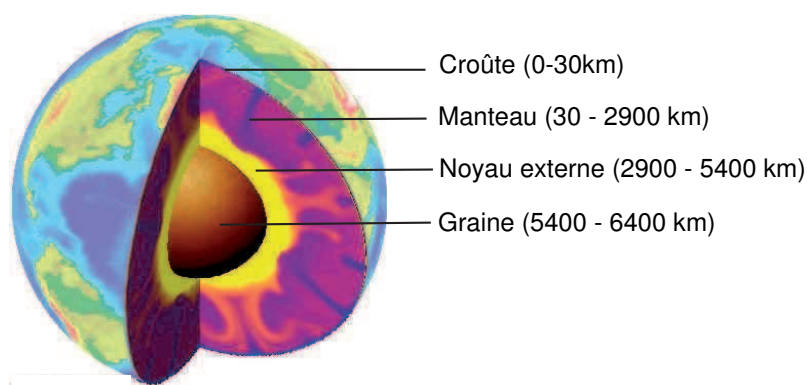


FIGURE 1.7 – Structure interne de la Terre. De la surface vers l'intérieur : la croûte et le manteau silicatés, le noyau externe (alliage fer nickel et éléments légers liquide) et graine (alliage fer nickel solide).

et renforcer le champ magnétique initial B_0 . Parallèlement, la sismologie a permis de faire de grandes avancées sur la structure interne de la Terre au début du XX^{ème} :

- Oldham (1906) a remarqué que les ondes P étaient très lentes dans les profondeurs de la Terre.
- Gutenberg (1913) a mis en évidence un noyau liquide par l'observation d'une zone d'ombre dans la terre profonde entre les distances épacentrales angulaires comprises entre 110 et 140°. De cette observation le rayon du noyau est déterminé.
- Lehmann (1936) a découvert une graine à l'état solide au centre du noyau.

Par ailleurs, Birch (1964) montre expérimentalement que le noyau est majoritairement constitué de Fer et de Nickel, mais qu'il contient aussi des éléments légers en faible proportion (10%), tels que le silicium, le potassium ou encore le soufre. Ceci est confirmé par les études géochimiques notamment se basant sur l'étude des chondrites (e.g. Wood et al. (2006)). Suite à l'ensemble de ces observations, il devient évident que le noyau externe se révèle être un très bon conducteur ainsi que le candidat idéal pour être le siège d'une dynamo fluide homogène. La convection (thermique et solutale engendrée par la chaleur latente et les éléments légers relâchés à l'interface de cristallisation de la graine) et la force de Coriolis sont les processus fondamentaux de la dynamique du noyau externe. Le champ de vitesse \mathbf{u} et le champ magnétique \mathbf{B} sont couplés par une équation :

$$\partial_t B = \nabla \times (u \times B) + \eta \nabla^2 B, \quad (1.16)$$

l'équation d'induction magnétique où $\eta = (\mu_0 \sigma)^{-1}$ est la diffusion magnétique. De cette équation, nous pouvons conclure que les variations temporelles du champ magnétique (terme de gauche) sont dues à deux phénomènes. Le premier correspond à un terme de production de champ magnétique par advection du champ magnétique pré-existant (premier terme de droite). Le second terme correspond à la dissipation du champ magnétique

1.2.3 Variations temporelles du champ magnétique terrestre

(second terme de droite). Notons que cette équation est symétrique : elle est invariante selon le signe de B , la dynamo est donc "aveugle" vis-à-vis de la polarité du champ. La croissance auto-entretenu du champ magnétique n'est pas sans fin dans la mesure où la force de Laplace entre en jeu lorsque le champ atteint une certaine valeur. Celle-ci rétroagit sur l'écoulement, ce qui induit une saturation du champ. La dynamique du champ magnétique est donc directement influencée par la dynamique de l'écoulement au sein du noyau externe, ainsi les variations séculaires sont les conséquences directes de l'écoulement. S'appuyant sur cette équation et celles régissant l'écoulement du noyau liquide, les modèles numériques et expérimentaux tentent de reproduire la dynamo terrestre avec un succès croissant au cours des vingt dernières années. En effet, les progrès spectaculaires des simulations numériques de la convection au sein du noyau (voir Wicht and Tilgner (2010) pour une revue) d'une part, et de la modélisation expérimentale (Stieglitz and Müller, 2001; Gailitis et al., 2001; Bourgoïn et al., 2002) de la géodynamo d'autre part (une de ces expériences ayant même pu reproduire une succession de renversements de polarité, Bourgoïn et al. (2002)) permettent une meilleure compréhension des renversements du champ magnétique. Bien qu'aucun de ces modèles ne représentent fidèlement la dynamo terrestre, ils ouvrent de nouvelles perspectives, auxquelles l'apport de nouvelles données est indispensable. En effet, pour modéliser au mieux ce phénomène, il est important de bien l'observer.

1.2.3 Variations temporelles du champ magnétique terrestre

La dynamique du champ magnétique s'inscrit au sein d'une imbrication de différentes échelles de temps allant de la journée à plusieurs dizaines de millions d'années, présentant de faibles fluctuations jusqu'à s'inverser totalement (Fig. 1.8). Ces variations ont des origines internes pour les processus les plus lents et une origine externe pour les plus rapides, bien que la distinction entre les différentes contributions dans le signal ne soit pas toujours facile à effectuer. Détaillons rapidement quelques caractéristiques essentielles de cette dynamique.

La variation séculaire

L'utilisation des satellites, Magsat (1980), Oersted (1999), Champ et SAC-C (2000) et bientôt SWARM (2012), permet de suivre sensiblement les fluctuations du champ magnétique à courte échelle de temps, de l'ordre de quelques semaines et avec une précision de 1 nT (Olsen et al., 2000; Eymin and Hulot, 2005; Olsen et al., 2006, 2009) depuis environ une trentaine d'années. Les données récoltées au niveau des observatoires depuis 1832 offrent un bon complément aux données satellitaires et permettent de réaliser des modèles à l'échelle du siècle (Lesur et al., 2008, 2010). Les données historiques obtenues lors des expéditions permettent d'avoir des mesures plus ou moins continues à partir du

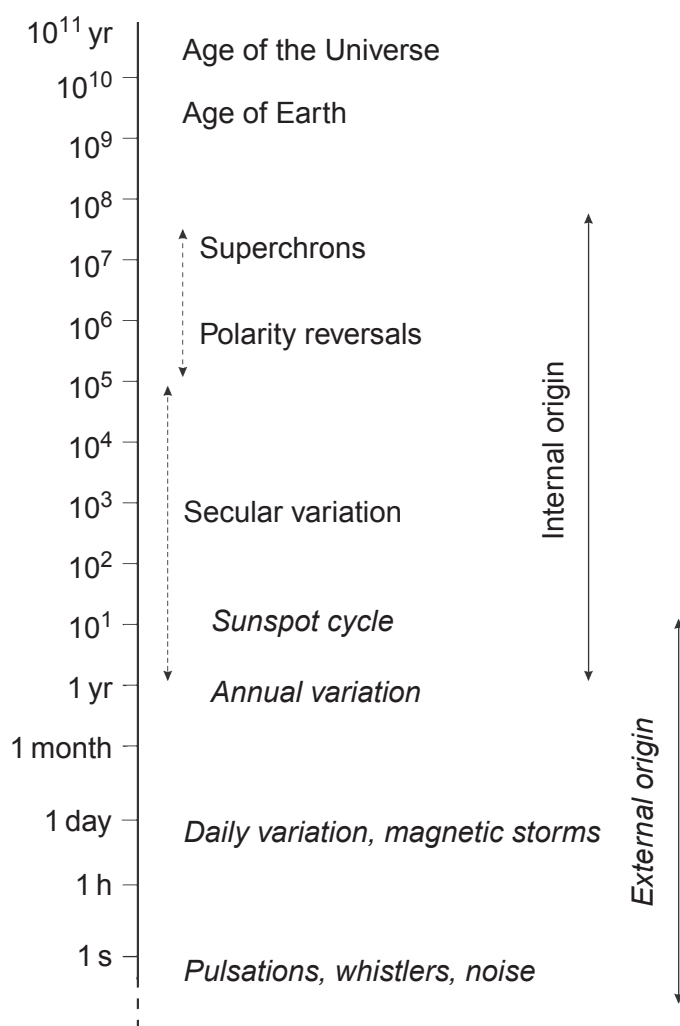


FIGURE 1.8 – Variations temporelles du champ magnétique terrestre sur une échelle allant de la seconde à l'âge de l'univers. Les origines externes ou internes sont précisées, d'après Turner et al. (2007).

XVII^{ème} siècle pour la déclinaison et du XVIII^{ème} siècle pour l'inclinaison. Ceci permet de réaliser des modèles de champ sur l'échelle de plusieurs siècles (Jackson et al., 2000). L'apport des données archéomagnétiques et paléomagnétiques, grâce à l'enregistrement du champ magnétique par certains minéraux, sont des contraintes majeures pour essayer de reconstituer au mieux la dynamique du champ sur une échelle de temps de plusieurs milliers à plusieurs millions d'années. Ces observations ont permis de mettre en évidence une variation relativement continue du champ magnétique terrestre, avec des variations de plusieurs degrés en un siècle pour un endroit donné (e.g. Paris, Fig. 1.9).

Néanmoins, il arrive parfois que les variations du champ magnétique terrestre soient brusques, avec une forte accélération en une année ou moins, parfois avec une couverture mondiale. Ces événements sont appelés jerks ou impulsions magnétiques (e.g. Mandea et al. (2010)). Les variations séculaires, à l'échelle régionale ou globale, au cours des derniers millénaires feront l'objet du chapitre 2. Un autre phénomène brutal s'est fré-

1.2.3 Variations temporelles du champ magnétique terrestre

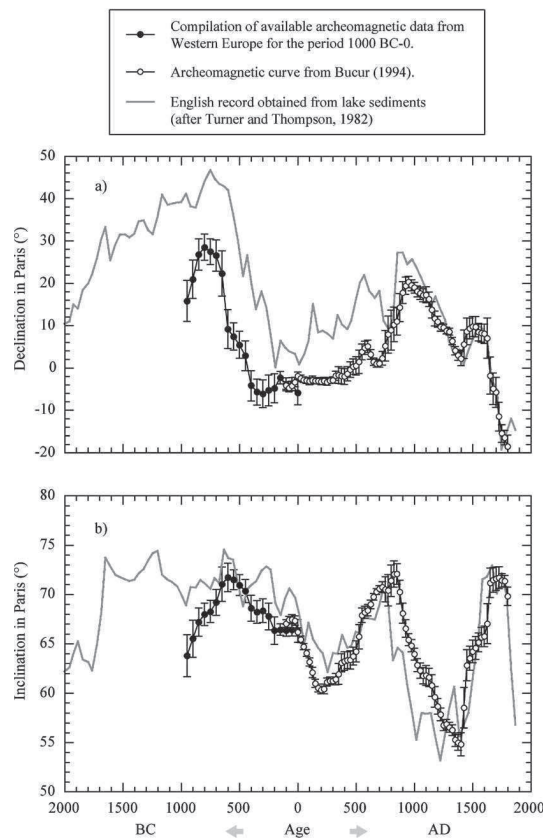


FIGURE 1.9 – Variations temporelles du champ magnétique terrestre à Paris (Gallet et al., 2002).

quemment produit au cours des temps géologiques : le renversement des pôles.

Les inversions de polarité

Le champ magnétique terrestre comme nous l'avons vu, présente des fluctuations temporelles importantes. Mais ce n'est pas tout, un phénomène plus brutal et fascinant encore a été découvert : les inversions. Brunhes (1906) fut le premier à mettre en évidence des roches portant une aimantation dite 'inverse', en opposition à la direction actuelle dite 'normale'. Ceci suggère qu'il existe des périodes de polarité normale ou inverse ce qui montrent que le champ magnétique terrestre a la possibilité de se renverser complètement. En 1954, Keith Runcorn a démontré que le champ magnétique s'est inversé de nombreuses fois au cours de l'histoire de la planète, découverte qui a permis de valider la théorie de la tectonique des plaques. Bonhommet and Babkine (1967) ont montré qu'il existe parfois des variations séculaires extrêmes, les excursions, considérées comme des inversions avortées. Rappelons qu'à un instant donné, le champ magnétique terrestre est dominé par la composante dipolaire à la surface de la Terre ainsi qu'à la surface du noyau. Ceci est valable pendant les chrons, périodes stables durant lesquelles le champ magnétique terrestre est orienté Nord Sud (polarité normale) ou Sud Nord (polarité inverse). La

durée d'un chron sur les derniers 80 Ma varie entre 100 000 ans et 1 000 000 d'années. La valeur moyenne sur les derniers 250 Ma est de 1.6 Ma (en excluant les superchrons) (Fig. 1.10). Il existe des périodes pour lesquelles les chrons sont très longs (superchrons), puisqu'ils peuvent atteindre plusieurs millions d'années, comme durant le Crétacé (Fig. 1.10).

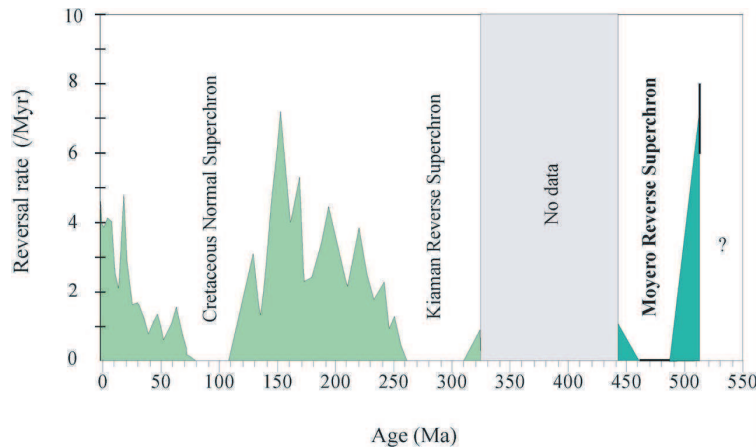


FIGURE 1.10 – Fréquence des inversions du champ magnétique au cours du temps (Ma) (Pavlov and Gallet, 2005)

La fréquence des inversions est totalement aléatoire. Le temps d'une inversion est relativement court, vraisemblablement entre 5000 et 7000 ans en moyenne (Clement, 2004). Meynadier et al. (1994) montrent que les inversions semblent présenter une même caractéristique : dans un premier temps, l'intensité du champ magnétique décroît lentement puis semble augmenter rapidement suite à l'inversion (Fig. 1.11). (Kok and Tauxe, 1996) mettent en doute ces observations en prônant un artefact dû à une aimantation visqueuse rémanente et McFadden and Merrill (1996) remettent en cause les conclusions géodynamiques d'un tel comportement de la géodynamo.

Le troisième chapitre de ce mémoire, est consacré à l'étude du comportement du champ magnétique au cours d'une inversion de polarité, tant en terme de direction que d'intensité. Le processus à l'origine des renversements demeure encore mystérieux, et le développement des études numériques, expérimentales et de terrain sont fondamentales pour avancer dans la compréhension de ce phénomène. Depuis deux mille ans environ, une décroissance d'environ 20% du dipôle est observée. L'importance de la décroissance du dipôle au cours des 150 dernières années n'est pas claire : elle a été interprétée comme le signe d'une inversion imminente (Hulot et al., 2002; Olson and Amit, 2006), pouvant être reliée à l'apparition dans la région de l'Atlantique Sud d'une zone importante de faible intensité de champ à la surface de la Terre qui se manifeste sous forme de zones de flux inverse à la limite noyau-manteau (Gubbins and Bloxham, 1985). D'autres soulignent que la force actuelle de son dipôle et que ses taux de variation sont bien en deçà des

1.2.3 Variations temporelles du champ magnétique terrestre

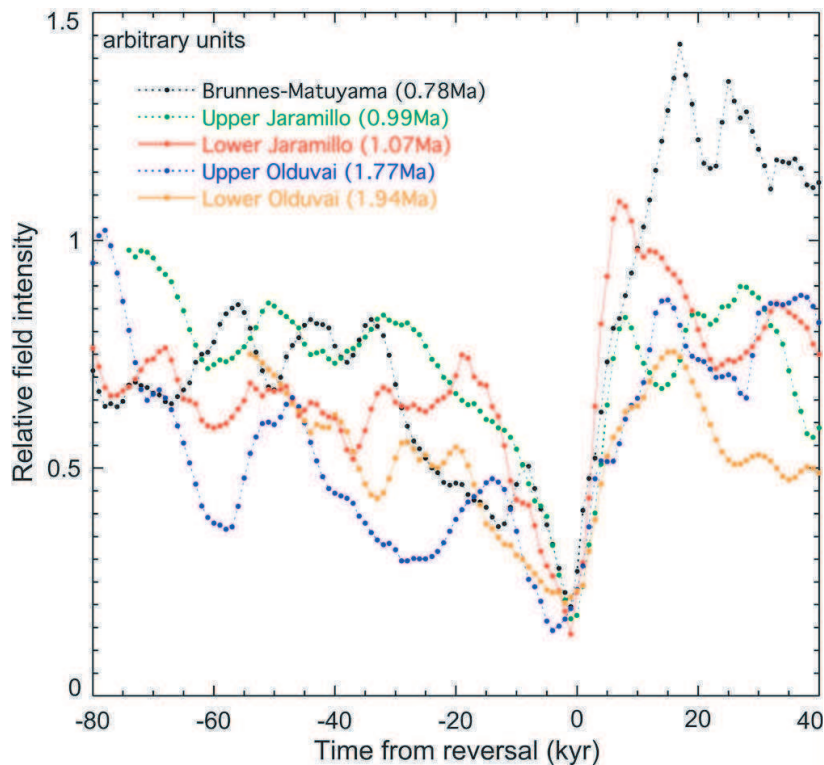


FIGURE 1.11 – Motif en dent de scie décrit par l'intensité du champ magnétique mesurée au cours de trois renversements en fonction du temps ($t=0$ pour le renversement), d'après Valet et al. (2005).

limites statistiques au cours des quelques derniers millénaires, et que la longueur de l'intervalle de polarité n'est pas encore statistiquement anormale, ce qui rend prématuré de parler d'un renversement imminent (Constable and Korte, 2006). Étant donné le comportement chaotique du champ magnétique, et ce malgré les importants progrès réalisés en modélisation numérique, il est vraisemblablement très peu probable que la prochaine inversion puisse être prédite (Hulot et al., 2010).

Ces quelques lignes montrent à quel point l'effet dynamo est un processus compliqué à appréhender, et que le comportement du champ magnétique terrestre est difficile à décrypter. Les observations directes permettent d'avoir une bonne vision de l'évolution du champ sur quatre siècles. Certains minéraux, les minéraux magnétiques, constituants des roches et matériaux archéologiques, enregistrent le signal magnétique du champ lors de la formation de la roche ou de la cuisson de la poterie. Quels sont les processus à l'origine de l'aimantation de ces minéraux ? Cette aimantation est-elle stable au cours du temps ? La prochaine partie amènera quelques éléments de réponses à ces questions.

1.3 Les minéraux : mémoire du champ magnétique passé

Le magnétisme des roches trouve son origine dans les propriétés qu'ont les minéraux à réagir en présence d'un champ magnétique. Les propriétés magnétiques des roches sont très sensibles à la concentration et à la taille des minéraux ainsi qu'à leur composition chimique. Puisque les informations portant sur la géodynamo sont issues de l'analyse des roches, il est fondamental de comprendre le comportement et les propriétés magnétiques des minéraux.

1.3.1 Propriétés magnétiques des solides

Quelques rappels sur la physique de l'atome

Les propriétés magnétiques des minéraux découlent directement des propriétés quantiques des électrons. Leur état quantique de spin (caractéristique quantique intrinsèque à chaque particule, égale à $+1/2$ ou $-1/2$ pour l'électron) et le mouvement de leur orbitale sont responsables du magnétisme des atomes. Les électrons s'associent par paire au sein d'une même orbitale uniquement si leur état de spin est différent comme le stipule le principe d'exclusion de Pauli. Ainsi, chaque atome peut être assimilé à un petit aimant porteur d'un moment magnétique résultant de la combinaison des spins des électrons. La combinaison à l'échelle macroscopique des moments magnétiques des atomes confère aux minéraux différentes propriétés magnétiques que je vais à présent détailler.

Moment magnétique et aimantation

Le moment magnétique \mathbf{m} est une grandeur vectorielle qui permet de caractériser l'intensité d'une source magnétique permanente ou spontanée. Il s'exprime en Am^2 . L'aimantation \mathbf{J} (ou intensité d'aimantation) quant à elle correspond à \mathbf{m}/V , où V représente le volume de l'échantillon. L'aimantation permet de comparer des échantillons de volumes différents, elle est exprimée en Am^{-1} . L'aimantation d'une roche sédimentaire est de l'ordre de 10^{-3} A/m alors que celle d'un basalte est de l'ordre de 1 A/m. Le tableau 1.1 récapitule les unités couramment utilisées en magnétisme des roches.

La susceptibilité magnétique

Les particules chargées constituant les atomes (électrons et protons) sont sensibles à l'application d'un champ magnétique extérieur \mathbf{H} et il en résulte un moment magnétique induit \mathbf{m}_{ind} . La relation entre cette aimantation induite et le champ magnétique \mathbf{H} appliqué est donnée par l'équation (1.17).

$$\mathbf{m}_{\text{ind}} = \chi_0 \mathbf{H} \quad (1.17)$$

Le facteur de proportionnalité χ_0 est la susceptibilité magnétique du matériau (sans unité ou par unité de volume ou de masse). Dans un cas simple elle peut être considérée

1.3.1 Propriétés magnétiques des solides

TABLE 1.1 – Définition et unité des différentes quantités magnétiques.

Quantité	Unité SI	Unités CGS
Moment magnétique \mathbf{m}	Am^2	$\text{emu}=1.10^{-3} \text{ Am}^2$
Aimantation \mathbf{J} (moment magnétique/volume)	A/m	$\text{emu/cm}^3=1.10^3 \text{ A/m}$
Champ magnétique \mathbf{H}	A/m	$1 \text{ oersted (Oe)} = 10^{-4} \text{ A/m}$
Induction magnétique \mathbf{B}	Tesla (T)	$1 \text{ gauss (G)} = 10^{-4} \text{ T}$
Susceptibilité magnétique massique	m^3/kg	cm^{-3}/g
Susceptibilité magnétique volumique	Sans dimension	Sans dimension

comme un scalaire mais le plus souvent la susceptibilité magnétique est fonction de la direction. On parle dans ce cas d'anisotropie de susceptibilité magnétique (ou ASM) et elle se présente alors comme un tenseur du second ordre (Hrouda (1982), cf. Annexe B pour plus de précisions).

Les minéraux à champ magnétique induit

Certains minéraux ne présentent un moment magnétique propre uniquement lorsqu'un champ magnétique extérieur est appliqué, c'est le cas des minéraux diamagnétiques et paramagnétiques.

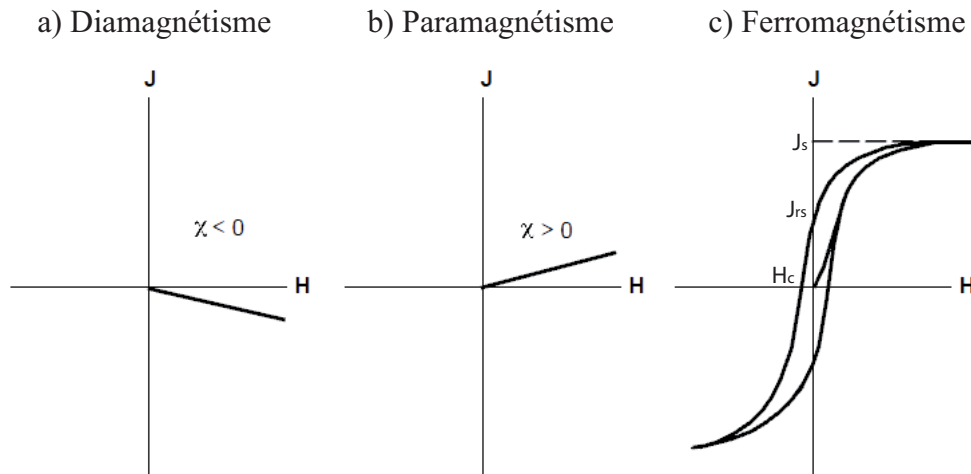


FIGURE 1.12 – L'aimantation J , en fonction du champ magnétique appliqué \mathbf{H} . a) Pour un matériau diamagnétique, la susceptibilité magnétique χ est une constante négative très faible. b) Pour un matériau paramagnétique la susceptibilité magnétique χ est une constante positive très petite. c) Pour un matériau ferromagnétique l'aimantation présente un cycle d'hystérésis (elle est non réversible). J_s est l'aimantation à saturation, J_{rs} l'aimantation rémanente et H_c le champ coercitif du matériau.

Les minéraux diamagnétiques En présence d'un champ magnétique \mathbf{H} , les minéraux diamagnétiques présentent une aimantation spontanée \mathbf{J} inversement proportionnelle à \mathbf{H} (Fig. 1.12, a). C'est le cas par exemple du quartz ou de la calcite.

Les minéraux paramagnétiques Contrairement aux minéraux diamagnétiques, les minéraux paramagnétiques présentent une réponse proportionnelle au champ \mathbf{H} appliqué (Fig. 1.12, b), dans laquelle les spins des électrons jouent un rôle majeur. En effet, chaque spin d'électron non apparié constitue un moment dipolaire magnétique. C'est le cas pour les éléments de transition essentiellement. En absence de champ magnétique extérieur, les moments magnétiques des spins sont orientés aléatoirement. Le moment global est donc nul. En revanche, l'application d'un champ magnétique externe tend à aligner les spins et de ce fait à former un moment magnétique conséquent, parallèle au champ externe. Il en résulte un champ magnétique induit proportionnel au champ magnétique appliqué (le coefficient de proportionnalité est la susceptibilité magnétique χ). La plupart des minéraux ferromagnésiens (olivine, pyroxènes, amphiboles...) possèdent cette propriété.

Les minéraux ferromagnétiques

Aux minéraux para- et diamagnétiques s'opposent les minéraux dits ferromagnétiques (*largo sensu*), qui possèdent un champ magnétique propre même en l'absence d'un champ extérieur. Les matériaux ferromagnétiques possèdent des atomes avec des moments magnétiques, mais contrairement au cas des matériaux paramagnétiques, ces moments interagissent fortement entre eux. De ce fait, il existe un champ magnétique interne fort engendré par l'ensemble des moments, qui correspond au champ moléculaire introduit par Pierre Weiss en 1907. Il est possible d'observer la réponse d'un échantillon en fonction du champ magnétique appliqué en mesurant son aimantation J (Fig. 1.12, c)). L'aimantation n'augmente cette fois non pas de manière linéaire (sauf pour des champs d'intensité relativement faible) mais forme un cycle d'hystérésis, ce qui signifie que le processus est irréversible. Lorsque que le champ appliqué H augmente, l'aimantation atteint un maximum appelé aimantation à saturation J_s . Lorsque le champ diminue jusqu'à devenir nul, le moment magnétique résiduel mesuré est appelé aimantation rémanente. Le champ appliqué permettant de retrouver une aimantation moyenne nulle est appelé champ coercitif (H_c).

Le ferromagnétisme (*stricto sensu*) est caractérisé par des spins parfaitement parallèles les uns aux autres, ce qui se produit dans le fer pur par exemple (Fig. 1.13, a). Il existe une température critique au-delà de laquelle ces minéraux perdent leur propriétés ferromagnétiques pour devenir paramagnétique, c'est la température de Curie.

1.3.1 Propriétés magnétiques des solides

Dans certains matériaux, les atomes magnétiques se répartissent en deux sous-réseaux : les moments magnétiques des atomes de l'un des sous-réseaux s'orientent suivant une certaine direction, tandis que les moments de l'autre sous-réseaux s'orientent dans la direction opposée. Quand les spins sont parfaitement antiparallèles (antiferromagnétisme), il n'en résulte aucun moment magnétique, c'est le cas par exemple de l'ilménite (Fig. 1.13, b). Comme les deux sous-réseaux diffèrent par le nombre des atomes ou la grandeur de leurs moments atomiques, les aimantations résultantes des sous-réseaux sont différentes. Macroscopiquement, on observe une aimantation spontanée égale à leur différence (Fig. 1.13, e). Ces matériaux sont dits ferrimagnétiques, et la magnétite en est un bon exemple. Il arrive que certains minéraux antiferromagnétiques ne possèdent pas un alignement parfait des spins antiparallèles ou possèdent un défaut cristallin, auxquels cas il en résulte un moment magnétique résiduel (Fig. 1.13, c et d). C'est le cas de l'hématite par exemple. De même que pour les minéraux ferromagnétiques, il existe une température critique pour laquelle ces minéraux perdent leur propriétés ferromagnétiques qui est dans ce cas appelée température de Néel.

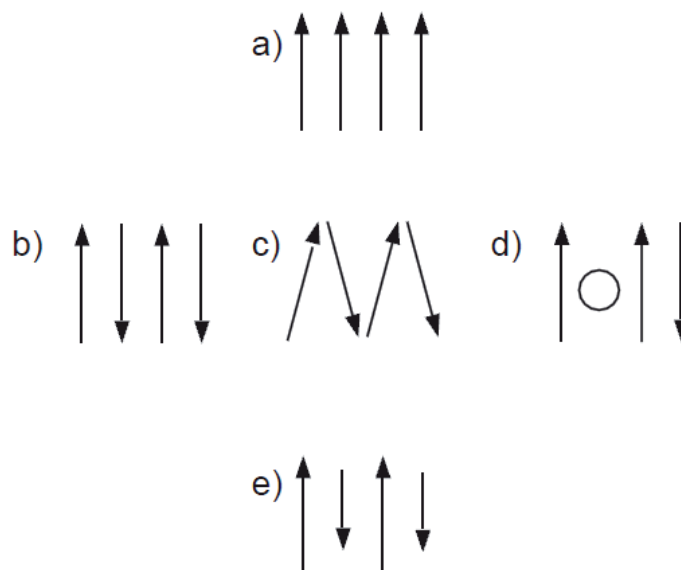


FIGURE 1.13 – Différents types d'alignement des spins dans les minéraux ferromagnétiques. a) Ferromagnétisme stricto sensu. b) Antiferromagnétisme. c) Spin-canted antiferromagnétisme. d) Défaut de spins dans l'antiferromagnétisme. e) Ferrimagnétisme.

Il existe beaucoup de matériaux ferromagnétiques, mais seuls quelques minéraux sont souvent retrouvés comme porteur de l'aimantation dans les roches, les sédiments ou les terres cuites. Intéressons nous maintenant aux propriétés de ces minéraux.

1.3.2 Structure et composition des principaux minéraux ferromagnétiques

Les oxydes de fer et de titane

Les minéraux magnétiques les plus abondants sont les oxydes de fer et de titane et peuvent en première approximation être représentés dans le diagramme $FeO - Fe_2O_3 - TiO_2$ (Fig. 1.14). En réalité le fer et le titane ne sont pas les seuls métaux présents dans ces minéraux, mais en sont les éléments majeurs. Trois solutions solides sont identifiées (c'est à dire qu'il existe un continuum de composition chimique entre deux pôles) : magnétite-ulvöspinel (la série des titanomagnétites), hématite-ilménite (la série des titanohématites) et pseudobrookite-ferropseudobrookite.

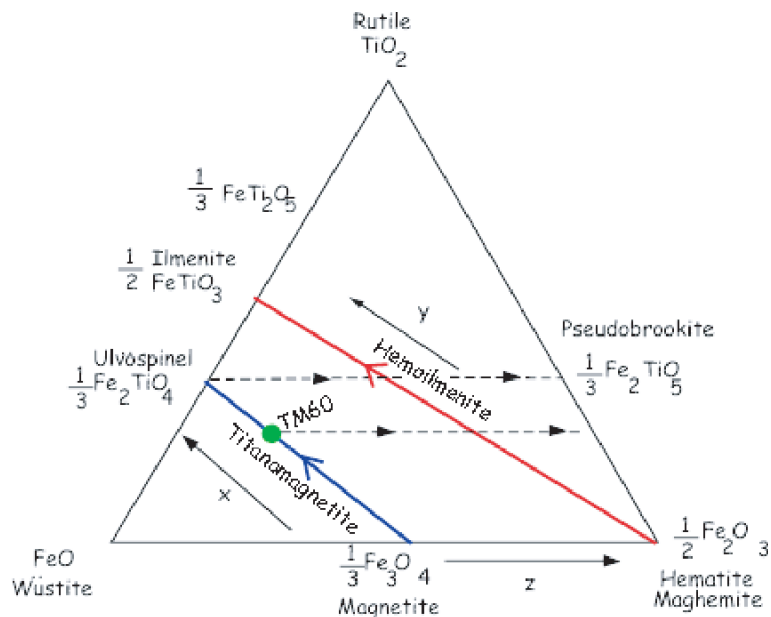


FIGURE 1.14 – Diagramme ternaire $FeO - Fe_2O_3 - TiO_2$. Le point $TM60$ représente la composition moyenne d'une titanomagnétite. Les flèches en pointillées montrent les chemins d'oxydation. Les lignes en trait plein marquent les solutions solides (Modifié depuis O'Reilly (1984)).

Les titanomagnétites ($Fe_{(3-x)}Ti_xO_4$) : La série de la magnétite-ulvöspinel est très importante puisque la plupart des minéraux magnétiques des roches lui appartiennent. Les principaux minéraux cristallisant dans les roches basaltiques sont les titanomagnétites dont le point $TM60$ représente la composition moyenne (Fig. 1.14). Dans la magnétite, Fe_3O_4 ($x=0$), les atomes d'oxygène forment un réseau cubique face-centrée dans lequel les cations remplissent des sites octaédriques ou tétraédriques. Pour chaque maille élémentaire, il y a quatre sites tétraédriques (A) et huit sites octaédriques (B).

Les ions divalents occupent uniquement les sites octaédriques alors que les ions trivalents sont partagés entre les deux sites. La substitution des ions trivalents par Ti^{4+} entraîne de profondes modifications des propriétés magnétiques. Afin de maintenir l'équi-

1.3.2 Structure et composition des principaux minéraux ferromagnétiques

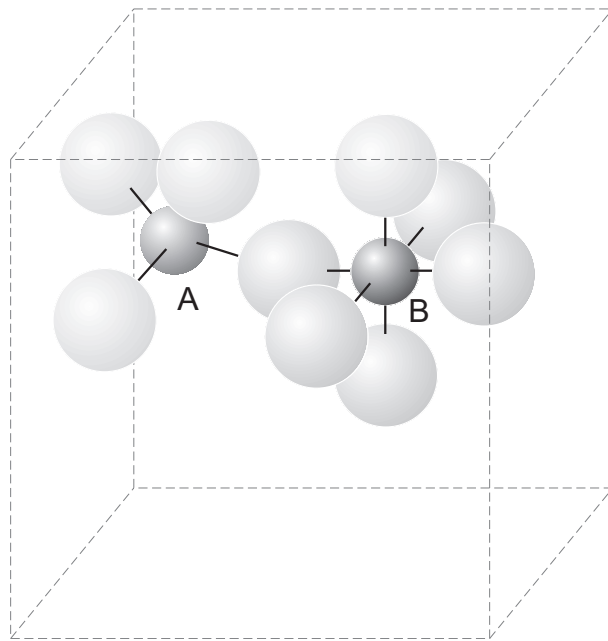


FIGURE 1.15 – *Coordinnence des cations Fe avec les anions O²⁻ dans la magnétite. Les cations des sites A sont en coordinnence tétraédrique et les cations B en coordinnence octaédrique avec les anions. Les dimension de la maille élémentaire de la structure spinelle est définie par les lignes pointillées Butler (1992).*

libre des charges, un ion trivalent est converti en ion divalent. L'énergie magnétocristalline de la magnétite est très dépendante de la température. A 100 K, on note une forte diminution de l'aimantation et une augmentation de la susceptibilité magnétique. Cette transition est appelée transition de Verwey. Ti⁴⁺ ne possède pas d'électron non apparié, ceci entraîne une diminution de l'aimantation à saturation ainsi qu'une diminution de la température de Curie avec x (Fig. 1.16). La température de Curie et l'aimantation à saturation diminuent lorsque la proportion de titane augmente dans le réseau cristallin. L'étude de ces paramètres permet donc de déterminer la composition moyenne des titano-magnétites pour un échantillon donné.

La série Hématite-Ilménite ($Fe_{(2-y)}Ti_yO_3$) : L'hématite (Fe_2O_3) est trouvée principalement dans les sédiments oxydés ou les poteries. L'hématite est antiferromagnétique avec une faible résultante ferromagnétique par "spin canted" ou par présence de défauts. La température pour laquelle disparaît l'aimantation (la température de Néel) est de 685°C. A -10°C, se produit la transition de Morin, identifiable par un saut de la susceptibilité magnétique. D'autre part ce minéral possède un champ coercitif et une aimantation à saturation très élevés. L'autre pôle de la séquence est l'ilménite possède une température de Néel de -233°C ; ce minéral est donc paramagnétique à température ambiante.

Durant l'histoire géologique de la roche, généralement, la composition des phases migrent vers la droite le long des traits en pointillés, l'hématite étant le stade ultime de

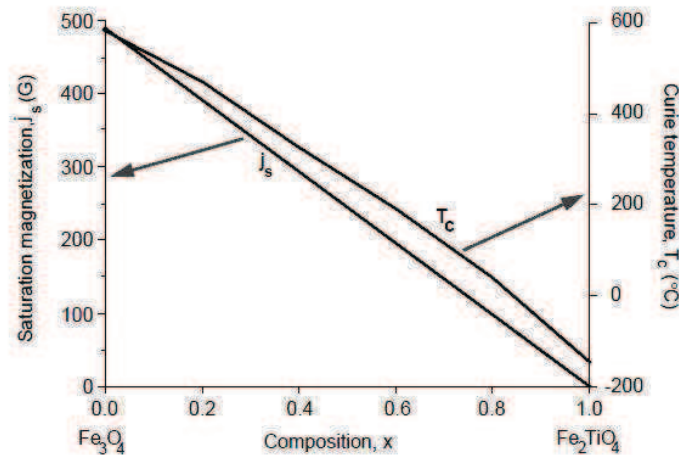


FIGURE 1.16 – Aimantation à saturation (J_s) et température de Curie (T_c) en fonction de la composition en titane (x). Butler (1992).

TABLE 1.2 – Propriétés magnétiques de quelques minéraux communs : structure magnétique, température de Curie/Néel (T_C), aimantation à saturation (J_s) et coercivité maximale (H_c), d'après Hunt et al. (1995).

Minéral	Composition chimique	Structure magnétique	T_C (C°)	J_s (A.m ² /kg)	H_c (T)
Oxydes					
Hématite	$\alpha - Fe_2O_3$	Antiferromagnétique	675	0.4	1.5-5
Maghémite	$\gamma - Fe_2O_3$	Ferrimagnétique	600	70-80	0.3
Ilménite	$FeTiO_3$	Antiferromagnétique	-233	0	-
Magnétite	Fe_2O_3	Ferrimagnétique	575-585	90-92	0.3
Sulfures					
Greigite	Fe_3S_4	Ferrimagnétique	?	50	?
Pyrrhotite	Fe_7S_8	Ferrimagnétique	320	20	0.5-1
Oxy-hydroxydes					
Goethite	$\alpha - FeOOH$	Antiferromagnétique	120	<1	>5
Métaux					
Fer	Fe	Ferromagnétique	720	218	< 10 ⁻⁴

l'oxydation (Fig. 1.14). Classiquement, les titanomagnétites peuvent subir des oxydations à relativement hautes températures durant le refroidissement de la lave, entraînant la formation d'exsolution de baguettes d'ilménite et d'une magnétite résiduelle par conséquent enrichie en fer, la magnétite portant un treillis d'ilménite (Haggerty (1976), Fig. 1.17). Ce processus est fondamental dans les roches volcaniques, car à l'usage on remarque que les mesures de paléointensités de très bonne qualité technique sont effectuées sur des échantillons présentant de telles structures.

Quant à elle, l'ilménite peut également être oxydée en pseudobrockite. Les oxydations à basse température (ou maghématisation) des titanomagnétites produisent de la titanomaghémite (Haggerty, 1976). Les ions Fe^{2+} de la titanomagnétite migrent dans le réseau cristallin jusqu'à la surface où ils sont oxydés en Fe^{3+} . Ceci conduit à une diminution de volume qui se traduit par un craquèlement de la surface des minéraux

1.3.2 Structure et composition des principaux minéraux ferromagnétiques

(Fig. 1.17).

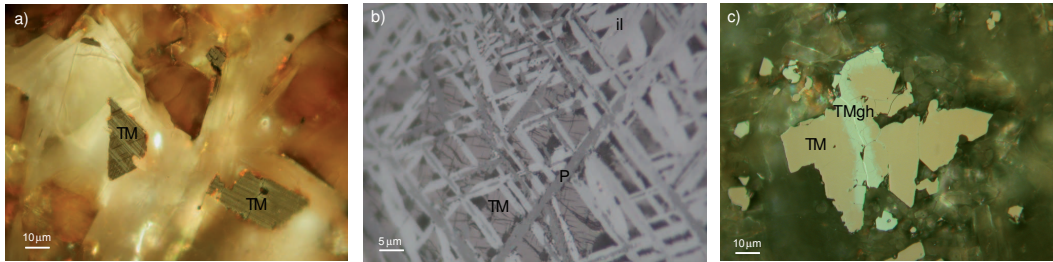


FIGURE 1.17 – Photos en microscopie optique en réflexion d'exsolution d'ilménite a) Grossissement $x500$, b) Grossissement $x1000$ avec les nicols légèrement croisés. c) Maghémite. TM= Titanomagnétite, il= ilménite, P=pseudobrookite, Tmgh= Titanomaghémite.

Oxy-Hydroxydes de fer

Ce sont des minéraux communs des roches sédimentaires et des roches magmatiques ou métamorphiques altérées. Le plus fréquent est la goethite (αFeOOH), forme stable d'oxyde de fer dans les sols des régions humides, mais peut être aussi présente dans les calcaires suite à l'altération des pyrites (FeS_2), des magnétites ou des carbonates de fer, ou à l'hydratation de l'hématite. C'est un minéral orthorhombique et antiferromagnétique, il possède néanmoins naturellement un faible ferromagnétisme. Compte tenu de ses origines, sa rémanence sera d'origine chimique. La goethite est caractérisée par une température de Curie d'environ $120\text{ }^\circ\text{C}$ qui peut baisser considérablement si le minéral contient des impuretés, par une aimantation à saturation plus faible que celle de l'hématite, et par une forte coercivité comparable à celle de l'hématite. La déshydratation de la goethite entraîne la formation d'hématite. Cette déshydratation est un mécanisme important dans la formation des sédiments rouges où chaque minéral de goethite donne naissance à plusieurs micro-cristaux d'hématite. L'hématite formée à partir de la goethite est donc de très petite taille, en général superparamagnétique et ne porte pas de rémanence (Dunlop and Özdemir, 1997).

Les sulfures

Les sulfures ont une composition chimique générale $\text{FeS}_{(1+x)}$, où x est compris entre 0 et 1, les 2 pôles étant la pyrite (FeS_2) et la troilite (FeS), minéral rencontré uniquement dans les météorites. La pyrite ne porte aucun ferromagnétisme, elle est faiblement paramagnétique. Les sulfures de fer ferromagnétiques les plus communs rencontrés dans tous les types de roches sont la pyrrhotite et la greigite.

La pyrrhotite correspond en réalité un ensemble de minéraux décrits par la formule générale $\text{FeS}_{(1+x)}$ avec $0,10 \leq x \leq 0,14$. La pyrrhotite monoclinique Fe_7S_8 a une température de Curie de $320\text{ }^\circ\text{C}$ (cf. Tab. 1.2). La pyrrhotite est instable aux hautes températures.

Durant la désaimantation thermique des roches, elle se transforme au dessus de 500 °C généralement en magnétite et à plus haute température en hématite, soit directement soit par oxydation de la magnétite (Dekkers, 1990). Si le champ ambiant lors de la chauffe n'est pas totalement nul, une aimantation chimique peut en résulter. Sa susceptibilité est forte, supérieure à celle de l'hématite.

La greigite (Fe_3S_4) est un minéral courant dans les roches sédimentaires formées en milieu anoxique. Elle peut également être minéralisée par certaines bactéries (Fassbinder and Stanjek, 1994). Elle a la même structure cubique que la magnétite, est également ferrimagnétique, mais son aimantation à saturation est plus faible.

1.3.3 Origine de l'aimantation rémanente

Nous avons pu voir que les minéraux ferromagnétiques sont susceptibles d'enregistrer une aimantation. Le processus physique d'acquisition de cette aimantation est présenté ici. C'est ce processus qui permet de comprendre pourquoi nous faisons du paléomagnétisme et non de la "paléomagie". En effet, le paléomagnétisme et l'archéomagnétisme sont des disciplines qui s'appuient directement sur l'analyse de l'aimantation enregistrée par ces minéraux. Comment l'aimantation est-elle fixée dans la direction du champ ambiant ? Cette aimantation est-elle stable au cours du temps ?

L'énergie d'échange

L'aimantation rémanente provient d'une interaction forte entre deux spins voisins qui a lieu dans certains minéraux. Cette interaction, appelée aussi énergie d'échange E_e , est exprimée sous la forme :

$$E_e = -2J_e S_i S_j \quad (1.18)$$

où J_e est l'intégrale d'échange (dépendant de la structure cristalline) et S_i et S_j les spins des électrons. Ainsi selon le minéral considéré, l'énergie d'échange est maximale ou minimale selon que les spins sont antiparallèles ou parallèles. Lorsque la température augmente, le cristal se dilate et l'énergie d'échange devient plus faible. A partir d'une température caractéristique, la température de Curie (T_c), l'énergie d'échange devient trop basse et le matériau devient paramagnétique. Si la température est suffisamment haute ($T > T_c$), en présence d'un champ magnétique externe, les moments vont s'aligner avec le champ tout en conservant leur interaction mutuelle. Lors du refroidissement tous les moments sont alignés dans la direction du champ et lorsque la température devient inférieure à la température de Curie, l'énergie d'interaction entre les moments devient suffisamment grande pour bloquer l'aimantation dans cette direction.

1.3.3 Origine de l'aimantation rémanente

Les domaines magnétiques

Nous avons vu que certains minéraux peuvent acquérir une aimantation rémanente. Néanmoins, des minéraux fortement aimantés présentent une énergie qui devient rapidement conséquente. Le premier concept à introduire est celui de domaine magnétique. Les charges magnétiques sont distribuées à la surface de la particule. Pour une particule sphérique, un hémisphère a une charge positive et l'autre a une charge négative (Fig. 1.18,a). Une énergie est "stockée" dans cette distribution de charges en raison de la répulsion entre les charges adjacentes : c'est l'énergie magnétostatique. De telles particules sont appelées monodomaine.

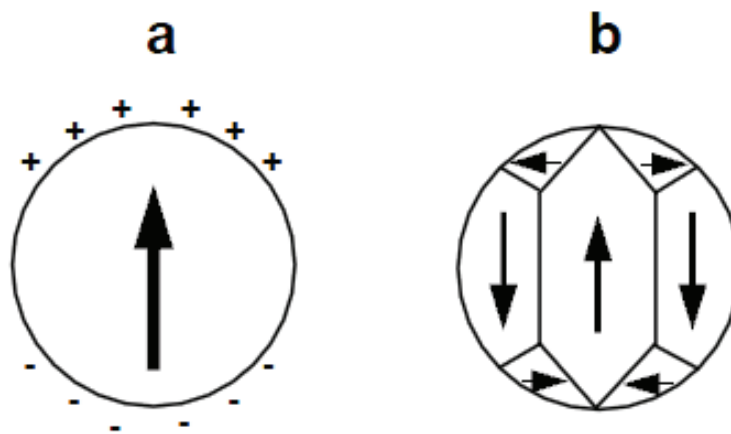


FIGURE 1.18 – a) Grain ferromagnétique aimanté uniformément. La direction de l'aimantation est indiquée par la flèche; à la surface les charges magnétiques sont indiquées par + et -. b) Matériau ferromagnétique subdivisé en domaines magnétiques. Les flèches indiquent l'aimantation de chaque domaine; les plans séparant chaque domaine sont appelés parois magnétiques.

La formation de domaines magnétiques (Fig. 1.18 b) diminue l'énergie magnétostatique parce que la surface couverte par les charges magnétiques est réduite et les charges de signe opposé sont contiguës plutôt que séparés. Chaque domaine a sa propre aimantation J_s , mais le grain entier possède une aimantation moyenne $J \ll J_s$.

C'est Pierre Weiss qui, au début du XX^{ème} siècle, fit la première hypothèse quant à l'existence de tels domaines. Il stipula l'existence d'un champ moléculaire et l'existence de domaines sans pouvoir en expliquer l'origine. Par la suite, Heisenberg permit d'expliquer le champ moléculaire en terme d'énergie d'échange (1926), puis Landau et Lifshitz (1935) démontrèrent l'origine des domaines magnétiques (Fig. 1.19).

Les domaines correspondent à des zones d'aimantation uniforme, séparés les uns des autres par des zones de changement d'orientation des spins, les parois magnétiques. La forme et le nombre des domaines dépendent à la fois de la taille du minéral et de sa forme. L'aimantation à saturation influe également sur le nombre de domaine (plus J_s est faible, plus l'énergie magnétostatique est faible et plus le nombre de domaine est faible). Pour

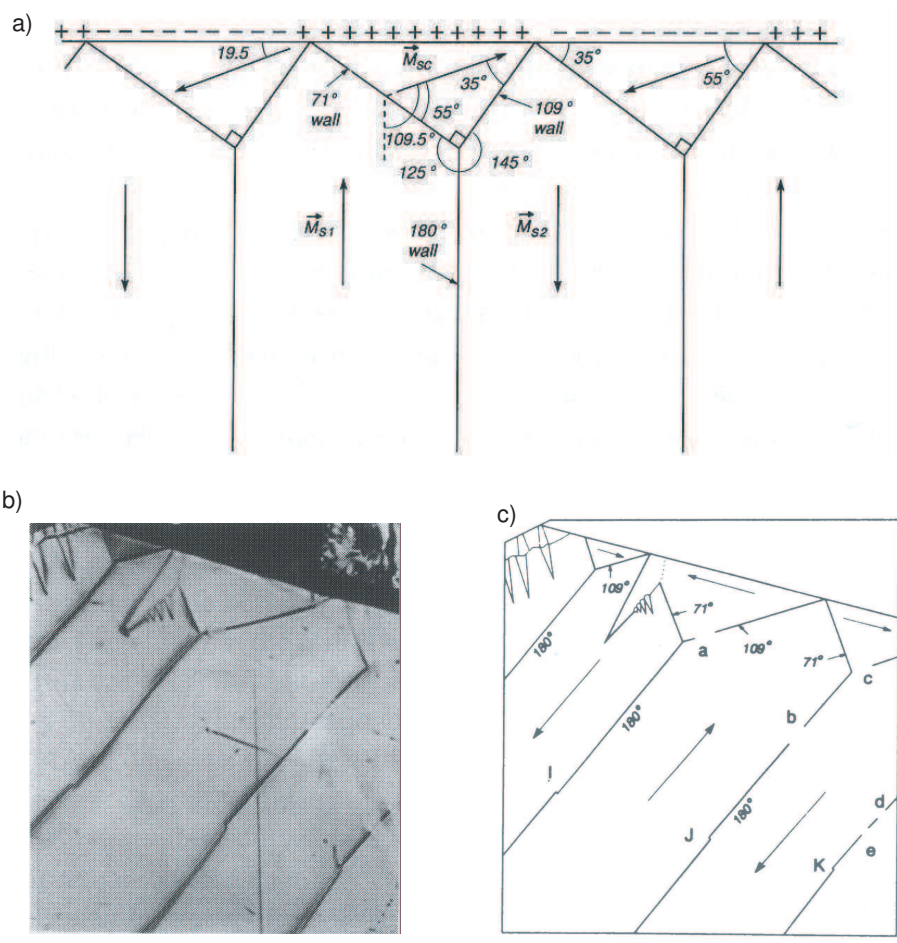


FIGURE 1.19 – a) Prédictions théoriques. b) Observation en lame mince polie. c) Interprétation (Dunlop and Özdemir, 1997).

comprendre les énergies en jeu lors de l'acquisition de la rémanence, considérons une particule magnétique possédant une aimantation \mathbf{J} . Soit θ l'angle entre \mathbf{J} et l'axe de facile aimantation \mathbf{l} . Si aucun champ magnétique extérieur ou magnétostatique n'est appliqué, le moment magnétique de la particule est aligné le long de l'axe \mathbf{l} . Mais sous l'influence d'un champ magnétique extérieur \mathbf{H} formant un angle ψ avec l'axe de facile aimantation, le moment magnétique est dévié de sa position initiale et forme un angle θ avec \mathbf{l} (cf. fig. 1.3).

L'énergie totale E_0 du grain (eq. (1.19)) est la somme de l'énergie d'anisotropie E_{an} et de l'énergie d'interaction E_{int} définies respectivement par : $E_{an} = -K \cos^2(\theta)$ (anisotropie uniaxiale) et $E_{int} = -\mathbf{J}_s \cdot \mathbf{H}$. L'énergie d'interaction est minimale lorsque le moment magnétique de la particule est aligné avec le champ \mathbf{H} .

$$E_0 = -\cos^2(\theta) - H \cos(\theta - \phi), \quad (1.19)$$

où H est une variable sans dimension. La position d'équilibre θ_0 du moment magnétique correspond au minimum de E_0 . Cette position est déterminée en résolvant l'équation

1.3.3 Origine de l'aimantation rémanente

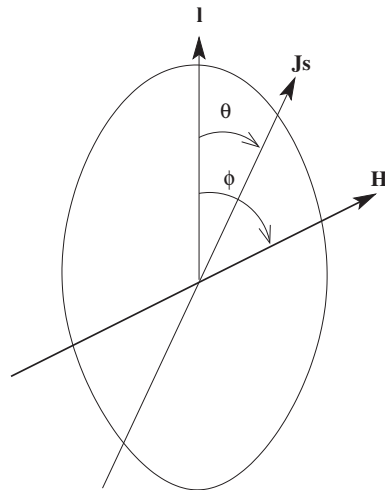


FIGURE 1.20 – Grain monodomaine possédant une aimantation \mathbf{J} . θ est l'angle entre \mathbf{J} et l'axe de facile aimantation \mathbf{l} . Le champ magnétique externe \mathbf{H} fait un angle ψ avec \mathbf{l} .

(1.20).

$$\frac{\partial E_0}{\partial \theta} = \sin(2\theta) - H \sin(\theta - \phi) = 0 \quad (1.20)$$

Ainsi, statistiquement, un ensemble de particules monodomaines (on peut faire le même raisonnement pour un ensemble de particules polydomaines) est susceptible d'enregistrer la direction du champ magnétique terrestre. Mais à quel point cet enregistrement est-il stable au cours du temps ?

Temps de relaxation et minéraux superparamagnétiques

Les effets des champs magnétiques sur la rotation de J_s dans les particules monodomaines ont été considérés en premier lieu par le physicien français et Prix Nobel (1970) Louis Néel, qui formalisa cette approche au milieu des années 50. L'activation thermique peut aussi conduire à la rotation de J_s en permettant le saut des barrières d'énergie. La relaxation magnétique, qui prend effet pour un assemblage de grains monodomaines présentant une aimantation rémanente montre à quel point l'activation thermique peut être importante. Lorsque l'énergie thermique est suffisante pour vaincre la barrière énergétique et mener à un renversement du moment magnétique, l'aimantation rémanente est détruite. Cette barrière peut avoir plusieurs origines : magnétocristalline, magnétoélastique ou de forme. Elles sont toutes proportionnelles au volume du grain V . Quand l'énergie de ces barrières est grande devant l'énergie thermique, l'aimantation est 'bloquée' et la probabilité d'un renversement spontané du moment magnétique est très faible. Pour une température donnée, le volume pour lequel une particule passe d'un état bloqué à un état débloqué est appelé volume de blocage V_b . Néel (1949) a développé la théorie sur le blocage des grains monodomaines. Considérons un ensemble de particules alignées avec H_0 , un champ faible appliqué (facilite le problème d'un point de vue mathématique

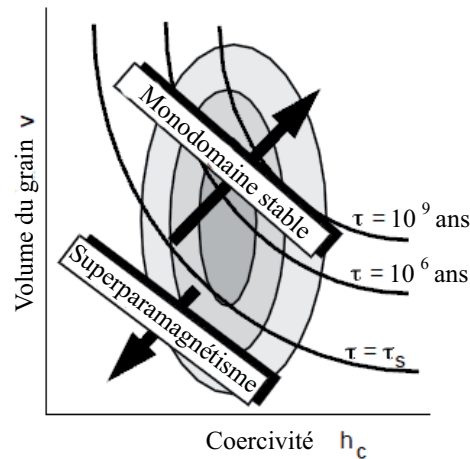


FIGURE 1.21 – Temps de relaxation de grains monodomaine en fonction de leur volume v et de leur coercivité h_c . Les lignes d'égal temps de relaxation sont des lignes d'isoénergie de blocage ; Les grains superparamagnétiques ont un $\tau < \tau_s$; les grains stables monodomaines ont $\tau > \tau_s$; les contours représentent la population monodomaine.

mais ne le limite pas). L'augmentation de température favorise l'augmentation de l'énergie thermique et donc la relaxation vers l'état désaimanté en permettant le renversement des moments magnétiques. Cependant, la relaxation ne devient réellement effective que lorsque l'énergie thermique devient comparable à l'énergie des barrières citées précédemment. L'évolution de l'aimantation au cours du temps est donnée par :

$$J(t) = J_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad (1.21)$$

où J_0 est l'aimantation initiale, t le temps et τ le temps caractéristique de relaxation pour lequel $J(t) = J_0/e$. τ est défini par l'expression suivante :

$$\tau = \frac{1}{C} \exp\left(\frac{V J_s H_c}{2kT}\right), \quad (1.22)$$

où C est un facteur de fréquence ($\approx 10^{-9}$), kT est l'énergie thermique et $V J_s H_c$ représente la barrière énergétique bloquant J_s (énergie de blocage). Ainsi le temps de relaxation est directement dépendent du rapport entre l'énergie de blocage et l'énergie thermique. Lors du refroidissement d'une lave ou d'une céramique, l'énergie thermique diminue et devient très faible devant la barrière énergétique : le temps de relaxation devient très grand et l'aimantation se trouve bloquée (Fig. 1.22).

Lorsque τ est très court relativement au temps d'observation τ_s ($\tau_s=100$ s), le moment magnétique s'équilibre très rapidement en changeant d'orientation avec le champ magnétique ambiant, on parle dans ce cas de superparamagnétisme (SP). Les minéraux SP sont détectables par leur dépendance de fréquence lors de la mesure de susceptibilité. Inversement, quand τ est bien supérieur au temps d'observation, le moment magnétique est dit bloqué (cas d'un grain monodomaine), et il peut prendre plusieurs millions ou milliards d'années avant d'atteindre l'équilibre magnétique (Fig. 1.21).

1.3.3 Origine de l'aimantation rémanente

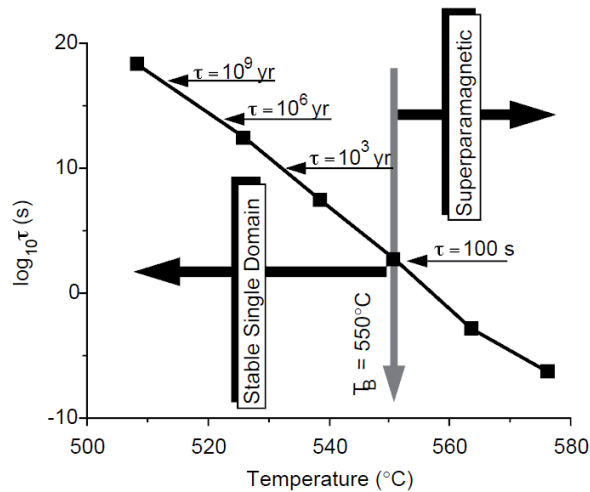


FIGURE 1.22 – Évolution du temps de relaxation τ en fonction de la température pour une magnétite monodomaine. L'aimantation est stable lorsque la température est inférieure à la température blocage T_B ($\tau_s < 100$ s). Inversement, si $T < T_B$ l'aimantation n'est pas stable (domaine du superparamagnétisme) (Butler, 1992).

TABLE 1.3 – Transition de structure expérimentale et théorique superparamagnétique/Monodomaine et Monodomaine/Multidomaine à 20°C, d'après Dunlop (1981).

Minéral	limite SP(μm)	limite SD(μm)
Fer	<0.008	0.023
Magnétite	0.025-0.030	0.05-0.06
Titanomagnétite ($\chi=0.5-0.5$)	0.08	0.2
Hématite	0.025-0.030	15

La température pour laquelle τ est de l'ordre de $10^2 - 10^3$ est appelée température de blocage T_b . A cette température, une population de grains est en équilibre avec le champ appliqué et un refroidissement ultérieur augmente le temps de relaxation ; l'aimantation est bloquée, la roche acquiert une rémanence thermique.

Dans le cas où la particule est soumise à un champ magnétique externe, la barrière énergétique à 'sauter' pour passer de la direction de facile aimantation à la direction du champ magnétique est plus faible :

$$\tau = \frac{1}{C} \exp \left[\frac{Kv}{kT} \left(1 - \frac{H}{H_c} \right)^2 \right] \quad (1.23)$$

où H est le champ appliqué et H_c est le champ coercitif (champ requis pour dépasser l'énergie d'anisotropie). Le principe d'acquisition et de stabilité d'une aimantation réside donc dans la capacité des grains magnétiques à conserver leur aimantation au cours du temps, ce qui dépend directement de la nature de ces grains, de leur taille et du temps. Il existe plusieurs processus d'acquisition d'une aimantation.

1.3.4 Les différents types de rémanence magnétique

L'aimantation rémanente naturelle (ARN) est l'aimantation rémanente portée par un échantillon avant traitement en laboratoire. L'ARN dépend du champ géomagnétique et des processus géologiques au cours de la formation de la roche et pendant l'histoire de la roche. L'ARN est généralement composée de plus d'une composante, ayant parfois des modalités d'acquisition différentes.

L'aimantation rémanente visqueuse (ARV)

Lorsqu'un matériau possédant un moment magnétique rémanent est placé dans un champ magnétique, il résulte une énergie magnétique qui est minimale lorsque le moment magnétique est aligné avec le champ. Ainsi, si l'on prend l'exemple d'un basalte aimanté avec une polarité inverse, une composante visqueuse normale due au champ magnétique actuelle va se développer, avec une direction opposée à celle de la composante primaire.

L'aimantation thermo-rémanente (ATR)

Ce processus repose sur les propriétés des minéraux ferromagnétiques à fossiliser le champ ambiant. Lors du refroidissement d'une lave par exemple, à haute température, tous les moments sont débloqués car la température est supérieure à la température de Curie. Les moments s'alignent donc avec le champ terrestre et lorsque la température devient inférieure à la température de Curie, l'énergie d'interaction entre les moments devient suffisamment grande pour bloquer l'aimantation dans la direction du champ terrestre. C'est également le processus d'acquisition de l'aimantation par les terres cuites.

L'aimantation rémanente chimique (ARC)

Certains minéraux, après leur formation, sont enclins à disparaître car ils sont hors équilibre avec leur environnement. Ainsi ils se déstabilisent par altération dans de nombreuses situations (hydrothermalisme, oxydation...), et donnent naissance à de nouveaux minéraux. Si ces derniers sont ferromagnétiques alors ils sont susceptibles d'enregistrer le champ magnétique présent lors de la transformation chimique (qu'on ne peut souvent pas dater dans la plupart des cas). Si la transformation est tardive, ce champ peut être différent de celui enregistré lors de la formation initiale de la roche et donc être à l'origine d'une aimantation secondaire.

L'aimantation rémanente détritique (ARD)

L'aimantation acquise par les roches sédimentaires provient d'un processus totalement différent de celui qui se produit pour les roches ignées ou les terres cuites. Les grains détritiques sont des particules déjà aimantées qui s'alignent avec le champ magnétique lors de leur sédimentation par une action purement mécanique (Fig. 1.23).

1.3.4 Les différents types de rémanence magnétique

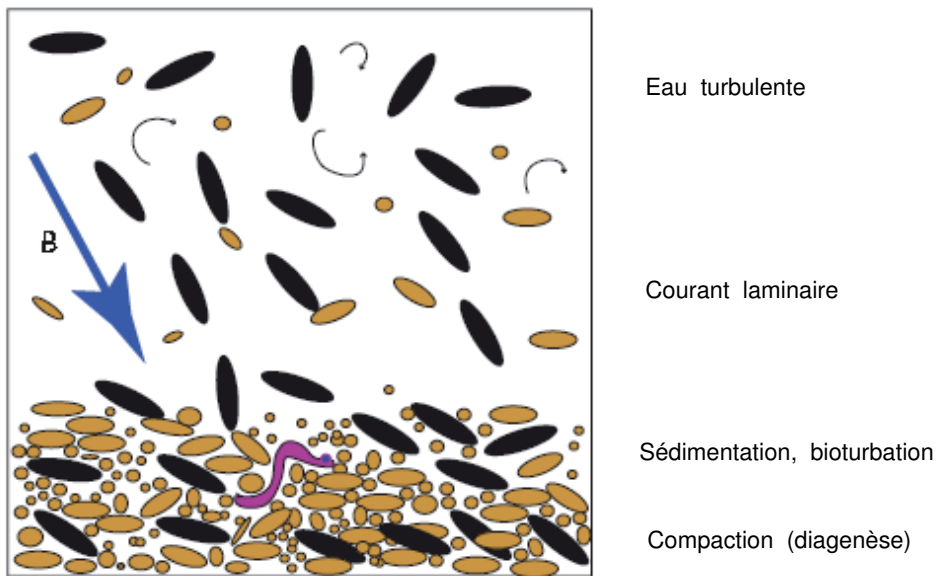


FIGURE 1.23 – Schéma illustrant l'acquisition d'une aimantation de type détritique lors de la sédimentation de particules magnétiques. Les minéraux magnétiques orientent leur moment magnétique moyen le long des lignes de champ (d'après Tauxe (2008)).

L'aimantation rémanente isotherme (ARI)

Si une particule est exposée à un champ magnétique dont l'intensité est supérieure à son champ coercitif, alors son moment magnétique s'alignera le plus favorablement possible par rapport à la direction du nouveau champ imposé. La plupart du temps cette aimantation est acquise en laboratoire par le biais d'un électro-aimant. C'est le type d'aimantation utilisée pour obtenir les cycles d'hystérésis. Néanmoins, ce phénomène peut se produire naturellement par exemple lorsque la foudre touche une roche. L'intensité du champ magnétique lié à la foudre est bien supérieure au champ coercitif des minéraux magnétiques, ce qui entraîne leur réaimantation. Celle-ci est d'une intensité bien supérieure à celle engendrée par le champ magnétique terrestre. Ce phénomène peut être mis en évidence en approchant la boussole dont l'aiguille est fortement déviée devant de tels objets.

L'aimantation rémanente anhystérétique (ARA)

Ce type d'aimantation est uniquement artificielle. S'il existe un champ externe constant H_0 lors d'une désaimantation par champ alternatif (par exemple si le champ magnétique terrestre n'est pas totalement éliminé), la symétrie est rompue et la désaimantation n'est plus symétrique. Cette rémanence est acquise selon la direction de H_0 . Néanmoins, ce type d'aimantation est souvent sciemment utilisé dans la mesure où il représente un très bon analogue de l'aimantation thermo-rémanente. En effet, le champ alternatif joue le rôle d'un agent aléatoire qui correspond à celui de l'agitation thermique dans le cas

de l'ATR. L'avantage d'utiliser une ARA plutôt qu'une ATR est d'éviter les étapes de chauffe et par conséquent de limiter fortement une altération de la roche.

Suite à cette introduction, nous avons toutes les clés pour décrire les différents problèmes que je me suis posés au cours de cette thèse. L'un des premiers points auxquels je me suis heurté concerne la variation séculaire du champ magnétique au cours des derniers millénaires. Comment retracer ces fluctuations ? Les données obtenues sont-elles fiables ? Est-il possible de modéliser la variation à l'échelle régionale ou globale ? Une discipline clé pour répondre à l'ensemble de ces questions est l'archéomagnétisme.

Chapitre 2

Archéomagnétisme et variations séculaires récentes

L'archéomagnétisme permet de décrire le comportement du champ magnétique terrestre sur une échelle de temps comprise entre celle des mesures directes sur les quatre derniers siècles (géomagnétisme) et celle des mesures indirectes à l'échelle du million d'années (paléomagnétisme).

2.1 Introduction à l'archéomagnétisme

2.1.1 Les données

L'archéomagnétisme permet de suivre les variations séculaires du champ magnétique terrestre sur quelques millénaires (période historique et pré-historique), en étudiant principalement des vestiges archéologiques, mais également des laves et sédiments contemporains. Les premiers travaux effectués sur des matériaux archéologiques, les "terres cuites", furent ceux du professeur français Émile Thellier dans les années trente. Mais les études portant sur l'archéomagnétisme n'ont pris leur véritable essor qu'au début des années 80, avec comme principale zone d'investigation l'Europe (voir les compilations de (Genevey et al., 2003, 2008; Kovacheva et al., 2009; Tema and Kondopoulou, 2011)).

Les objets archéologiques provenant d'argiles cuites, telles que les briques, les poteries ou encore les céramiques enregistrent parfaitement le champ magnétique auquel ils ont été soumis lors du refroidissement de leur dernière cuisson. Le processus d'acquisition de l'aimantation est exactement le même que celui qui opère pour les laves, il s'agit d'une ATR acquise au cours du refroidissement de l'objet par des minéraux ferromagnétiques telle que la magnétite, présents dans la matière première ou formés pendant la cuisson. L'archéomagnétisme porte également sur l'étude de coulées de lave relativement récentes et sur l'enregistrement sédimentaire.

L'ensemble des données collectées par différentes études jusqu'à présent ont été rassemblées en bases de données et plusieurs compilations réalisées à l'échelle mondiale

sont disponibles (Korte et al., 2005; Genevey et al., 2008; Korhonen et al., 2008; Donadini et al., 2009). Toutes montrent un biais d'observation important, tant d'un point de vue de la distribution spatiale que de la distribution temporelle des données. En ef-

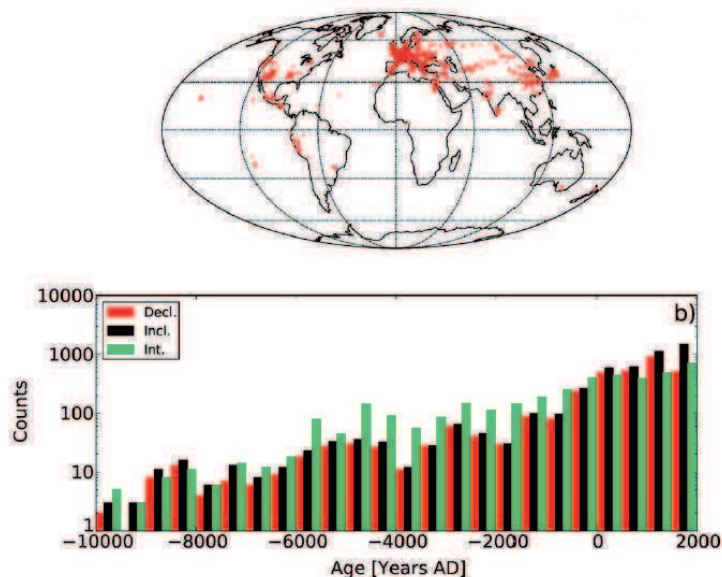


FIGURE 2.1 – a) *Distribution géographique des données issues d'objets archéologiques ou de laves datées des 12 derniers millénaires.* b) *Distribution temporelle par intervalle de 500 ans de ces mêmes données (Donadini et al., 2010).*

fet, la distribution des données issues des matériaux archéologiques est très hétérogène géographiquement et temporellement (Fig. 2.1). Seulement 5% des données proviennent de l'hémisphère Sud. Dans l'hémisphère Nord, 70% des données ont été récoltées dans la partie Ouest de l'Eurasie. La distribution des âges est également très inhomogène : plus de 70% des données des 12 derniers milliers d'années proviennent des trois derniers millénaires. L'apport des données sédimentaires, bien que possédant une aimantation moins forte et moins fiable que celle portée par les laves ou les terres cuites, revêt une importance particulière. En effet, la répartition spatiales de ces données est beaucoup plus homogènes et leur distribution temporelle est presque uniforme sur les 12 derniers millénaires (Fig. 2.2). Un point clé dans toute étude archéomagnétique réside dans la capacité à dater précisément les échantillons.

2.1.2 Les datations

Le contrôle précis des âges constitue un élément essentiel pour la reconstruction du champ géomagnétique ancien, en particulier lorsque les données de différents sites doivent être comparées ou utilisées conjointement pour la construction de modèles de champ magnétique. Toute erreur dans l'estimation d'un âge se traduira directement par une erreur dans la variation séculaire sous forme de décalage temporel. Parmi le large éventail des techniques de datation, les principales méthodes utilisées pour dater des

2.1.2 Les datations

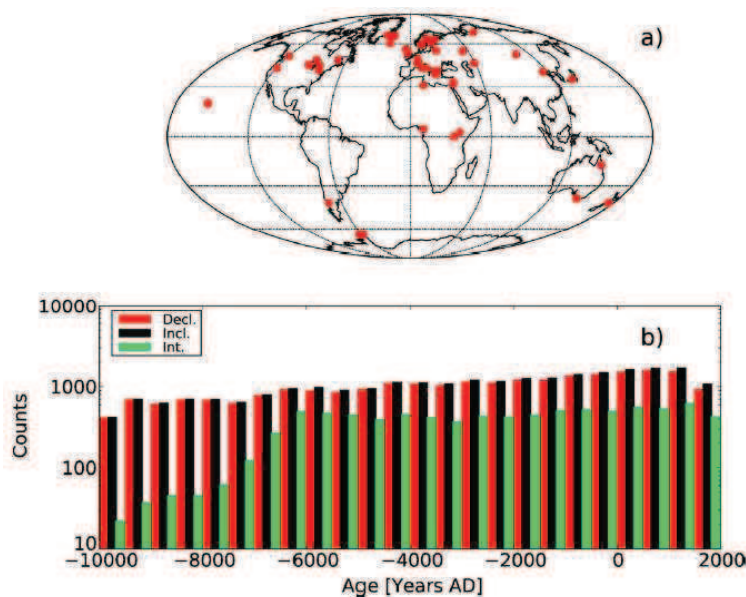


FIGURE 2.2 – a) *Distribution géographique des données issues de sédiments datées des 12 derniers millénaires.* b) *Distribution temporelle par intervalle de 500 ans de ces mêmes données (Donadini et al., 2010).*

objets archéologiques sont basées sur des informations archéologiques ou historique ou sur des méthodes de datation absolue telles que la datation par le carbone 14 (^{14}C) ou la thermoluminescence (Creagh and Bradley, 2000). Les documents écrits d'origine relatant une éruption volcanique par exemple peuvent, en principe, fournir des données de précision annuelle, en supposant que la coulée de lave en question soit correctement identifiée. Documenter la stratigraphie et la chronologie d'un site archéologique est une entreprise périlleuse, et il peut être difficile de décider quelle méthode est la mieux adaptée pour un échantillon donné. Les contraintes d'âge sont les plus fiables lorsque la preuve archéologique est bien fondée et soutenue par des dates absolues. Toutefois, la précision varie considérablement d'un objets à l'autre, d'un site archéologique à un autre, l'incertitude pouvant varier de quelques années à plusieurs siècles.

Pour les sédiments, il est courant de réaliser une datation en combinant des méthodes relatives stratigraphiques et des techniques absolues comme le ^{14}C ou le comptage des varves. En principe, le comptage des varves annuelles fournit une échelle de temps extrêmement précise, qui peut être validée par des comparaisons stratigraphiques entre plusieurs carottes d'un lac ou à travers une région mais, une lacune ou le comptage inexact de certaines couches très fines peuvent contribuer à une erreur cumulative dans l'enregistrement. Lorsque plusieurs carottes sont disponibles, un paramètre magnétique, comme la susceptibilité magnétique par exemple, est utilisé pour établir une stratigraphie magnétique locale qui est indépendante des variations géomagnétiques. Cette technique est souvent associées à des marqueurs géologiques distinctifs (par exemple des cendres

provenant des éruptions volcaniques, des turbidites, etc ...). Sur des échelles de temps plus longues, les mesures des isotopes stables sont utilisées comme marqueurs. Cette stratigraphie interne au sein d'une étude peut alors être utilisée comme base pour une chronologie absolue (Constable and McElhinny, 1985).

La datation des échantillons utilisés en archéomagnétisme est une étape primordiale pour la reconstitution du champ magnétique passé tant pour la construction des courbes de variations séculaires que pour le développement de modèle géomagnétiques globaux ou régionaux.

2.1.3 La reconstitution du champ magnétique passé

A partir de l'ensemble de ces données, il est possible de reconstruire l'évolution du champ magnétique terrestre au cours des dix derniers millénaires, sur une échelle régionale ou globale. Dans un premier temps il est possible de construire des courbes de variations séculaires régionales par un lissage simple des données, préalablement relocalisées en un site donné pour s'affranchir de la dépendance latitudinale du champ magnétique. Ces courbes sont généralement construites par moyenne glissante en utilisant la statistique bayésienne (Lanos et al., 2005), qui a l'avantage de tenir compte des erreurs de datation des structures. Plusieurs courbes de ce genre ont été construites pour différentes régions, par exemple pour la Bulgarie (Kovacheva et al., 2009) ou encore pour les Balkans (Tema and Kondopoulou, 2011). Cependant, les reconstitutions à l'échelle globale du champ passé restent primordiales pour comprendre son évolution et donc les mouvements de matière à la surface du noyau liquide.

Les modèles globaux doivent d'une part rendre compte de la géométrie du champ magnétique à la surface du globe (en tenant compte des composantes non dipolaires notamment) mais aussi reconstituer son évolution temporelle. Dans cet exercice, la décomposition du champ magnétique en harmonique sphérique est un outil mathématique important (cf. eq. 1.7). Il permet de prendre en compte les termes de bas degré capables de rendre compte des anomalies régionales. L'évolution temporelle des modèles globaux repose des fonctions splines, utilisées en premier lieu par Bloxham and Jackson (1992) pour reconstruire le champ historique. Le nombre et la distribution spatiale et temporelle des données de l'holocène, combinés aux incertitudes d'âge importantes, limitent actuellement la résolution du champ passé et de son évolution à un degré d'harmonique sphérique maximal de 4 ou 5 dans l'espace et à quelques décennies dans le temps. Cependant, si le développement en harmoniques sphériques est tronqué à ces degrés relativement bas et si la variabilité temporelle est limitée à cette valeur, une partie de l'information pourrait être perdue si la fréquence du signal est plus élevée ou si la longueur d'onde est plus courte. Pour remédier à ce problème et pouvoir décrire les variations temporelles rapides

2.1.3 La reconstitution du champ magnétique passé

et/ou à courtes échelles spatiales, l'élargissement de la série d'harmonique sphérique à des degrés plus élevés ainsi qu'une résolution temporelle plus fine est nécessaire. Ceci implique de régulariser dans l'espace et le temps les modèles afin qu'ils puissent suivre l'évolution des données sans toutefois être trop complexes. La minimisation de la dissipation ohmique à la limite noyau-manteau (Gubbins, 1975) et la minimisation de la norme de la dérivée seconde du champ (accélération séculaire, Bloxham and Jackson (1992)) sont largement utilisées pour régulariser les modèles dans l'espace et le temps. Pour

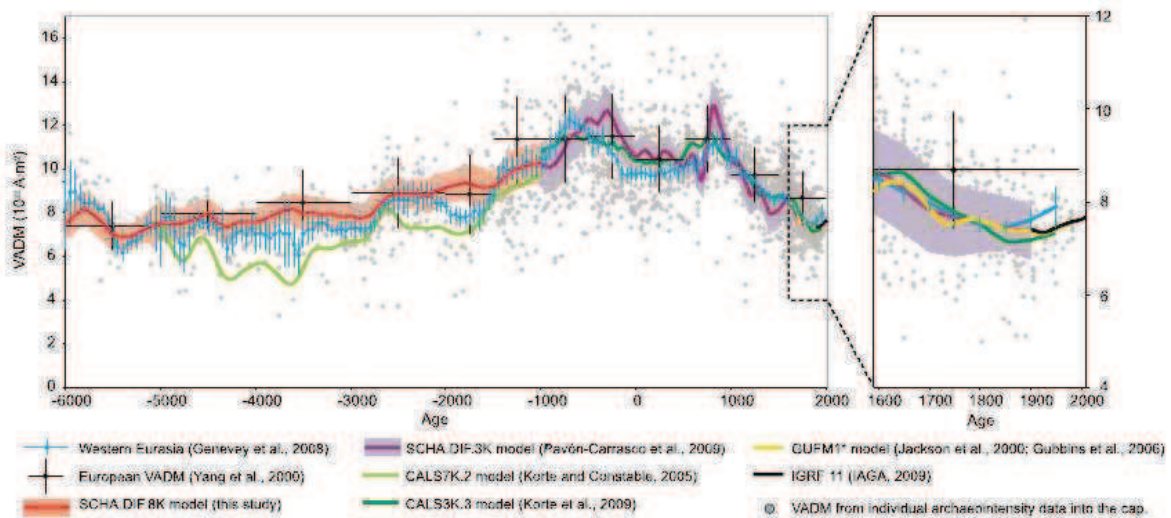


FIGURE 2.3 – Moments dipolaires axial virtuel (VADM) pour l'Europe au cours des 8000 dernières années, pour différents modèles (voir la légende). Le VADM individuelle (points gris) sont donnés d'archéointensité pour la région considérée (d'après Pavón-Carrasco et al. (2010)).

les quatre derniers siècles (1590-1990), le modèle *gufm1* (Jackson et al., 2000) s'appuie sur ce principe de calcul et sur une base de données historiques. De même, en utilisant les compilations archéomagnétiques mondiales, les modèles globaux géomagnétiques ont été construits pour des échelles de temps millénaires (Fig. 2.3). Le premier modèle de Hongre et al. (1998), basé sur une analyse en harmonique sphérique (jusqu'au degré 3) des données, s'étend sur 1700 ans. Les modèles de référence actuels, les modèles CALSxk (Continuous model of Archeomagnetic and Lake Sediment data sur les x derniers milliers d'années), couvrent un intervalle de temps de 3 000 et 7 000 ans, respectivement (Korte and Constable, 2003, 2005, 2008, 2011). En utilisant une compilation exhaustive des données et des stratégies de modélisation récemment raffinés, Korte et al. (2011) ont construit un premier modèle global du champ géomagnétique s'étendant sur les 10 derniers milliers d'années.

Le fait que durant l'holocène la densité de données soit nettement plus élevée en Europe que dans le reste du monde a conduit à différentes tentatives de modélisation régionale, avec l'idée d'augmenter la résolution des modèles. Deux approches différentes

ont été réalisées. Lodge and Holme (2008) ont utilisé cinq courbes de variation séculaire dans cinq régions européennes pour développer un modèle en harmonique sphérique continue entre 0 et 1900, en utilisant le modèle global CALS7K.2 comme contrainte de régularisation. L'autre approche repose sur une modélisation régionale en harmoniques de la calotte sphérique, qui ne s'applique qu'à une partie de la sphère. Cette méthode a été utilisée sur des données européennes directionnelles et d'archéointensité (Pavón-Carrasco et al., 2009, 2010) pour produire les modèles SCAH.DIFF.3k et SCHA.DIFF.10k qui s'étalent sur 3000 et 8000 ans respectivement. Ces modèles présentent des variations spatiales aussi lisses que CALS7K.2, mais sont temporellement plus complexes, en partie parce qu'il n'y a pas de régularisation temporelle imposée lors de leur construction.

La reconstitution du champ magnétique passé, s'appuyant sur l'ensemble de ces données archéomagnétiques et des modèles qui en découlent, présentent une vaste gamme d'applications à la frontière de plusieurs disciplines.

2.1.4 Les applications

Les domaines d'application de l'archéomagnétisme sont divers puisqu'ils vont du géomagnétisme à l'archéologie tout en passant par la géochimie.

- **Le géomagnétisme** : L'archéomagnétisme permet de retracer l'évolution temporelle du champ magnétique tant en terme d'intensité qu'en terme de direction (lorsque les échantillons sont orientés) sur quelques milliers d'années et permet de faire le lien entre le géomagnétisme et le paléomagnétisme. Ces données présentent une importance pour modéliser la géodynamo et les écoulements de fer liquide dans le noyau externe (Dumberry and Bloxham, 2007; Dumberry and Finlay, 2007; Wardinski and Korte, 2008). Les données présentent également un intérêt important pour l'assimilation de données (Fournier et al., 2010), discipline émergente en géomagnétisme. L'assimilation de données, en géomagnétisme, désigne l'ensemble des méthodes inverses permettant l'analyse des données géomagnétiques qui reposent sur un modèle numérique pronostiquant la dynamique du noyau. L'assimilation de données vise principalement trois objectifs : a) la perspective de propager la qualité actuelle des données vers l'arrière dans le temps afin de construire une dynamique cohérente du champ magnétique historique et de l'écoulement dans le noyau externe, b) la possibilité d'améliorer la prévision de la variation séculaire, et c) à un niveau plus fondamental, d'identifier les mécanismes physiques qui régissent la variation séculaire.
- **L'archéométrie** : C'est une méthode de datation basée sur la construction de courbes de variation séculaire de la direction et/ou de l'intensité du champ magnétique, à l'échelle régionale. Ces courbes de références sont valables dans une

2.1.4 Les applications

zone géographique réduite à environ 1000 km de rayon au maximum (Gallet et al., 2009). Les résultats de datation sont conditionnés par la précision et la résolution des courbes, qui sont principalement liées au nombre et à la qualité des données utilisées dans la construction des courbes de référence. En comparant l'aimantation d'un vestige archéologique (intensité et/ou direction) avec les courbes de référence, il est possible d'estimer un âge pour l'objet en question. La solution est représentée par une distribution des âges basée sur la statistique bayésienne (Lanos et al., 2005), sur un ou plusieurs intervalles pour un niveau de confiance donné.

- **Production d'isotopes cosmogéniques :** Les méthodes de datation basées sur des isotopes cosmogéniques doivent être calibrées afin de tenir compte des variations temporelles de leurs taux de production. En effet, il existe une relation importante entre le géomagnétisme et la production d'isotopes cosmogéniques tels que le ^{14}C ou le ^{10}Be (Lifton et al., 2008; Usoskin et al., 2008). Le taux de production de ces éléments dans l'atmosphère est directement dépendant de l'intensité du champ magnétique terrestre : la production est maximale lorsque l'intensité est faible et inversement. Ce phénomène est expliqué par le fait que la magnétosphère dévie une fraction des rayons cosmiques à l'origine de la formation de ces isotopes. Ainsi, en connaissant l'évolution de l'intensité du champ, une correction est apportée aux âges calculés par l'intermédiaire des méthodes radiochronologiques basées sur les isotopes cosmogéniques.
- **Relation avec le climat :** Gallet et al. (2005, 2006) ont observé des corrélations intrigantes et répétées entre les jerks archéomagnétiques et des périodes de refroidissement comme ce fut le cas pour l'épisode du premier refroidissement du Petit Age Glaciaire (Le Roy Ladurie, 2004). Une connexion entre la variation séculaire du champ géomagnétique et des changements climatiques sur des échelles de temps de l'ordre du siècle semble donc se dégager. Le mécanisme physique à l'origine de ce possible lien reste encore incertain. Cependant Gallet et al. (2005) et Courtillot et al. (2007) ont suggéré que les variations du champ magnétique d'origine interne, en modulant le flux de rayons cosmiques interagissent avec l'atmosphère, pourraient modifier en partie le bilan radiatif à la surface du globe. En effet, l'ionisation induite par les rayons cosmiques de l'atmosphère pourrait produire des changements significatifs de la nébulosité (Marsh and Svensmark, 2000; Kovaltsov and Usoskin, 2007; Usoskin et al., 2008), engendrant une modification du rayonnement reçu par la surface de la Terre et des températures. Même si ce point est encore largement débattu, la variation séculaire du champ magnétique terrestre a pu avoir un impact indirect, par le biais son influence sur le climat régional ou mondial, sur l'histoire de la civilisation humaine.

L'archéomagnétisme est au carrefour de différentes disciplines : géophysique, géochimie, climatologie et archéologie et représente donc un enjeu important en sciences de la terre. C'est une nouvelle thématique que nous avons décidé de développer au sein de l'équipe de magnétisme des roches de Montpellier et dont je suis un des porteurs. Le développement de collaborations avec des scientifiques ayant accès à des collections archéologiques a été capital. Ainsi, nous avons renforcé une ancienne collaboration avec l'Université de Mexico au Mexique. Le docteur Luis Alva-Valdivia m'a permis d'obtenir une collection de céramiques mayas sur laquelle j'ai mené une étude d'archéointensité. En parallèle nous avons développé une nouvelle collaboration avec l'Université de Thessalonique en Grèce. J'ai eu la chance de pouvoir travailler en collaboration avec le docteur Elina Aidona et le professeur Despina Kondopoulou sur une collection d'échantillons archéologiques provenant du nord de la Grèce et datés du néolithique. Nous nous sommes heurtés à des problèmes d'ordre technique, car les mesures d'archéointensités doivent être corrigées de l'anisotropie d'aimantation thermo-rémanente, ce qui à nécessiter une modification des portes échantillons (cales pour les porte-échantillons). Les parties suivantes, accompagnées des deux articles soumis pour publication, présentent le travail que j'ai accompli sur cette thématique.

2.2 Introduction aux deux études réalisées

2.2.1 La variation séculaire au cours de la période Néolithique en Grèce

La région des Balkans est riche en matériaux archéologiques. Par conséquent, de nombreuses données archéomagnétiques sont disponibles (Aitken et al., 1984, 1989; De Marco, 2007; De Marco et al., 2008b; Kovacheva et al., 2009; Spatharas et al., 2011; Tema and Kondopoulou, 2011; Aidona and Kondopoulou, 2012). L'étude de coulées de lave historiques permet également d'obtenir des données précises supplémentaires (Spasov et al., 2010). La compilation de l'ensemble de ces données permet de construire les courbes de la variation séculaire sur les huit derniers millénaires pour l'intensité et les six derniers milliers d'années en ce qui concerne les directions. Néanmoins, la couverture des périodes archéologiques présente plusieurs lacunes pour des âges inférieurs à 2500 avant J.C. (Genevey et al., 2008; Kovacheva et al., 2009; Tema and Kondopoulou, 2011). Le principal objectif de cette étude que j'ai réalisé a été d'obtenir de nouvelles données d'archéointensité pour la période néolithique en Grèce, encore pauvre en données, et de compléter l'étude débutée par Aidona and Kondopoulou (2012).

Le néolithique est défini entre 6800-3200 ans avant J.C. dans les Balkans, et se subdivise en quatre grandes périodes ; le Néolithique ancien, le Néolithique moyen, le Néolithique tardif et le Néolithique final, ou Chalcolithique, marquant le début de l'âge du

2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale

Bronze. Bien que des traces de foyers furent trouvées dans cette région depuis le Néolithique ancien, l'utilisation de céramiques a été largement démocratisée en Grèce au cours du 6^{ème} millénaire avant J.C. (Andreou et al., 1996). Les différents vestiges de foyers identifiés peuvent être divisés en deux groupes selon leur utilisation : les fours à poterie et les fours domestiques. Dans le premier cas, le système se compose d'une dépression dans le sol, avec un niveau de pierres à la base. La poterie était déposée dans la dépression et couverte par des branches et l'ensemble du système était fermé par de l'argile. Les cuissons répétées ont entraîné la solidification du four. La température de cuisson pouvait en général atteindre 900°C environ au bout de 8 ou 9 heures de combustion. Plus tard, des fours circulaires ou cylindriques, avec une chambre de cuisson unique et un toit ont été utilisés. A la fin de chaque cuisson, le toit était détruit afin de récupérer les produits de la cuisson. En raison de leur construction à l'air libre, sans abri, très peu de ces fours ont été exhumés. Au contraire, les vestiges de fours domestiques sont nombreux, car ils ont été protégés par les constructions (Prévost-Dermarkar, 2002). Par ailleurs, les tribus néolithiques d'Europe du sud est avaient la coutume de brûler délibérément leurs habitations, laissant derrière elles des "structures brûlées", matériaux pouvant être utilisés pour l'archéomagnétisme. Mon étude porte sur des échantillons prélevés sur trois sites archéologiques situés dans le nord de la Grèce : une collection de céramique à Dikili Tash (4913-4743 avant J.C.), des structures brûlées à Avgi (Kastoria, 5400-5100 avant J.C.) et une collection de céramique et des échantillons de structures brûlées à Vasili (Farsala, 5000-4600 avant J.C.). J'ai mené cette étude en collaboration avec Elina Aidona et Despina Kondopoulou de l'Université de Thessaloniki (Grèce). Le but principal a été d'obtenir de nouvelles archéointensités sur ces échantillons afin de compléter l'étude archéomagnétique débutée sur les directions par Aidona and Kondopoulou (2012). Afin de mener cette étude à bien et de déterminer les archéointensités, j'ai soumis les échantillons à une étude classique de magnétisme des roches. J'ai ensuite comparé les résultats obtenus aux données et modèles disponibles dans la bibliographie. Les principaux résultats obtenus sont exposés dans le papier constituant la partie 2.3.

2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale

Contrairement à l'abondance des données disponibles en Europe, et ce malgré la quantité importante de sites et vestiges archéologiques, la courbe de variation séculaire du champ géomagnétique en Amérique Centrale est encore très mal définie, en raison du nombre épars et de la qualité inégale des données. Par conséquent, la datation par le biais de l'archéomagnétisme reste encore une tâche difficile à réaliser dans cette région (López-Téllez et al., 2008). En effet, après les études pionnières de Nagata et al. (1965) et Bucha et al. (1970), peu d'études ont été menées sur ce sujet jusqu'à très récemment. Mais au

cours des dix dernières années, plusieurs études ont été réalisées, à la fois sur des objets archéologiques (Ceja et al., 2009; Morales et al., 2009; Alva-Valdivia et al., 2010; Pineda-Durán et al., 2011) mais aussi sur des coulées de lave (Gonzalez et al., 1997; Morales et al., 2001; Conte-Fasano et al., 2006), ce qui a contribué à augmenter considérablement la quantité de données pour l'Amérique Centrale. Le travail que j'ai mené ici est inclus dans ce vaste effort contribuant à mieux contraindre la variation séculaire dans cette région. Ce travail porte sur la détermination d'archéointensité à partir de 24 encensoirs provenant de la cité Maya de Palenque (Chiapas, Mexique). L'échantillonnage dont j'ai disposé couvre une grande partie de la période Classique Maya (400-820 après J.C.).

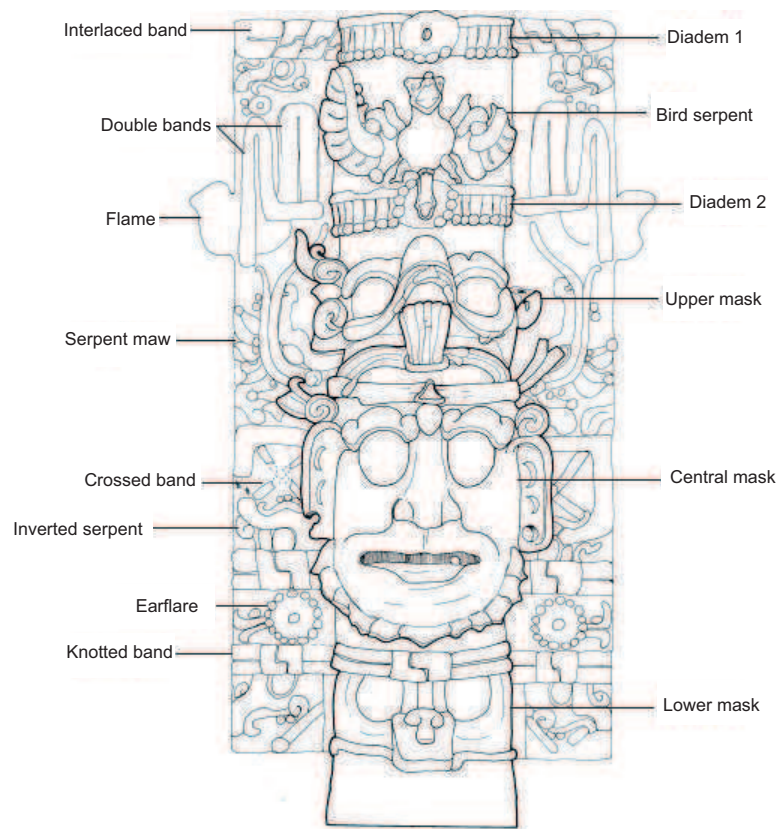


FIGURE 2.4 – Clé de détermination iconographique, d'après Cuevas-García (2007).

Les encensoirs étaient l'une des principales composantes des cérémonies religieuses mayas. Ils sont composés de deux parties : un piédestal d'argile creuse surmonté d'un brasier. Rice (1999) distingue deux groupes d'encensoirs, à effigies (Fig. 2.4) et sans effigie. Les encensoirs à effigies sont caractérisés par la représentation de divinités sur le piédestal. Ces encensoirs étaient associés au culte de ces dieux, qui étaient célébrés en brûlant des résines végétales et probablement du sang humain déposés dans les brasiers.

La découverte d'une centaine d'encensoirs à effigies dans le groupe des temples de La Croix à Palenque est un événement sans précédent d'un point de vue archéologique. La

2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale

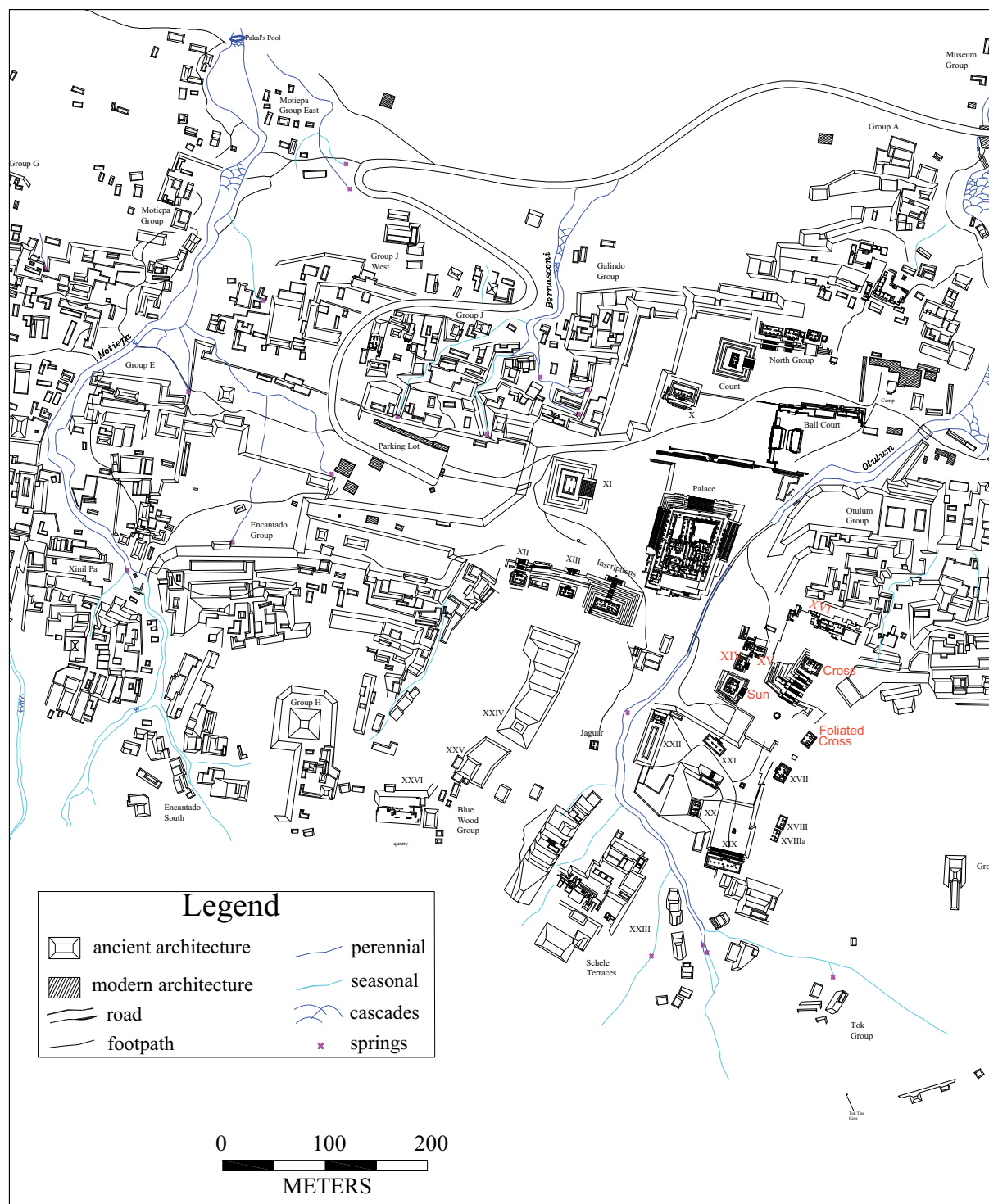


FIGURE 2.5 – Carte de la cité Maya de Palenque. En rouge les temples dans lesquels les encensoirs ont été exhumés, d'après Barnhart (2001).

plupart d'entre eux ont été retrouvés enterrés dans le sous-sol des principaux temples : le temple de la Croix, le Temple de la Croix Foliée, et le Temple du Soleil. L'autre partie des encensoirs ont été trouvés dans le complexe architectural composé par les temples XIV et XV et le groupe XVI (Fig. 2.5). Les encensoirs enterrés ont été en partie altérés

et de nombreuses pièces ont été brisées.

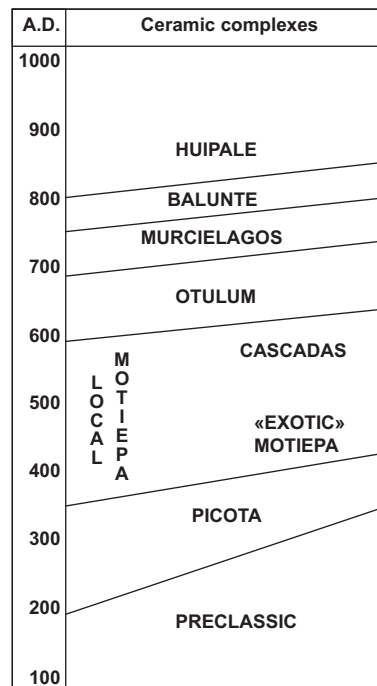


FIGURE 2.6 – Différentes phases des complexes céramiques à Palenque, d'après Rands (2007).

Les analyses iconographique, morphologique et stylistique, en fonction de leur provenance et de la technologie de fabrication, ont contribué à comprendre l'évolution des encensoirs au cours de cette période, durant laquelle les encensoirs ont été produits en continu. Ainsi, les changements de style ont été établis au moyen de critères simples : les objets les plus simples (dont les plus petits, 51,7 cm) appartiennent à la période classique précoce et les plus évolués (les plus grands, 1,14 m) sont rattachés à la période classique tardive (Cuevas-García, 2007). En appliquant ces critères, Cuevas-García (2007) et Rands (2007) ont établi une classification des encensoirs de Palenque (Fig. 2.6). La période classique à Palenque est habituellement divisée en 7 ou 8 phases, la phase Motiepa étant subdivisée en deux sous phases, ce point étant débattu. Les échantillons que nous avons utilisés pour l'étude archéomagnétique sont de petits morceaux non-orientés qui n'ont pas pu être rassemblés. Ils proviennent de pièces de 24 encensoirs différents, trouvés dans les Temple de la Croix (13 morceaux), Temple de la Croix foliée (7 morceaux), du Temple du Soleil (3 morceaux) et du groupe XVI (1 morceau). Chaque échantillon a été replacé dans une des phases céramiques en utilisant des arguments archéologiques (Fig. 2.4). Pour chacun d'entre eux, six petits morceaux (environ 5x5x5 mm) ont été prélevés et emballés dans des pastilles de sel de la forme d'un spécimen, afin de les traiter comme des échantillons paléomagnétiques standards (2.54 cm de diamètre et 2.2 cm de hauteur).

J'ai mené ce travail en collaboration avec Luis Alva Valdivia de l'Université de Mexico

2.2.2 La variation séculaire au cours de la période classique Maya en Amérique Centrale

(UNAM) et Martha Cuevas de l'Institut d'Anthropologie et d'Histoire de Mexico. Ils m'ont permis d'accéder à la collection d'échantillons et de comprendre le contexte archéologique. L'intérêt essentiel de cette étude était d'obtenir de nouvelles données afin de contraindre la courbe de variation séculaire centre-américaine très mal définie mais également de confirmer le découpage temporel de la période classique maya réalisée par les archéologues. Le papier soumis pour publication à EPSL et constituant la partie 2.4 détaille l'ensemble des résultats obtenus pour cette étude.

2.3 La variation séculaire en Grèce durant le Néolithique

Archeointensities in Greece during the Neolithic period : New insights into material selection and Secular Variation Curve

G. Fanjat¹, E. Aidona², D. Kondopoulou², P. Camps¹, C. Rathossi³ and T. Poidras¹

¹Géosciences Montpellier, CNRS and Université Montpellier 2, 34095 Montpellier, France.

²Department of Geophysics , School of Geology, Aristotle University of Thessaloniki, 54124, Thessaloniki, Greece

³Section of Earth Materials, Department of Geology, University of Patras, 265 04, Rio, Greece

Submitted to Physics of Earth and Planetary Interiors

Abstract

Numerous archeomagnetic studies have provided high quality data for both the direction and the intensity of the geomagnetic field, essentially in Europe for the last ten millennia. In particular, Greece provides a lot of archeological materials due to its impressive cultural heritage and numerous data have been obtained from burnt clays or historical lava flows. The most recent Greek secular variation curves are available for the last 8 millennia for the intensity and the last 6 millennia for the direction. Nevertheless, the coverage still presents several gaps for periods older than 2500 BC. In an effort to complete the Greek curve and extend it to older times, we present the archeointensity results from three Neolithic settlements in Northern Greece. The samples are of two different natures : burnt structures from Avgi (Kastoria, 5400-5100 B.C.) and Vasili (Farsala, 5000-4500 B.C.) and ceramics from Dikili Tash (Kavala, 4800 B.C.) and Vasili (Farsala, 5000-4500 B.C.). The samples have been subjected to a standard rock magnetic analysis in order to estimate the thermal stability and the domain state behavior of the magnetic carriers before archeointensity measurements. Surprisingly, very few ceramic samples provided reliable archeointensities whereas samples from burnt structures presented a very good success rate. Complementary studies, including X-ray diffraction powder and archeological arguments have shown that most ceramic samples probably have been fired to high temperatures (until 800°C). But a wide range of thermal variations within the same firing and also within the same pottery could occur in prehistoric kilns. Moreover, during the Neolithic period, pottery was often fired in reducing kiln atmosphere, and exposed to air at the end of the firing cycle. This leads to the formation of pottery with a brick-colored surface, but a gray core, and does not ensure a stable behavior during laboratory

2.3.1 Introduction

heatings. Therefore, a detailed examination of the matrix color, following archeological information and classification standards can be a decisive test for pre-selection of sherds. In spite of these unsuccessful measurements, we obtained an intensity value of $73.5 \pm 1.1 \mu\text{T}$ for Dikili Tash, a higher value than the other data obtained in the same area, during the same period. However we do not have evidences for a technical artefact during the experiment. We obtained two reliable archeointensities corrected from anisotropy of thermoremanence magnetization for Avgi ($36.1 \pm 1.8 \mu\text{T}$) and Vasili ($46.6 \pm 3.4 \mu\text{T}$). Using these new values and the former directional measurements, we achieved a new dating for these sites by means of the Bulgarian secular variation curve. This dating allows us to include the new results in the Greek reference curves, and initiate its extension towards older periods.

Keywords Secular variation – Archeomagnetism – Greece – Neolithic

2.3.1 Introduction

The origin of the Earth’s magnetic field is a self-sustained dynamo working in the liquid metallic outer core of the planet. The observation of the temporal evolution of the vector field as seen at the Earth’s surface all around the globe can lead to the understanding of the physical processes involved in the Earth’s core dynamo. The acquisition of continuous accurate geomagnetic data is thus of a first importance. Precise and uniformly distributed observations are available for the last three decades. Since the launch of The Oersted and Champ satellites (1999 and 2000, respectively), geomagnetic data have been accurate both in time resolution, intensity and directions, which are essential to understand the Earth’s magnetic field and its dynamic (Olsen et al., 2000; Sabaka et al., 2004; Eymin and Hulot, 2005; Olsen et al., 2006; Lesur et al., 2008; Olsen et al., 2009; Lesur et al., 2010). Before the satellite measurements, geomagnetic data had relied on historical records since 1832 in magnetic observatories and more or less continuous observations had been listed by sailors since the middle of the XVIIth century for the declination and since the middle of the XVIIIth for the inclination (e.g. Jackson and Finlay, 2007, for a review). For these recent times, a high resolution model has been developed by Jackson et al. (2000). Nevertheless, four hundred years of continuous observations are not sufficient to develop a comprehensive model of the outer core flow and the geodynamo. Additional measurements are necessary to improve numerical models and to constrain physical processes of the core flow on millennial time scale. Moreover, well-established data sets from different parts of the world are essential for our knowledge of the geomagnetic field, to develop archeometry (Gallet et al., 2009) and data assimilation (Fournier et al., 2010) or to provide a better constrain of the role of the geomagnetic field on the cosmogenic isotopes production rate (e.g. Lifton et al. (2008); Usoskin et al.

(2008)). To go further back in time, measurements of the fossil field in lava flows, sediments or backed clay could supply longer records (e.g. Korte et al., 2005; Genevey et al., 2008; Donadini et al., 2009, data compilations). Global geomagnetic models have been built to millennial time scales, relying on these data compilations, such as CALS3k.1 and CALS7k.2 models, covering a time interval of 3 ka and 7 ka respectively (Korte and Constable, 2003, 2005). The CALS3k.1 model have been refined and improved in models CALS3k.3 (Korte and Constable, 2008) and CALS3k.4 (Korte and Constable, 2011), with emphasis on archeomagnetic data in order to obtain the highest possible resolution. Using a comprehensive data compilation and recently refined modelling strategies, Korte et al. (2011) built the first time-varying geomagnetic field model spanning over the last 10 millennia. Archeomagnetic data represent a significant part of input in compilations because baked archeological features such as pottery, kilns or other burnt clay structures, provide reliable data as they usually carry a strong and stable thermoremanent magnetization (TRM) acquired during the last firing. Numerous studies have provided high quality data for both the direction and intensity of the geomagnetic field in Europe (e. g. Genevey and Gallet, 2002; Genevey et al., 2003; Kovacheva et al., 2009; Tema and Kondopoulou, 2011, compilations). In particular, Greece owns a substantial number of suitable archeological materials and numerous data are available from such artefacts (Aitken et al., 1984, 1989; De Marco, 2007; De Marco et al., 2008a,b; Spatharas et al., 2011; Aidona and Kondopoulou, 2012) or historical lava flows (Spasov et al., 2010). The most recent Greek secular variation curves (SVCs) are available for the last 8 millennia for the intensity and the last 6 millennia for the direction (De Marco et al., 2008a). Nevertheless, the coverage still presents several gaps for periods older than 2500 BC. In an effort to complete the Greek curve and extend it to older times, Aidona and Kondopoulou (2012) studied in situ Neolithic burnt structures and presented the first Greek directional results for this period. In the present study, we attempt to extend this study by presenting the archeointensity results from three Neolithic settlements in Northern Greece. In the first part of this paper, we describe in detail the archeological sites, followed in a second part by rock magnetism archeointensity procedures. In a third part, the results are presented. Finally we discuss the reliability of these results, the difficulties encountered and a comparison of our results with an appropriate data selection in the Balkan area is attempted, including a new archeometric dating.

2.3.2 Archeological context and sample description

Before we proceed to the archeological information about the studied sites, we estimated as necessary to give some information about the nature of the structures that are likely to provide suitable material for the Prehistoric period.

2.3.2 Archeological context and sample description

Firing places during the Greek Neolithic

The Neolithic is generally bracketed between 6800-3200 BC for the Balkans, and is subdivided into four main periods; the Early, Middle, Late and Final Neolithic, or Chalcolithic, marking the initiation of the Bronze Age. Though traces of fireplaces had been found in the area since the Early Neolithic, the use of ceramic technology was expanded in Greece during the 6th millennium BC, before the rest of Europe (Andreou et al., 1996). Firing places can be divided in two groups, according to their use : pottery kilns and domestic constructions such as hearths and ovens. In the first case, a rather simple scheme would include a hollow in the ground, with stones as a basis. The pottery was covered by branches and the whole system was closed by raw clay. Repeated heatings solidified the kiln. The general baking temperature could reach 850°-900°C after approximately 8-9 hours of burning. At a latter stage, circular or cylindrical kilns, with a unique firing chamber and a roof have been used. After the end of each firing event, the roof was destroyed in order to take the products out. Due to their construction form, and to their emplacement in the open air, very few Neolithic pottery kilns have remained, at least in Greece. On the contrary, excavated hearths and ovens are numerous since they were protected within the houses. Hearths are synonymous with open-air firing and present three variants, among which the most common in the area are flat or very shallow. Ovens imply firing in a closed space and were made either of clay which was solidified through successive stepwise heatings, or of a mixture of stones and pottery sherds (Prévost-Dermarck, 2002). The pottery production in all the sampling areas of this study was abundant but rich multi-disciplinary information is available only for Dikili Tash. Nevertheless, due to the recent character of some of the excavations -Avgi and Vassili- the corresponding pottery was not available for Avgi and only basically studied for Vassili. For this second case we have tried to complete the gaps by exploring the existing bibliography in order to ensure the provenance of the studied ceramics within a reasonably-for archeomagnetic purposes- narrow area.

Description of the archeological sites

Dikili Tash The prehistoric site of Dikili-Tash is located at 2 km from the modern town of Krinides-SE part of the Drama plain-in Eastern Macedonia, Greece (Fig. 2.7). Systematic excavations started in the early 60's and are still ongoing under the supervision of Greek and French teams. The settlement is a major reference site for Neolithic periods in SE Europe and the Aegean due to its continuous occupation from at least 5500 BC -phase I- and until around 1000 BC-phase IV. During the 1986-1996 program, habitation remains were found and studied from the early phases (phase I, ca 5500-4800 BC) and later phase IIc, ca 4400-4200 BC, as well as Early Bronze Age and Late Bronze Age.



FIGURE 2.7 – Map of NW part of Greece, showing the sampling locations.

All houses were made of clay and contained ovens of domestic use and important findings of pottery (Darcque et al., 2007). From the phase I of the settlement, a well-preserved oven and a cooking pot on a tripod with grains allowed two datings : thermoluminescence for the oven (4920+/-310 BC, Roque et al. (2002)) and radiocarbon for the grains (4917-4808 cal. BC, Treuil (1992)) while for the phase II (end of Late Neolithic) several hearths and ovens and abundant ceramics were excavated. The passage from one phase to the other is fairly continuous, with a short hiatus in pottery. Twelve non-decorated ceramics fragments were selected for the present study (Fig. 2.8). They were found close to ovens unearthed during 1986-1989 excavations, mostly the oven "600". The clay is of local origin, mostly 5-6 kms from the settlement, thus ensures safe conditions for "local" firing, excluding transport and commerce of the ceramics (Tsirtsoni, personal communication).

Avgi Further to the West, the second sampling was done in the recently excavated Neolithic site of Avgi (sampling code AVG), located at 740 m above sea level near the city of Kastoria (Fig. 2.7). The settlement covers 50-60000 m² and is characterised as "plane extended", including distinct architectural features, which correspond to various occupation phases during the second half of the 6th millennium BC (Avgi I) and part of the 5th millennium (Avgi II). Our study area is located within Avgi I and is characterised by extended and concise destruction levels. These represent at least 7 buildings fired and collapsed "in situ", made of wood, clay and wattle and daub parts (Fig. 2.8). The burnt floor is clearly visible as well as hearths, ovens, and stone tools. Radiocarbon datings have been performed in several samples from the settlement indicating calibrated ages

2.3.2 Archeological context and sample description

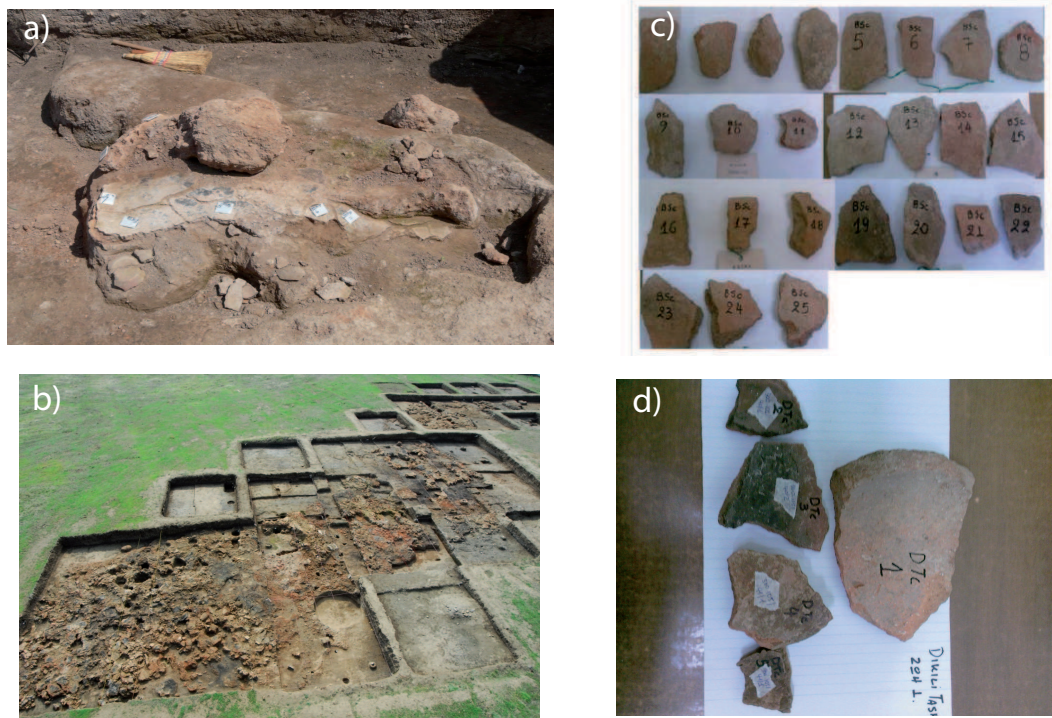


FIGURE 2.8 – a) Avgi (AVG) burnt structure, b) Vasili (BS) burnt structures, c) Vasili (BS) ceramics, d) Dikili Tash (DT) ceramics.

spanning from 5656 to 4961 BC at 95% probability level. The ^{14}C results in combination with the stratigraphic evidence and the study of the ceramics, allow the relative chronology of the two phases to be established (Stratouli and Bekiaris, 2008). From this site nineteen oriented samples have been collected.

Vasili The sampling area of Vasili (sampling code BS) is located in Central Greece, close to Farsala city, Thessaly (Fig. 2.7). The excavation, due to the installation of a natural gas pipe in the area, brought to light a part of a Neolithic settlement characterised by burnt structures (Fig. 2.8). The Neolithic layers were found in a depth of 0.90 m. Above these layers, several graves from the Hellenistic period were excavated, putting an "ante quem" chronological limit of the settlement. Neolithic deposits have a maximum thickness of 1.5 m. These deposits belong mainly to the Late Neolithic period and more specifically in the first half of the 5th millennium BC, while there is evidence for a second short-period inhabitation in the Final Neolithic period, in the second half of the 4th millennium BC. Radiocarbon datings confirm the archeological estimations and are spanning from 4750-4500 BC calibrated values at 95,4% probability level (Toufexis, oral communication). Thirteen independently oriented samples have been collected for our study. Additionally, twenty-five ceramic samples from undecorated pottery fragments found in the vicinity of the burnt structures have been collected for the archeointensity

experiments (Fig. 2.8). Their exact provenance is not known. Therefore we explored in detail the available bibliography on possible traffic routes for the abundant ceramic production in prehistoric Thessaly. The dense population and the presence of several production centres in the area made exchanges inevitable. They started during the transition from the Middle Neolithic to the Late Neolithic. This interval is close to our samples dating. Traffic routes expanded NEastwards, towards the Pieria province, and Westwards, towards Central/West Macedonia (Schneider et al., 1991). Both distances do not exceed 150 km.

2.3.3 Experimental procedures

Rock magnetism

Low-field thermomagnetic curves Low-field susceptibility versus temperature experiments (K-T curves) allow to determine the Curie temperature and the stability of the magnetic carriers upon heatings. At a first stage, thermomagnetic curves have been obtained for at least one specimen from each sample using a Bartington furnace in free air in the University of Thessaloniki. Moreover, additional K-T curves in representative specimens have been performed in the University of Montpellier. First, a piece of archaeological material was crushed in an agate mortar and sieved to collect the 0.8-0.4 mm size fraction. Then K-T curves were acquired at low-temperature by means of a cryostat apparatus (CS-L) and at high-temperature under Argon using a furnace (CS-3) coupled to the KLY-3 Kappabridge instrument (Agico, Czech Republic). The studied material was first heated from the liquid nitrogen temperature (78 K) to about 650 °C and cooled down to room temperature. Finally the low temperature measurements were repeated from 78 K up to room temperature in order to see if any change occurred. The data were corrected for the empty holder and normalized to the maximum susceptibility (Fig. 2.9).

Isothermal remanent magnetization Isothermal remanent magnetisation (IRM) was imparted with an impulse magnetizer along three orthogonal axes with values of 0.2 T, 0.5 T and 2 T, respectively. Stepwise thermal demagnetization of this composite IRM (Lowrie, 1990) was performed in order to obtain unblocking temperatures of soft-, medium- and hard magnetic components. In order to infer the possible domain state of the main magnetic carriers the Lowrie-Fuller test (Lowrie and Fuller, 1971) was applied to selected samples. This test does not diagnose the domain structure but it is a useful indicator for the relative domain grain size (Xu and Dunlop, 1995). A simple form of this test is to compare the relative alternating field (AF) stability of TRM and SIRM (Saturated Isothermal Remanent Magnetization). For SD grains TRM is more resistant to AF than SIRM and for MD grains the opposite occurs. Samples were first AF dema-

2.3.3 Experimental procedures

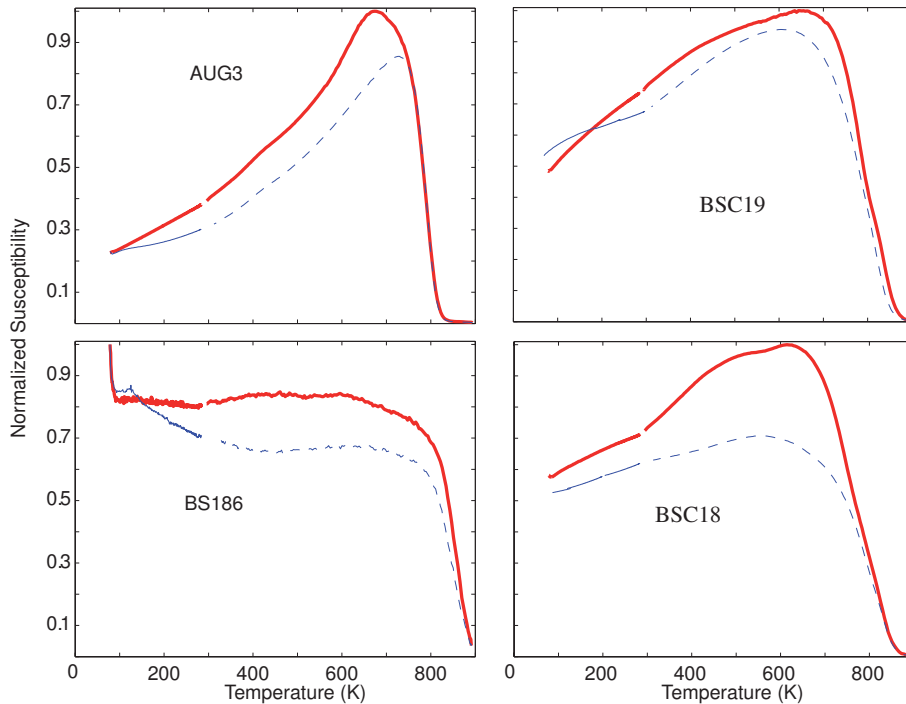


FIGURE 2.9 – Thermomagnetic curves at low- and high-temperature in Kelvin for samples AUG3 (burnt structure), BS186 (burnt structure), BSC19 (ceramic) and BSC18 (ceramic). The first heating from liquid nitrogen temperature (78 K) is the thick red curve and the second heating is the fine blue curve. The dashed line is the cooling part of the experiment.

gnetized up to 100 mT and then an isothermal remanent magnetization was imparted (1T) followed by the AF demagnetization of IRM up to 100 mT. The Lowrie-Fuller test is successful when the main carrier of magnetization is magnetite, in all other cases its interpretation is ambiguous (Xu and Dunlop, 1995).

X-Ray spectroscopy Ceramic samples from the archeological sites of Vasili and Dikili Tash have been subjected to mineralogical analysis. The purpose is to estimate the firing temperature after the elucidation of mineral phases in their ceramic bodies. The presence or absence of specific mineral assemblages determines the degree of thermal transformation which has occurred in the clay paste of ceramics during the firing procedure and as a consequence the firing temperature during the operation of kilns can be estimated (Maggetti, 1981; Cultrone et al., 2001; Bauluz et al., 2004; Maritan et al., 2006; Moroni and Conti, 2006; Rathossi and Pontikes, 2010; Rathossi et al., 2011). X-ray powder diffraction analysis (XRPD) was used for the mineralogical characterisation of ceramic samples. The analysis was carried out by using a Bruker D8 Advance Diffractometer with Ni-filtered Cu-K α radiation, operating at 40 kV, 40 mA, and detected using a Bruker LynxEye® detector at the Department of Geology, University of Patras. Qualitative analysis of minerals was performed by the DIFFRACplus EVA® software (Bruker-AXS) based on the ICDD Powder Diffraction File. The XRPD results of the

examined ceramic samples reveal either the presence of primary minerals representative of their raw materials or the crystallization of new high-T minerals which are the result of reactions between the decomposed primary minerals as the temperature raises.

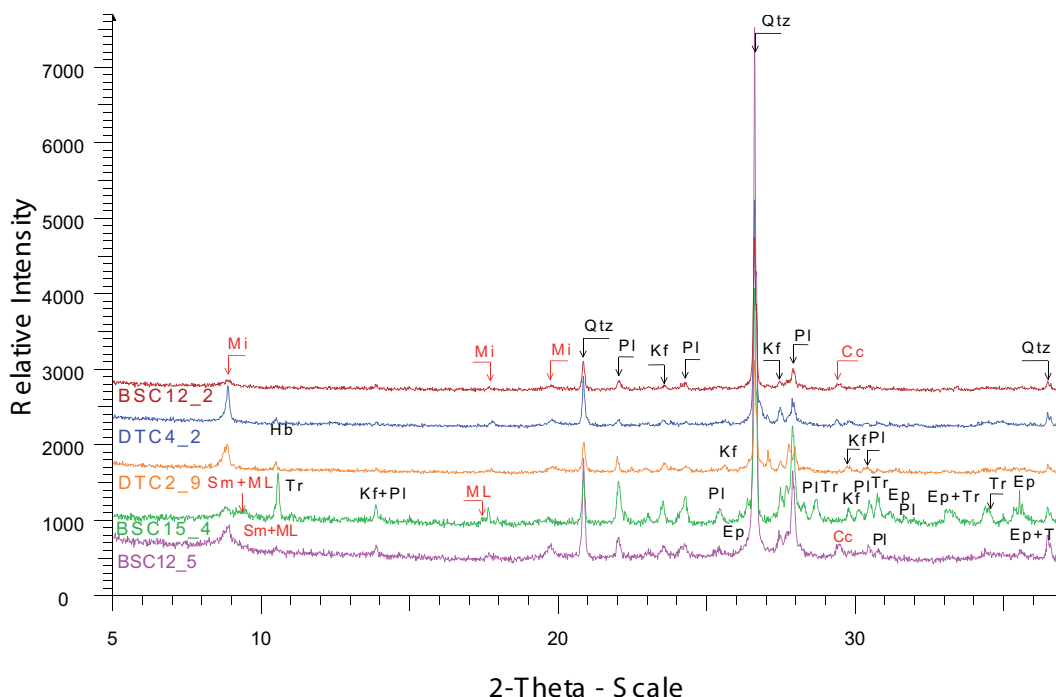


FIGURE 2.10 – X-Ray Powder Diffraction patterns for samples BSc12-2, BSc12-5, BSc15-4, DTC2-9 and DTC4-2. Abbreviations : Pl=plagioclase (albite or bytownite), Kf=k-feldspar (orthoclase), Di=diopside, Gh=gehlenite, Hb=hornblende, Tr=tremolite, Ep=epidote, Cc= calcite, Mi= white mica (illite, muscovite), Sm=smeectite, ML=mixed-layer clay minerals.

Samples from Vasili (Farsala) : BSC12-5 and BSC15-4 seem to be fired at low temperature $\approx 600^{\circ}\text{C}$, as evidenced by the lack of new high-T minerals and by the preservation of primary calcite and clay minerals such as illite, smectite, mixed-layer phase (e.g. illite/smectite, smectite/chlorite), (Fig. 2.10). For the sample BSC12-2, the lower intense peaks of white mica (illite, muscovite) and the almost complete decarbonisation of calcite indicate higher firing temperature circa 750 and 800°C (Fig. 2.10). On the contrary, the starting of neo-crystallization of gehlenite as indicated by the weak reflection at 2.86 \AA in sample BSC25-4 and the presence of gehlenite and also diopside and spinel in sample BSC2A-2 in combination with the complete destruction of clay minerals in both samples assess that the firing T ranged between 800 and 850°C and between 850 and 900°C respectively. Weak reflections indicate that low amounts of hematite and magnetite are also included in the mineralogical composition of both last samples.

Samples from Dikili Tash : the mineralogical constituents of ceramic sample DTC1-4 testify that the firing was at temperatures high enough to decompose the clay minerals but as the neo-crystallization has just been started, the firing temperature can be estimated around 800 - 850°C (Fig. 2.10). The well-preserved basal reflections of white mica

2.3.3 Experimental procedures

as well as the almost complete decarbonation of calcite and the absence of new minerals in samples DTC2-9, DTC4-2 imply that they have been fired at a little bit lower temperatures, around 750-800°C (Fig. 2.10).

Archeointensity experiments

Experimental procedure Archeointensity measurements were carried out in the laboratory of Geosciences Montpellier, using the Thellier and Thellier (1959) procedure in its original form, including regular partial thermoremanent magnetization checks (pTRM checks). Samples were heated and cooled twice for each temperature T_i . At each temperature T_i , the samples were cooled in an induced field of 45 μT oriented along the z -axis of the core during the first cooling and in the opposite direction during the second one. Nine temperature steps were performed from room temperature to maximum 440°C with decreasing increments as the temperature increased (60-50-30). Every two temperature steps, a pTRM check was performed to detect any alteration in the pTRM acquisition capacity. All heating-cooling cycles were done under a vacuum better than 100 Pa in order to limit possible oxidation during the experiment. Each heating-cooling cycle required between six and eight hours. Temperature reproducibility between heatings at the same step is within 1°C. This control is ensured by means of three thermocouples placed at different positions within the heating chamber. The intensity of laboratory field is maintained with a precision better than 0.1 μT . After each heating-cooling cycle, the remanent magnetization of each sample was measured by means of a JR-5A spinner magnetometer.

Anisotropy correction Archeomagnetic features such as kilns, bricks or ceramics are often characterized by a strong magnetic anisotropy (Aitken et al., 1981; Veitch et al., 1984). Hence, the strength of the artificial TRM acquired in the laboratory is directly dependant on the direction along which the magnetic field is applied. Unless the magnetic field is applied along the direction of the ancient field, an error will be introduced in the determination of the paleointensity. The importance of this error depends directly on the degree of anisotropy of the sample and on the relative orientations of the ancient and laboratory fields with respect to the principal anisotropy axes. A solution to correct this error is to determine the anisotropic tensor of each sample. Chauvin et al. (2000) have shown that AMS, AARM and TRM ellipsoids present the same orientation of the principal axes but their shapes are different. In order to obtain accurate data, we chose to correct the archeointensity measurements by means of the TRM anisotropy. The TRM tensor was determined at 440°C by remagnetizing the samples in +X, -X, +Y, -Y, +Z, and -Z directions. Between each remagnetization step, the samples were thermally demagnetized in order to measure the baseline. The procedure of TRM ellipsoid

is time consuming and 12 heatings are necessary. All measurements were corrected for the anisotropy in agreement with the Veitch et al. (1984)'s method.

Cooling rate correction

The effect of the cooling rate (CR) on the acquisition of a TRM was first reported by Néel (1955) and later by Dodson and McClelland (1980) and Walton (1980), before being applied to archeomagnetism (Fox and Aitken, 1980; McClelland-Brown, 1984). For baked clays carrying single domain magnetic grains, the TRM acquired during a fast cooling is lower than the one acquired during a slow cooling. The effect of the CR on our samples was evaluated using the experimental procedure of Chauvin et al. (2000). Firstly, two heating-cooling cycles were performed at the temperature of 400 °C using a slow and a fast cooling rate : TRM_1 is the TRM acquired during a fast cooling (3h) and TRM_2 is the TRM acquired during a slow cooling (12h). The effect of the cooling rate was calculated by the ratio r_1 defined as :

$$r_1 = \frac{TRM_2 - TRM_1}{TRM_1}. \quad (2.1)$$

Then a third TRM, TRM_3 , was acquired by the samples by means of the same procedure as the initial one. Changes in the TRM acquisition of the samples was evaluated by the ration r_2 defined as :

$$r_2 = \frac{TRM_3 - TRM_1}{TRM_1}, \quad (2.2)$$

which reports the alteration of the magnetic carrier properties. For each sample, we compared the two factors. The CR correction was considered significant only if the ratio r_2 was close to 0 or lower than r_1 .

2.3.4 Results

Rock magnetism

Thermomagnetic curves from the burnt structures and the majority K-T curves from the ceramics (more than 75%) show a good reversibility in spite of different shapes (Fig. 2.9), suggesting few mineralogical changes during heating. Curie points were calculated using the method of second derivative and vary between 520 and 580°C. This indicates that magnetite or Ti-poor titanomagnetite are the main magnetic carriers. The sharp decrease of the susceptibility at the Curie temperature denotes a rather homogeneous chemical composition at the sample scale. On the contrary, K-T curves from few samples, for example BSC18 (Fig 2.9), are not reversible and indicate that these samples are not stable against heating. These samples are not suitable for Thellier-Thellier experiments.

The thermal demagnetization of 3-axes composite IRM indicates the dominance of the soft component (x-axis, 0.05 T) in all cases (Fig. 2.11). Given that all previous

2.3.4 Results

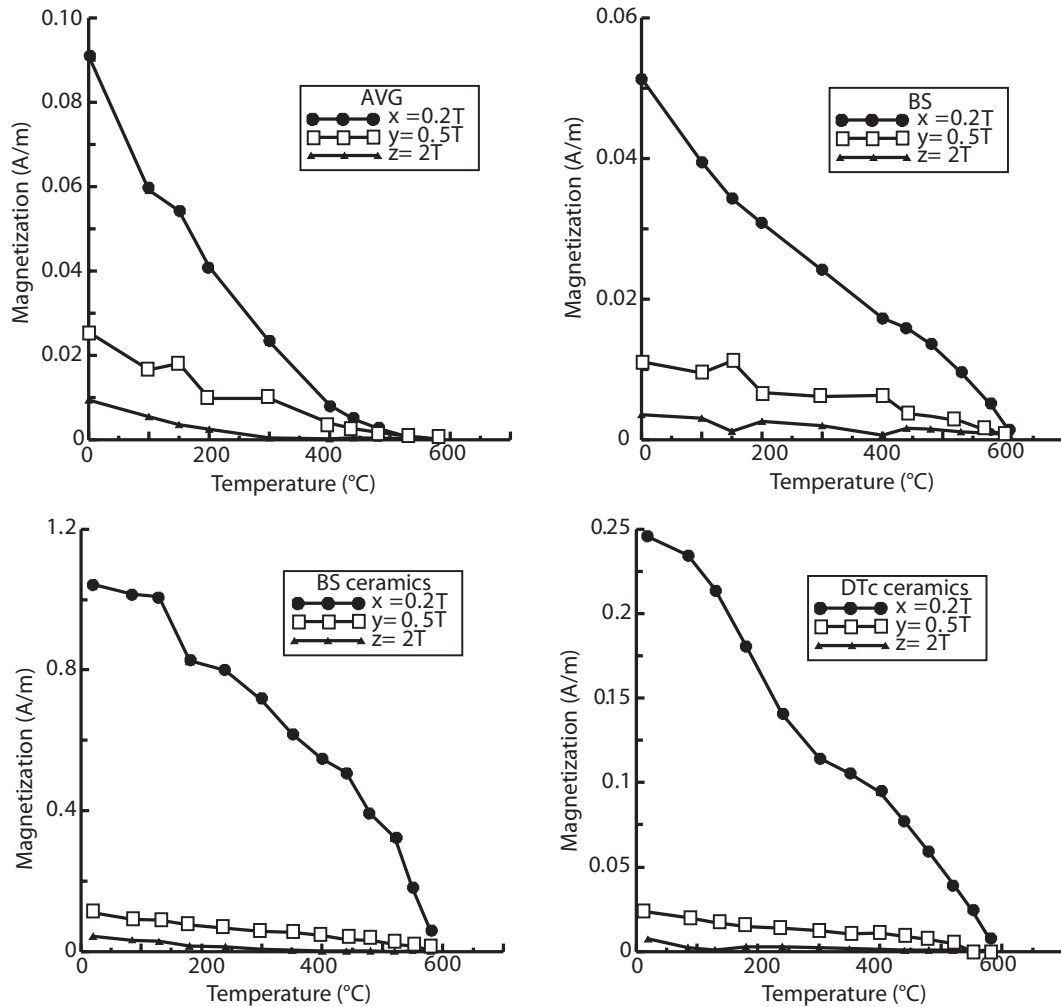


FIGURE 2.11 – Thermal stepwise demagnetization of the 3-axis IRM (0.2T 0.5T and 2T) of representative samples from AVG (burnt structure), BS (burnt structure and ceramic) and DT (ceramic).

experiments have confirmed the presence of magnetite as the main magnetic carrier, AF demagnetization of NRM and IRM (Lowrie-Fuller test) was applied in order to assess the possible domain state of the samples. As shown in figure 2.12, NRM decay curves are above the IRM ones indicating the presence of single or pseudo-single particles. Moreover, in the case of AVG and BS structures, the dominance of a low component carrier is confirmed as the samples are almost fully demagnetized at 100 mT. For the ceramics (BS and DT) a small viscous component of magnetization is observed in the first steps as well as contribution of SD magnetite or maghemite since the demagnetization of the samples is not complete at 100 mT.

Archeointensity Results

Selection criteria Archeointensity data were interpreted using the Thelliertool software provided by Leonhardt et al. (2004). Using the statistical parameters introduced

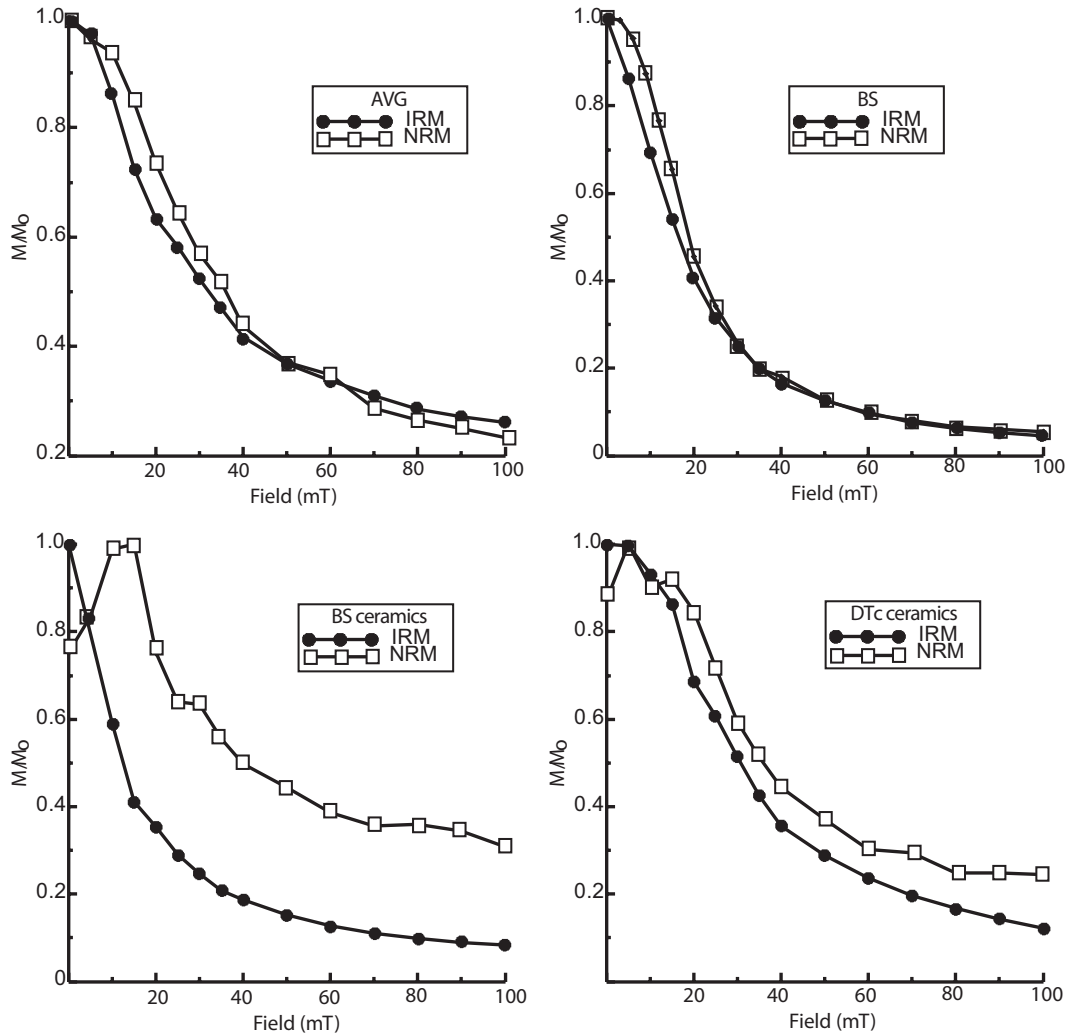


FIGURE 2.12 – *NRM and IRM AF-stepwise demagnetization (normalized by their respective maximum) for representative samples of AVG (burnt structure), BS (burnt structures), BS (ceramic) and DT (ceramic).*

by Coe et al. (1978) and modified by Prévot et al. (1985), we adopted a standard set of criteria derived from those of Selkin and Tauxe (2000) to interpret each individual archeointensity data and filter out those of poor technical quality. They are based on three types of consideration :

- Archeointensity measurements were represented by means of Arai diagrams in which the NRM remaining is plotted against the TRM acquired after each heating step. The slope of the least-squares-fit line computed from the linear part of these plots gives an estimate of the intensity. A value is rejected when the linear segment is defined by less than four points ($n < 4$) or does not exceed more than 30% of the total NRM ($f < 0.3$).
- pTRM checks must be performed to assess the reliability of an archeointensity value and to estimate the thermal alteration of the magnetic properties for each

2.3.4 Results

sample. We quantified the difference between two pTRM acquisitions at the same temperature by means of the Difference Ratio (DRAT) parameter. DRAT corresponds to the maximum difference measured in percentage between repeated pTRM acquisition normalized by the length of the selected NRM-TRM segment. We fixed arbitrarily an acceptable threshold at 10%.

- Finally we checked on the Zijdeveld plots computed from the archeointensity experiments that the NRM fraction used to calculate the intensity corresponds effectively to the characteristic remanent magnetization (ChRM) of the core. The low-temperature part of the NRM may contain natural secondary magnetizations, and at high temperature a chemical remanent magnetization may be acquired during the laboratory heating. This check is achieved qualitatively by a visual inspection of the vector endpoint diagrams. The points in the selected interval should trend toward the origin if the NRM is the ChRM.

Results All archeointensity results are summarized in Table 2.1 and selected examples are presented in figure 2.13. We obtained a high success rate for samples from burnt structures AVG (11 over the 12 samples) and BS (9 over the 10 samples). On the contrary a low success rate was obtained for ceramics from Dikili Tash (4 over the 10 samples) and no archeointensity could be determined on the 20 ceramic samples from Vasili. Successful archeointensities were observed through well-defined straight segments on NRM-TRM curves over a large range of NRM fraction ; 66% of archeointensity estimates are calculated with a NRM fraction greater than 40%. The visual analysis of the Zijdeveld diagrams show that our samples had a single component pointing toward the origin for most of the samples. The CR test gives very small correction coefficients r_1 , between 1.1 to 5% and the alteration coefficients r_2 are comprised between 1.2 to 6%. For each sample CR and alteration coefficients are very close, thus it is impossible to distinguish the contribution of CR from the contribution of alteration in the variation of the pTRM. That is why we decided to do not apply CR corrections on the final results. The anisotropy correction factors are reported in Table 1. The effect of anisotropy of TRM is relatively important and the factor correction ranges from 0.83 to 1.05 with an average value about 0.93. In most cases, the corrected archeointensity is lower than the uncorrected one. For each site we obtained a well defined mean value corrected for the A-TRM, but the quality factor q ranges from 2.83 to 69.4. Thus we calculated a weighted mean archeointensity H_m for each site, as recommended by Coe et al. (1978), with weights given by the standard error σ_i :

$$H_m = \frac{\sum w_i H_i}{\sum w_i} \quad (2.3)$$

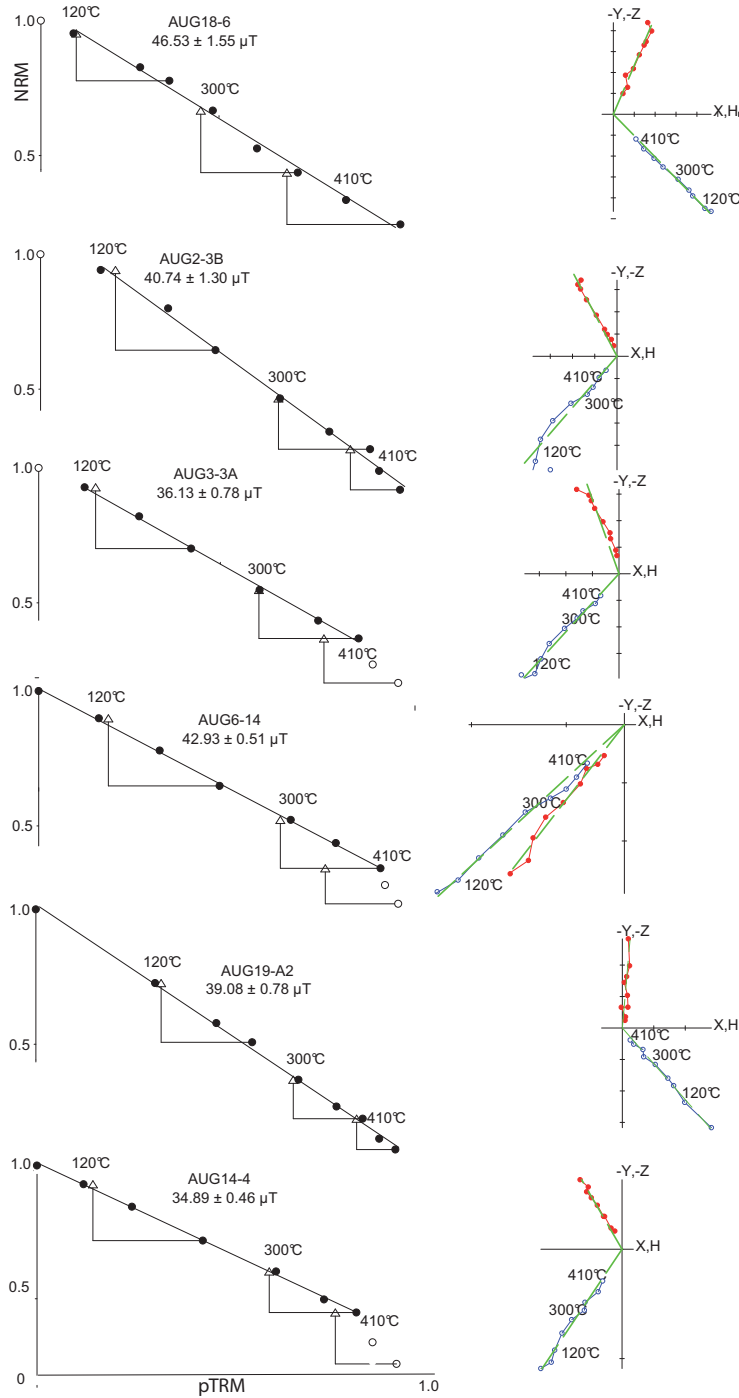


FIGURE 2.13 – Composite Arai diagrams for samples from Avgi and their respective Zijderveld plot Solid (open) circles are NRM-TRM points accepted (rejected) to calculate the least squares line used to estimate the paleointensity. Triangles denote the pTRM checks. NRM and TRM are normalized by the NRM max and TRM max, respectively. For Zijderveld plots, projections are in geographical coordinates. Solid (open) symbols represent projections into horizontal (vertical) planes

where $w_i = 1/\sigma_i^2$. To estimate the mean standard error σ_m , we used the standard expression :

$$\sigma_m = \left(\frac{\sum (H_m - H_i)^2}{n(n-1)} \right)^{1/2}, \quad (2.4)$$

2.3.4 Results

where n is the number of measurements for a site. For AVG, BS and DT sites, the individual archeointensity estimates are fairly coherent when they are compared within a single site, as attested by the small mean standard errors σ_m , being inferior to 8% for the three sites.

TABLE 2.1 – Archeointensity results. n is the number of points in the interval of temperature T_{min} - T_{max} used to determine the paleointensity; The fraction of NRM (f), the quality factor (q), the weight factor (w); DRAT corresponds to the difference ratio between repeat pTRM steps normalized H is the uncorrected paleointensity estimate for individual specimen and uncertainty; \mathcal{F}_{aTRM} and \mathcal{F}_{CR} are the scaling factors for TRM anisotropy and the weighted averages for uncorrected paleointensities H , ATRM corrected paleointensities H_{aTRM} , and ATRM plus cooling rate corrected paleointensities $H_{aTRM,CR}$. Uncertainties around the estimate of the means are quoted with standard errors.

Sample	n	T°C min-max	f	q	w	DRAT %	H μT	\mathcal{F}_{aTRM}	H_{aTRM} μT	VADM 10^{22} A.m^2
AVGI										
AVG1-7-	5	20-300	0.48	4.38	2.52	3.98	44.5 ± 3.6	0.9825	43.8 ± 3.5	
AVG2-3B-	8	120-440	0.72	19.0	7.76	4.89	40.7 ± 1.3	0.9970	40.6 ± 1.3	
AVG3-3A-	6	120-380	0.55	20.4	10.2	3.67	36.1 ± 0.78	0.9580	37.5 ± 0.78	
AVG6-14-	7	20-380	0.65	46.0	20.5	2.24	42.9 ± 0.51	0.9358	40.1 ± 0.48	
AVG12-8-	4	120-300	0.36	6.7	4.7	5.02	43.8 ± 1.5	1.0059	44.0 ± 1.5	
AVG14-4-	7	20-380	0.55	34.3	15.4	2.34	34.9 ± 0.46	1.0118	35.5 ± 0.47	
AVG16A-	5	20-300	0.45	3.49	2.01	2.38	44.3 ± 4.2	0.9969	44.1 ± 4.2	
AVG17-3A-	4	120-240	0.48	69.4	49.1	2.85	35.0 ± 0.15	0.9786	35.4 ± 0.15	
AVG18-6-	8	120-440	0.70	17.8	7.24	2.46	46.5 ± 1.6	0.9523	47.1 ± 1.5	
AVG19-A2-	9	20-440	0.87	30.0	13.6	1.41	39.0 ± 0.80	0.9404	37.5 ± 0.75	
AVG20A-	4	20-240	0.30	2.83	2.00	2.64	38.1 ± 2.5	0.9202	36.3 ± 2.3	
							unweighted average :		40.2±1.2	6.90± 0.21
							weighted average :		36.1±1.8	6.20± 0.31
Vasili										
BS16-1-5-	5	20-300	0.60	8.70	5.02	4.32	27.2 ± 1.3	0.9461	25.7 ± 1.2	
BS16-4-3-	7	20-380	0.57	14.8	6.63	3.57	45.5 ± 1.4	0.9817	43.6 ± 1.4	
BS16-5-3-	7	20-380	0.54	8.98	4.01	3.96	46.0 ± 2.2	0.9575	43.5 ± 2.1	
BS16-7-3-	7	120-410	0.45	13.3	5.95	8.77	55.0 ± 1.5	0.9471	51.4 ± 1.4	
BS18-1-4-	7	20-380	0.45	7.86	3.51	4.30	70.5 ± 3.4	0.9399	63.2 ± 3.2	
BS18-2-3-	6	120-380	0.37	5.34	2.67	7.28	59.5 ± 3.6	0.8964	49.8 ± 3.2	
BS18-5-4-	5	20-300	0.39	6.92	3.99	1.13	52.7 ± 2.2	0.8372	52.1 ± 1.8	
BS18-6-3-	10	20-450	0.68	58.7	22.2	4.90	48.4 ± 0.4	0.9885	48.1 ± 0.40	
BS18-6-5-	9	120-440	0.65	17.5	6.61	4.49	52.9 ± 1.7	0.9950	51.3 ± 1.7	
							unweighted average :		47.6±3.4	8.17 ± 0.58
							weighted average :		46.6±3.4	8.00 ± 0.58
Dikili Tash										
DTc1-1-	9	100-410	0.37	6.8	2.6	7.94	83.7 ± 3.9	0.90	75.3 ± 3.5	
DTc3-2-	9	150-410	0.46	3.3	1.4	6.00	85.6 ± 9.6	0.90	71.9 ± 7.0	
DTc4-1-	9	100-410	0.54	5.7	2.2	2.15	87.4 ± 7.1	0.82	71.7 ± 5.0	
DTc11-	8	100-390	0.53	4.2	1.7	6.94	90.1 ± 9.3	0.79	71.2 ± 7.5	
							unweighted average :		72.5 ±0.9	12.5 ± 0.15
							weighted average :		73.5± 1.1	12.6 ± 0.19

Directional results

TABLE 2.2 – Mean $ChRM$ directions for AVG and BS. N/No : number of specimens contributed to the calculation of the mean direction / total number of the studied specimens. D , I : averaged declination and inclination of the sites. α_{95} : semi-angle of the confidence's cone. k : concentration parameter.

Site	Coordinates (θ, λ)	N/No	$D(^{\circ})$	$I(^{\circ})$	α_{95}	k
AVGI (AVG)	40.5°, 21.3°	34/39	8.3	53.2	3.4	54
VASILI (BS)	39.3°/22.3°	27/28	358.9	43.7	3.5	63

Accurate directions for the sites AVG and BS (ovens) were recently obtained by Aidona and Kondopoulou (2012). Nevertheless, we took advantage of the archeointensity experiment since it was performed on oriented samples, in order to check if, by adding

new entries, these results could be improved. For this purpose we calculated new D and I values from the specimens that were retained for the archeointensity calculations. The total set of available archeodirections is presented in table 2.2.

2.3.5 Discussion

Quality of the results

The total failure of the archeointensity experiments for BS ceramics and the partial one for DT, in spite of all classical selection criteria applied successfully, motivated us to search for any possible additional information. The X-Ray diffraction results are important to discuss the firing temperature of ceramics. As a general remark and with only two exceptions, the initial firing temperatures for the BS and DT ceramics, prior to the laboratory heatings, are sufficiently high to ensure formation of magnetic minerals and to work on a total TRM acquired during the last firing. This can not explain the bad results obtained for these artefacts. The ceramic samples always show important transformations against heatings, which is illustrated by un-reproduced pTRM checks in Arai plot (Fig 2.14,a). This can lead to the acquisition of a chemical remanent magnetization that superposes to the NRM. Actually, the acquisition of such magnetization must show in core coordinates a progressive deviation of the demagnetization curve in the vertical plane towards the vertical axis direction since the laboratory field is applied along the core z -axis (Fig.2.14,b). A quantitative estimate of this process can be done by means of the z parameter (Camps et al., 2011). Moreover, several samples yielded an important secondary component (Fig. 2.14,c), which can disturb the measurements.

An ultimate effort to explain the failure of the experiment on BSc sherds was provided through a bibliographic search. Several important aspects of the clay properties and heating procedures, especially for prehistoric sites, have been unexploited, at least in the archeomagnetic studies in the broader Balkan area. For instance, a pioneer study by Coey et al. (1979), introduces the use of hysteresis loops and color classification for characterizing potsherds. It is demonstrated that prehistoric potters would not have achieved perfectly reproducible conditions on different days or kilns. Furthermore, Goselain (1992), on the basis of experimental data from prehistoric firing places, defines heating rate and time of exposure as the most important parameters to assess ceramic technology. Moreover, he demonstrated a wide range of thermal variations within the same firing and also the same pottery. Consequently, defining the firing temperature on a pottery sherd cannot be representative for the whole collection. Another important information is that in a part of the Neolithic period, pottery was often fired in reducing kiln atmosphere, and exposed to air at the end of the firing cycle. This leads to the formation of pottery with a brick-coloured surface, but a grey core Wagner et al. (1998a). This feature is the one we met when the sherds from BS were broken and does not

2.3.5 Discussion

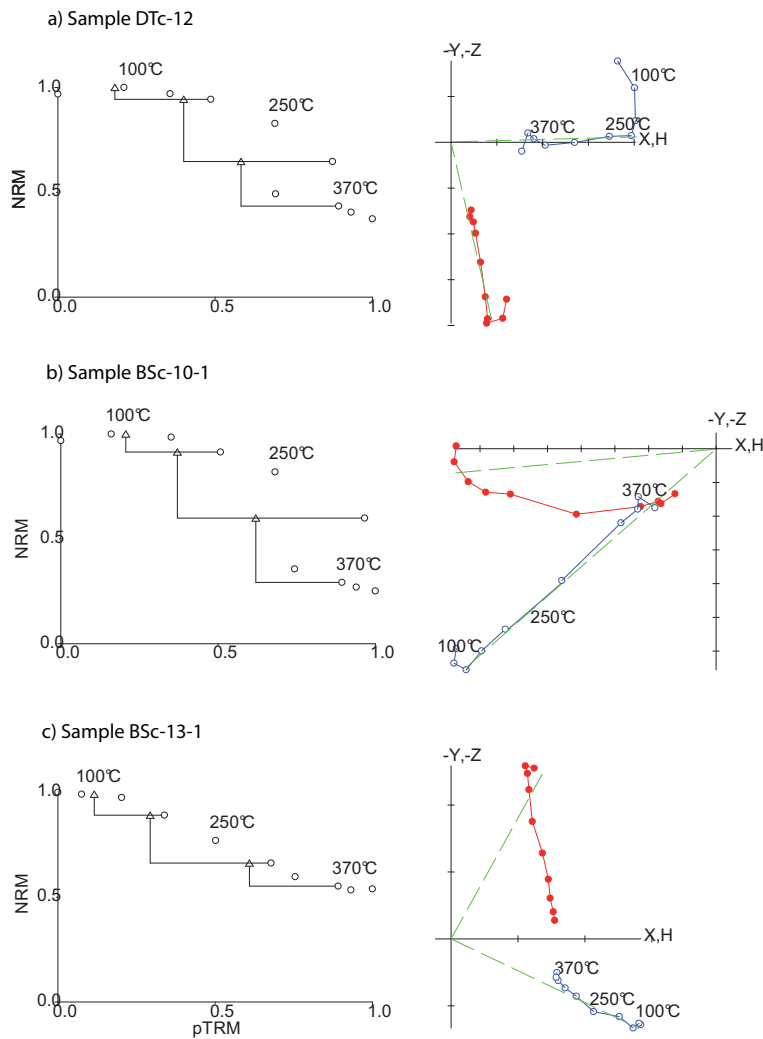


FIGURE 2.14 – Composite Arai diagrams and their respective Zijdeveld plot for rejected samples a) Dtc-12, b) Bsc-10-1 and c) Bsc-13-1. Same legend as Fig. A8

ensure a stable behavior during laboratory heating. Unfortunately this is the only test impossible to perform during samples selection in museums or excavation store rooms, due to severe archeological restrictions.

Comparison with other data

The last step to the evaluation of the present results is a comparison with the only archeointensity data obtained for this period in the same area (Thomas, 1981, 1983). Three prehistoric sites were investigated in the Greek mainland, among which the well known Sesklo and Dimini in Thessaly, some 40 kms east of BS. The very poor stratigraphic information available at that time was counterbalanced by several thermoluminescence results (Liritzis, 1989) and only the corresponding samples were used for the archeointensity experiment. This restriction explains their limited number -9 from Sesklo and 7 from Dimini- with ages spanning from 5918 ± 570 BC to 3359 ± 380 BC, comparable to our

BS site. The author performed a considerable number of tests about possible alteration, partial refiring, and a variety of methods, apart the Thellier one, to calculate intensities, namely the ARM (anhysteretic remanence) and SIRM corrections. The cooling rate was calculated as analogous to the natural one and no anisotropy correction was applied, after tests which, according to the author, did not reveal significant anisotropy values. The final reliable intensity values are derived from only 8 samples, with only one measurement on each of them. The mean calculated value is $44.05 \pm 5.6 \mu\text{T}$ and converges with the one we obtained in the BS burnt structures. We believe that these two values can be retained as characteristic for the area and the period. If an explanation has to be given for the success, even on a limited number of samples, of the Sesklo and Dimini sherds, against the failure of the BS ones, the only plausible reason could be found in the color differences. Indeed, all the former present homogeneous hues between orange, pale orange and purple, while BS sherds hide below their red/brown outside a blackish core.

In order to compare our data to the other Greek and Bulgarian archeointensity values available in the bibliography, we calculated the Virtual Axial Dipole Moment (VADM) for all the data. BS and AVG values are in agreement with the other bibliographic data as well with the Balkan SVC (Fig. 2.15). Most of data available for the Neolithic period in the Balkans come from Bulgaria. As pointed out by Genevey et al. (2008); Donadini et al. (2009); Tema and Kondopoulou (2011), Greek archeointensities for this period are lower than the Bulgarian archeointensities, whereas our new results do not seem to follow this tendency (Fig. 2.15,a). It denotes probably a bias in measurements and underlines the problem of the selection data to build the global and regional models. This difference may be explained by a non systematic correction for the anisotropy of TRM and for the cooling rate, magnetic alteration non-detected in previous studies, and subjective interpretations of the Arai diagrams. The high intensity of DT site does not agree with the mean intensity of the Neolithic period. Because similar values are only found later during the Bronze Age, they may suggest a problem in the archeological dating, excluded by the excavator. However the poor quality of the measurements and the low success rate for this site let us think that these values should be used with caution. For the neolithic period, regional and global models show very smooth intensity variations and do not fit most of the data. This clearly shows that more data for this period are required in order to improve these models.

Archeomagnetic dating

Since new reliable archeointensity results have been obtained in the present study and new directional results have been re-calculated as described above, a new archeomagnetic dating using the full vector of the geomagnetic field for AVG and BS sites is attempted.

2.3.5 Discussion

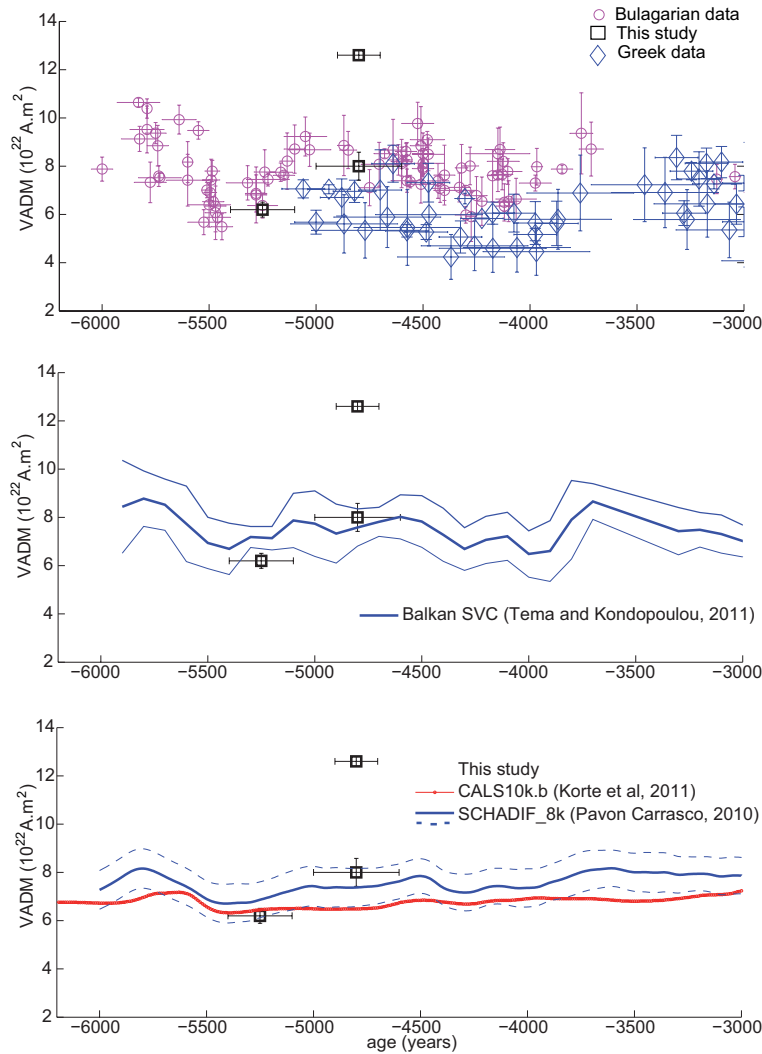


FIGURE 2.15 – VADM variation during the Neolithic period a) The new intensity results (black squares) plotted versus age together with literature intensity data from the Greece (diamonds) and Bulgaria (circles) area; b) the new data plotted together with the regional SV curves available for the South Balkan Peninsula; c) CALS10K.1b global and SCHA.DIF.8K regional geomagnetic field models results..

As mentioned by Aidona and Kondopoulou (2012) who performed the first dating of the same sites using only the directional data, it is not possible to use the Greek SVCs since they did not extend to the neolithic period. For this reason the Bulgarian reference curves were used after the relocation of the data to Sofia coordinates (Kostadinova-Avramova, personal communication). The dating intervals were obtained using REN-DATE software that is based on the Bayesian hierarchical approach as proposed by Lanos et al. (2005). The probability densities of declination, inclination and intensity are shown in figure 8. For AVG, the final dating after the combination of the three elements is 5390-5200 B.C. and for BS is 4970-4680 B.C. at 95% confidence level (Fig. 2.16). In both cases the new datings are more reliable and narrowed in comparison with the old ones (Aidona and Kondopoulou, 2012), confirming the important influence of the full vector of the

geomagnetic field in the dating procedure.

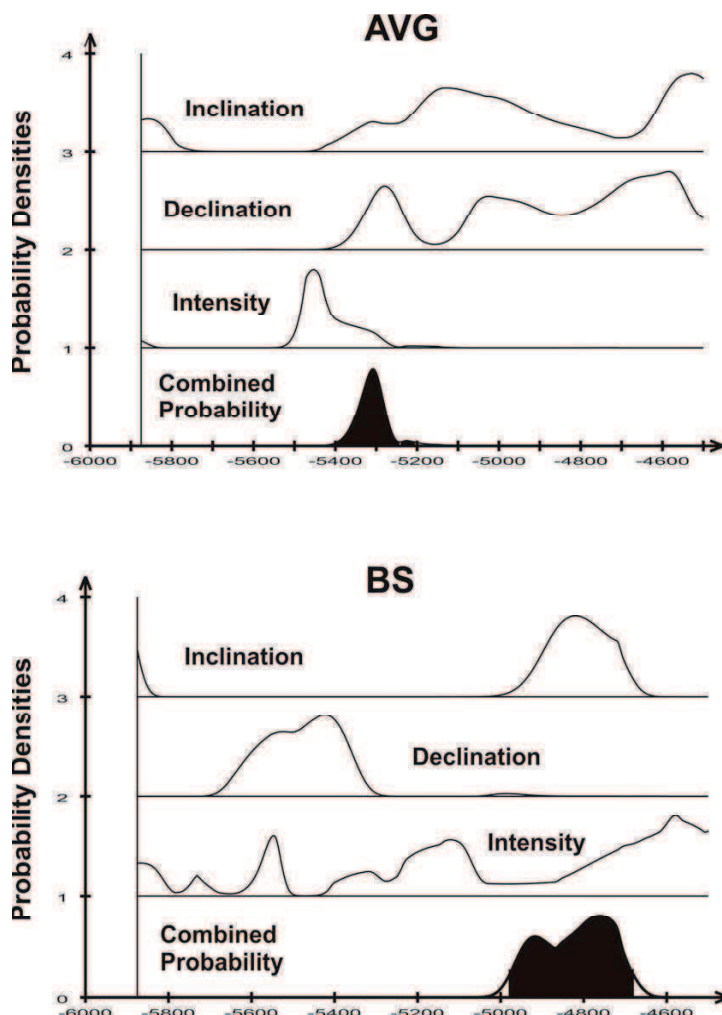


FIGURE 2.16 – Probability density dates determined at 95% confidence level by the Lanos' method (Lanos et al., 2005) for the AVG and BS sites using the combined dating intervals obtained from inclination, declination and intensity reference curves of Bulgaria.

2.3.6 Conclusion

Among the 60 samples used to estimate the archeointensity in three Neolithic sites in Northern Greece, only 23 gave a reliable measurement. Our study indicates that, surprisingly, very few ceramics samples have provided archeointensity values whereas samples from burnt structures presented a very good success rate. Complementary studies, including XRPD and archaeological arguments have shown that most ceramic samples probably have probably been fired to high temperatures (until 800°C), sufficiently high to ensure formation of magnetic minerals and to work on a total TRM acquired during the last firing. A wide range of thermal variations within the same firing and also within the same pottery could occur in prehistoric kilns. Consequently, defining the firing temperature on a pottery sherd, though useful, cannot account for temperatures of the

2.3.6 Conclusion

whole collection. During the Neolithic period, pottery was often fired in reducing kiln atmosphere, and exposed to air at the end of the firing cycle. This leads to the formation of pottery with a brick-coloured surface, but a gray core, and does not ensure a stable behavior during laboratory heating. Therefore, a detailed examination of the matrix color, following archeological information and classification standards is an important test for pre-selection of sherds that can be used for archeointensity experiments. We believe that this approach is a decisive step towards the exploitation of the rich collections of Greek prehistoric pottery which are likely to provide continuous recordings of archaeointensity values if properly sampled and studied.

In spite of these unsuccessful measurements on ceramic samples, we obtained an intensity value for the DT site of $73.5 \pm 1.1 \mu\text{T}$. This value is much more higher than other data from the same period in the same area. We believe suspicious this high value but we do not have evidences for a technical artefact during the experiment. We obtained reliable archeointensity, corrected from A-TRM and CR, for the AVG ($36.1 \pm 1.8 \mu\text{T}$) and BS ($46.6 \pm 3.4 \mu\text{T}$) sites, in agreement with previous studies. Using these new values for the intensity and directions and the former directional measurements, we achieved a new dating for these sites by means of the Bulgarian SVC is provided. This dating allows us to include the new results in the Greek reference curves, and initiate its extension towards older periods.

2.4 La variation séculaire en Amérique Centrale durant la période Maya Classique

First archeointensity determinations on Maya incense burners from Palenque temples, Mexico : New data to constrain the Mesoamerica secular variation curve

G. Fanjat¹, P. Camps¹, L.M. Alva Valdivia², M. Sougrati³, M. Cuevas-Garcia⁴ and M. Perrin⁵

¹Géosciences Montpellier, CNRS and Université Montpellier 2, 34095 Montpellier, France.

²Laboratorio de Paleomagnetismo, Instituto de Geofísica, Universidad Nacional Autónoma de México, México D.F., México

³Institut Charles Gerhardt, Laboratoire des Agrégats, Interfaces et Matériaux pour l'Energie, 34095 Montpellier, France

⁴Instituto Nacional de Antropología e Historia, México D.F., México

⁵CEREGE, Europôle Méditerranéen de l'Arbois, Aix en Provence, France

Submitted to Earth and Planetary Science Letters

Abstract

We present archeointensity data carried out on pieces of incense burners from the ancient Maya city of Palenque, Chiapas, Mexico, covering the Mesoamerican Classic period from 400 to 820 A.D. We worked on pieces from 24 incense burners that were excavated in the Temple of the Cross (13 pieces), Temple of the Foliated Cross (7 pieces), Temple of the Sun (3 pieces) and Temple of the Group XVI (1 piece). The sampling encompasses 5 ceramic phases : Motiepa (400-500 A.D.), Cascadas (500-620 A.D.), Otulum (620-700 A.D.), Murcielagos (700-750 A.D.), and Balunté (750-820 A.D.). Incense burners were used for religious rituals in order to worship the gods who are represented on the pedestal, by burning vegetable resins and probably human blood deposited in the braziers placed above. Iconographic, morphological and stylistic analyses, depending on their provenance and manufacturing technology, allowed to build a reference framework for a temporal classification. All the samples come from incense burners for which the ceramic phase is undoubtedly identified. Archeointensity measurements were performed with the Thellier-Thellier method on pre-selected samples by means of their magnetic properties. We obtained archeointensities of very good technical quality from 19 pieces over the 24, allowing the determination of a precise mean value for each ceramic phase ;

2.4.1 Introduction

Motiepa : $29.1 \pm 0.9 \mu\text{T}$, Cascadas : $32.9 \pm 1.2 \mu\text{T}$, Otulum : $30.5 \pm 1.1 \mu\text{T}$, Murcielagos : $30.5 \pm 0.6 \mu\text{T}$ and Balunté : $31.7 \pm 0.7 \mu\text{T}$. The firing temperatures of the ceramics were estimated with Mössbauer spectroscopy between 850 and 1000°C. These values ensure that a full TRM was acquired during the original heating. Our results suggest a relative stability of the field intensity during more than 400 years in Mesoamerica and help to confirm the different ceramic phases. In addition, they clearly argue in favor of a subdivision of the Motiepa phase into an early Motiepa phase (400-500 A.D.) and a Cascadas phase (500-620 A.D.). The abundance of archeological material in Mesoamerica contrasts with the small amount of archeomagnetic data available that are, in addition, of uneven quality. Thus it is especially difficult to establish a trend of intensity variations in Mesoamerica, even using the global databases and secular variation predictions from global models. In this context, our high technical quality data represent a strong constrain for the Mesoamerican secular variation curve during the first millennium A.D. The corresponding Virtual Axial Dipole Moments (VADM) are smaller than the ones predicted by the global geomagnetic models, suggesting the need for additional data to develop a regional model and a reference curve for the Mesoamerica.

Key words : Archeointensity - Palenque - Incense Burner - Secular Variation

2.4.1 Introduction

Records of the ancient geomagnetic field intensity over geological time (paleointensity) and pre-historical and historical time (archeointensity) are unique observations of the temporal evolution of the energy involve in the dynamo processes occurring in the Earth's liquid outer core. Archeomagnetic measurements represent a significant part of the data over the last ten millennia, before the historical records from sailors and the beginning of the continuous direct data acquisition in magnetic observatories and from satellites. Indeed, archeological artifacts made from baked clays such as pottery, kilns, bricks or any other burnt clay structures, supply reliable measurements as they usually carry a strong and stable thermo-remanent magnetization (TRM) acquired during their last firing. Archeomagnetic studies of such pre-historical and historical remains could provide a long and accurate record over the last ten millennia of the geomagnetic field and its secular variation (e.g. compilations of Genevey et al. (2008) and Donadini et al. (2009)). Global geomagnetic models have been built to millennial time scales using such data compilations. The reference global models CALSxk (Continuous model of Archeomagnetic and Lake Sediment data over the x last millennia) and ARCH3k (relying on a selective compilation of only archeomagnetic data), are defined over a time interval from 3 to 10 kyrs (Korte and Constable, 2005, 2011; Donadini et al., 2010; Korte et al., 2011). These models represent a double interest (Gallet et al., 2009). The first concerns the geophysical research. They allow an examination of several questions as varied as the

role of the geomagnetic field on the cosmogenic isotopes production rate (Lifton et al., 2008) or the possible transfer of energy from the geomagnetic dipole to the non-dipole terms (Camps and Prévot, 1996). The second concerns the archeology. Well-established data sets from different regions of the world are necessary to develop dating methods by comparing the geomagnetic field elements (intensity and/or direction) as recorded by an archeological artifact against a master curve of the secular variation of the geomagnetic field (e.g. Lanos et al. (2005); Gallet et al. (2009)). The precision of archeomagnetic datings depends directly on the accuracy of the calibration curves. However, a common deficiency in all of these models is a large spatial bias arising from the fact that most of the data comes from the northern hemisphere, essentially from Europe, linked to a lack of reliable intensity and directional data from the southern hemisphere. Indeed, numerous regional studies have provided high quality archeomagnetic data in several parts of Europe (e.g. compilations of Gallet et al. (2002); Kovacheva et al. (2009); Tema et al. (2010); Tema and Kondopoulou (2011)), because the cultural heritage is very important and numerous investigations have been carried out. These compilations have been used to build regional master curves that allow a precise dating of various archeological artifacts (Kovacheva et al., 2004; Gallet et al., 2009; Aidona and Kondopoulou, 2012).

Surprisingly enough, the secular variation curve of the geomagnetic field in Mesoamerica is rather poorly defined despite of the important amount of archeological sites and the impressive cultural heritage. Data are sparse and are of uneven quality. As a consequence, archeomagnetic dating in Mesoamerica is still a hard task to manage (López-Télez et al., 2008). Indeed, after the pioneering studies of Nagata et al. (1965) and Bucha et al. (1970), very few studies were performed until recently on archeological artifacts (Ceja et al., 2009; Morales et al., 2009; Alva-Valdivia et al., 2010; Pineda-Durán et al., 2010, 2011) and on historical lava flows (Gonzalez et al., 1997; Morales et al., 2001; Conte-Fasano et al., 2006). The present study is part of this recent effort. We carried out an archeointensity study over 24 incense burners excavated in the Maya city of Palenque (Mexico). Our sampling covers a large part of the Classic period (400-820 A.D.). In the first part of this paper, we describe the archeological context and the samples. Then, we analyze the magnetic mineralogy and the firing conditions of the incense burners during their manufacture. Next, the archeointensity experiments and results are presented. Finally, we discuss the reliability of these results, and a comparison with an appropriate data selection in the Mesoamerican region and global models is attempted.

2.4.2 Archeological context and ceramic ages

The ceramics studied in this paper are pieces of incense burners excavated at the archeological site of Palenque, Chiapas, Mexico, (Fig. ??), one of the most important Classic Maya cities. Incense burners were one of the main components of the religious

2.4.2 Archeological context and ceramic ages

ceremonials in Mesoamerica and were composed of two parts : a hollow clay pedestal surmounted by a brazier. Rice (1999) distinguished two groups of censers, with effigy and without effigy. The effigy censers are characterized by the representation of divinities on the pedestal (Fig. 2.18).

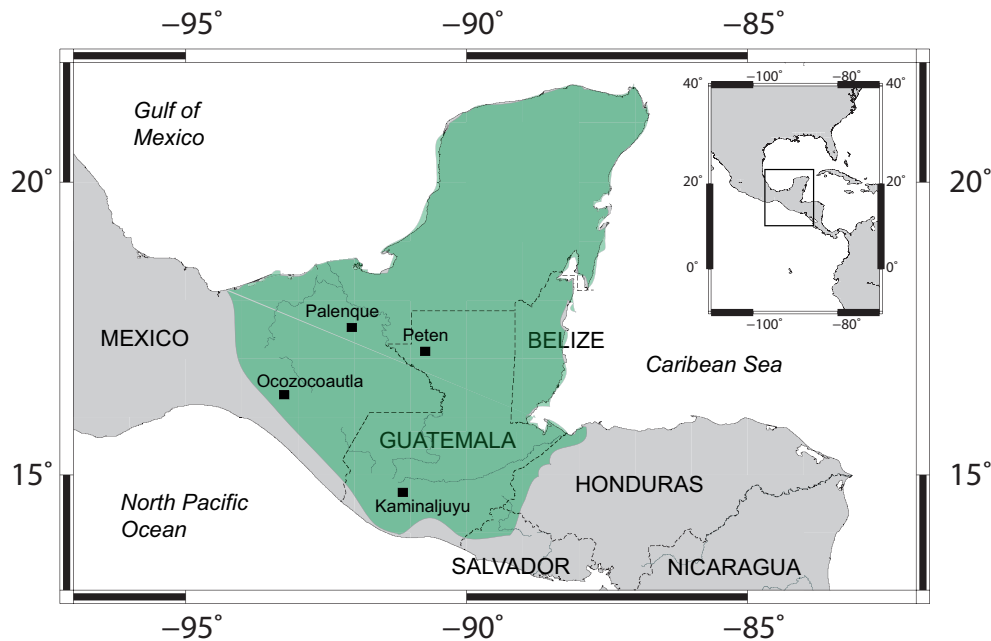


FIGURE 2.17 – Location map of the Palenque region, Chiapas, Mexico.

The discovery of about one hundred effigy incense burners in the group of Temples of the Cross in Palenque is an unprecedented event on the Mayan area. Most of them were found buried in the basement of the main temples : the Temple of the Cross, the Temple of the Foliated Cross, and the Temple of the Sun. The other part of censers were found in the architectural complex composed of the temples XIV and XV and Group XVI. Buried censers have been partly altered because of the absence of container and many pieces were broken.

Incense burners were used to worship the gods who were represented on the pedestal by burning vegetable resins and probably human blood deposited in the braziers placed above. Through analysis of the archeological context, one could understand that burying the incense burners representing the gods of the Triad (GI, GII, GIII) in the temples was a ritual practice of periodic renovation. This interpretation results from an ethnographic analogy relying on the study of ritual systems in Palenque and new sight-reading inscriptions (Cuevas-García, 2007). Incense burners show important symbolic properties as the fact of considering the "incense-gods" as living beings having a life cycle. Through their death and resurrection, the regeneration of the world became favorable.

Iconographic, morphological and stylistic analyses, depending on their provenance and manufacturing technology, helped to understand their evolution during the Classic



FIGURE 2.18 – Two incense burner pedestals from a) Temple of the Foliated Cross (sample TCF-13/93, Balunte) and b) Temple of the Cross (sample TC-5/93, Otulum), from (Cuevas-García, 2007)

period (200-820 A.D.). During this period, the incense burners were produced continuously and changes in style can be established by means of criteria of evolution, the simplest artifacts attached to the earlier period and the more evolved attached to the most recent period (Cuevas-García, 2007). The most obvious principle is the height of the pedestals and as a consequence, the increase of the number of iconographic patterns (Fig. 2.18). Applying such criteria, Cuevas-García (2007) has established a classification of the censers of Palenque (Fig. 2.16). The Classic period in Palenque is usually divided in 5 or 6 phases. The early Classic is divided into two complexes, Picota (200-350 A.D.) and Motiepa (350-500 A.D.). A Middle Classic Cascadas (500-580 A.D.) complex was later added as a subcomplex, but is still debated (Rands, 2007). The Late Classic is composed of three complexes : Otulum (580-680 A.D.), Murcielagos (680-750 A.D.) and Balunté (750-800 A.D.). The main characteristics for each ceramic phases are the following :

1. Motiepa (350-500 A.D.) : The incense burners share an identical manufacturing technique on the basis of a paste of calcite temper and dark color on the inside and brown outside. The size of objects is about 51 cm. In the iconographic motifs the deity known as GI is always represented, accompanied at the top of the head of a

2.4.3 Magnetic properties of samples

lizard.

2. Cascadas (500-580 A.D.) : The incense burners from this phase are more numerous and are more heterogeneous than those of the previous group, especially with the use of different kind of pastes. They present a greater height, of at least 61 cm and reaching 78 cm. Some modifications in the manufacturing technique are noticed, as the use of different pastes than the incense burners of the Motiepa phase. The god GI is still represented on the pedestal and the GIII deity is introduced. Another distinctive feature arises from the representation of the cheekbones highlighted in the faces of the deities.
3. Otulum (580-680 A.D.) : This set of incense burners is quite homogeneous and show little variability. It appears that there was a hiatus in the manufacturing techniques between Cascadas and Otulum ceramics. The same manufacturing technique was used, but an important increase of the height of the pieces to an average of 81 cm is observed. The GI and GIII are still represented but two variants are introduced, localized only in the Temple of the Cross, while in the Foliated Cross the same variant of the GIII initiated in Cascadas was kept.
4. Murcielagos (A.D. 680-750) : It is a heterogeneous group of incense burners. The manufacturing technique is different of the one used in the previous phases and allows a greater volume of the masks and an higher shape, up to more than 94 cm high. Moreover, different kind of pastes were used and one of them is very crumbly.
5. Balunté (A.D. 750-820) : All censers from this phase share the same manufacturing technique and stylistic similarities, with the representation of the same deities, including variations relative to each temple. These incense burners are the larger pieces and reach 1.14 m in height.

The samples used for the archeointensity study are small non-oriented pieces that have not been reassembled taken from 24 different censers excavated in the Temple of the Cross (13 pieces), Temple of the Cross Foliated (7 pieces), Temple of the Sun (3 pieces) and Group XVI (1 piece). Each piece have been replaced in a ceramic phase (Cuevas-García, 2007), with the archeological arguments described above (Fig. 2.16). For each of them, six small samples (about 5x5x5 mm) were removed and packed in salt pellets in order to treat them as standard paleomagnetic samples and to proceed to archeointensity experiments.

2.4.3 Magnetic properties of samples

A good knowledge of the nature, the size and the thermal stability of the thermoremanence carriers present in the samples is essential prior to any attempt to estimate the archeointensity.

La variation séculaire en Amérique Centrale durant la période Maya Classique

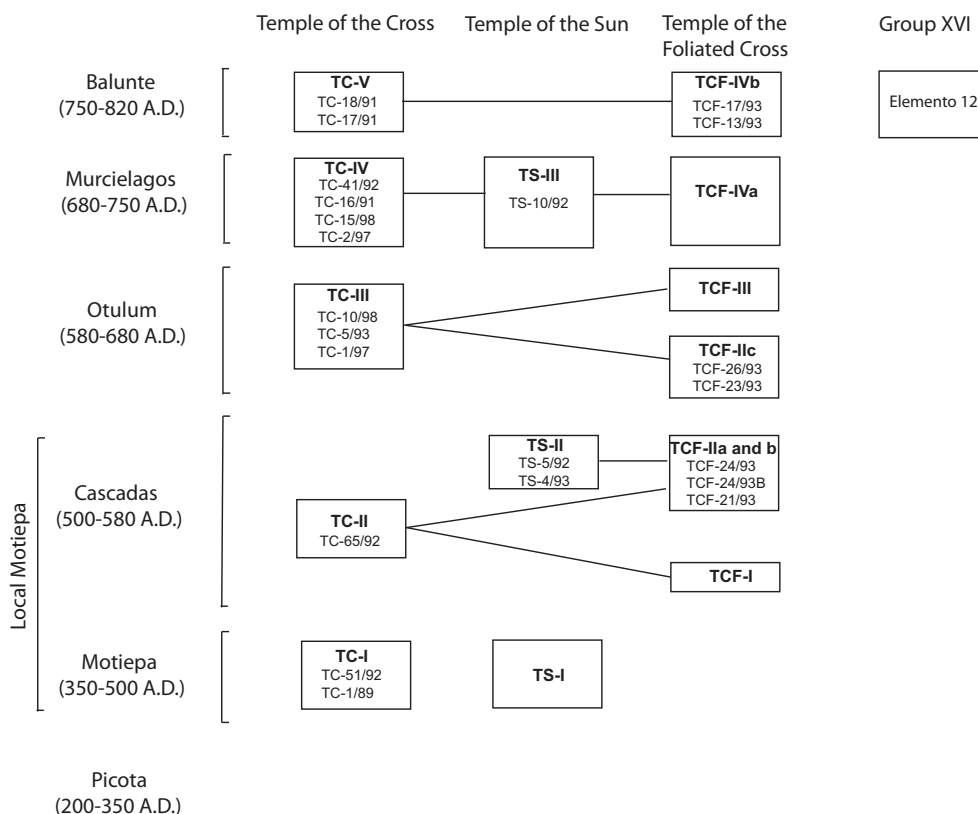


FIGURE 2.19 – Schematic classification of the censers of the group of temples of Las Cruces (redrawn from Cuevas-García (2007); Rands (2007)).

Thermomagnetic curves

Low-field susceptibility versus temperature experiments (K-T curves) allow to determine the Curie temperature and the stability of the magnetic carriers upon heatings. Thermomagnetic curves have been performed for at least one piece from each incense burner at the University of Montpellier. First, a piece of archeological material was crushed in an agate mortar and sieved to collect the 0.4-0.8 mm size fraction. Then, K-T curves were acquired at low-temperature by means of a cryostat apparatus (CS-L) and at high-temperature under Argon using a furnace (CS-3) coupled to the KLY-3 Kappa-bridge instrument (Agico, Czech Republic). The studied material was first heated from liquid nitrogen temperature (78 K) to about 650°C and cooled down to room temperature. Finally the low temperature measurements were repeated from 78 K up to room temperature in order to see if any change occurred. The data were corrected for the empty holder and normalized to the maximum susceptibility. Some samples were treated with several heating-cooling cycles in which the maximum temperature is progressively increased. This procedure allows to estimate the maximum temperature at which the samples can be heated without changing their magnetic properties. Distinct behaviors were identified (Fig. 2.20 a, b, and c). In spite of different shapes, most of the curves

2.4.4 Hysteresis loops

are nearly reversible suggesting few mineralogical changes during heating at least up to 400°C (Fig. 2.20, d). Curie temperatures were calculated using the method of second derivative and vary between 500 and 580°C. This indicates that magnetite or Ti-poor titanomagnetite are the main magnetic carriers. On the contrary, K-T curves from few samples, for example TC Pasta 5 (Fig. 2.20), are not reversible and indicate that these samples are not stable against heating at high temperature.

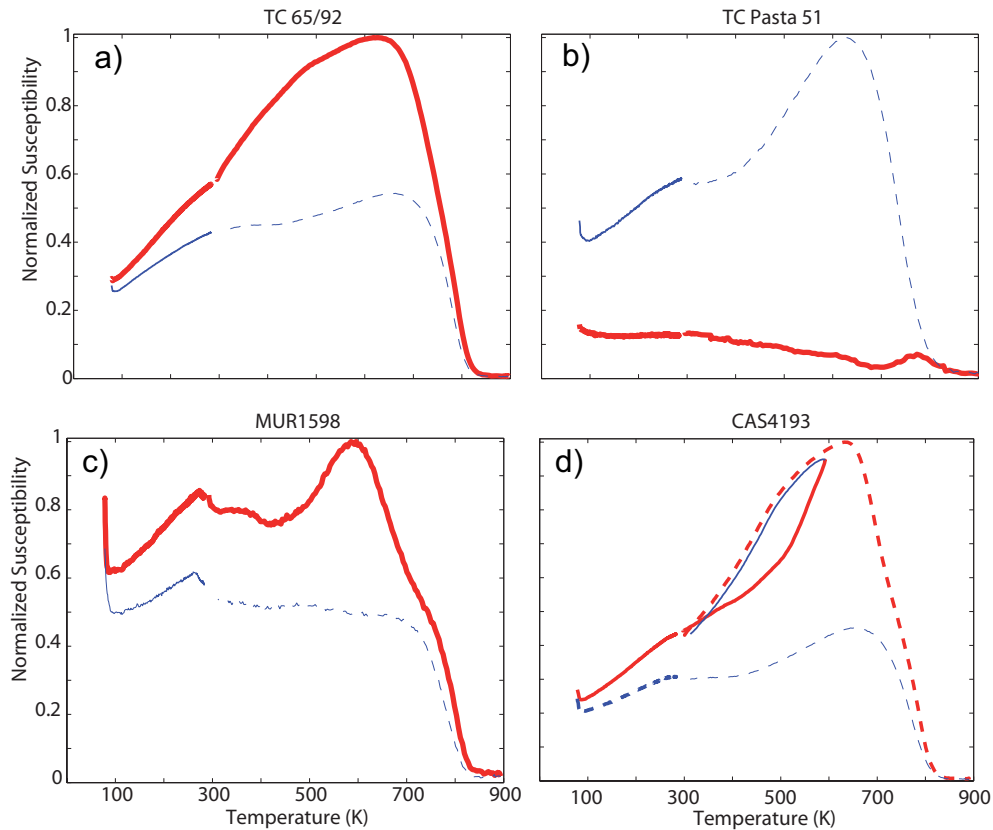


FIGURE 2.20 – Thermomagnetic curves (a,b,c) and their respective demagnetization curves fro samples TC-65/92, TC Pasta 51 and MUR-15/98. The first heating from liquid nitrogen temperature (78 K) is the thick black curve and the second heating is the fine grey curve. The dashed line is the cooling part of the experiment.

2.4.4 Hysteresis loops

Hysteresis measurements were performed at room temperature and in fields up to 1.2 T on all studied archaeological pieces by means of the AGFM 'Micromag' apparatus of the paleomagnetic laboratory at Mexico City. The curves are symmetrical in all case and were corrected from the paramagnetic fraction, assuming the absence of magnetic mineral of high coercivity (hematite for example), that is in agreement with the K-T curves. The hysteresis parameter ratios are plotted in the Day diagram (Day et al. (1977), Fig. 2.21). All samples present a pseudo-single domain (PSD) behavior.

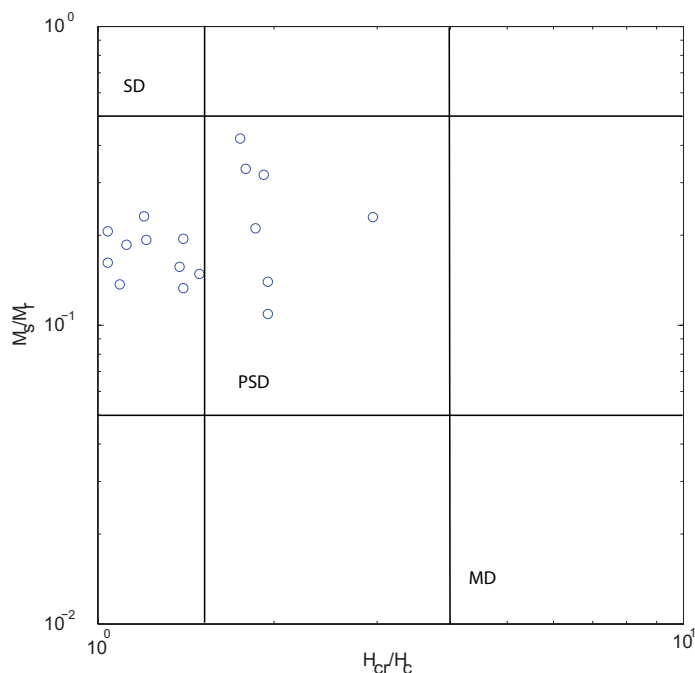


FIGURE 2.21 – Room temperature hysteresis parameters plotted as a Day plot. M_s is the saturation magnetization, M_r is the remanent magnetization, H_c is the coercivity and H_{cr} is the remanent coercivity.

2.4.5 Firing conditions

Identifications of firing conditions of the samples is an important criterion in order to validate our archeointensity measurements and can bring new insights into the Maya technology. In order to determine firing conditions of our incense burners, three representative samples (Pasta -51, TC 65/94 and TC-41/92) were analyzed by means of X Ray Diffraction Powder (XRPD) and Mössbauer spectroscopy.

X-Ray diffraction powder

The presence or absence of specific mineral assemblages determines the degree of thermal transformation which has occurred in the clay paste of ceramics during the firing. As a consequence the firing temperature during the procedure can be estimated by means of XRPD, revealing either the presence of primary minerals representative of their raw materials or the crystallization of new high-temperature minerals (e.g. Maggetti (1981); Cultrone et al. (2001); Maritan et al. (2006); Rathossi et al. (2011)). A multichannel high performance sequential Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence (WDXRF) spectrometer (Axios 2005, PANalytical, Netherlands) was used. The WDXRF allowed rapid and accurate elemental analysis. The X-ray tube in the present WDXRF spectrometer had Rh anode and operated at a maximum power of 4 kW and a maximum current of

2.4.5 Firing conditions

160 mA. For each sample, the characteristic radiation of the major, minor and trace elements were recorded under vacuum in 14 different scans. Each scan covers a certain number of the expected elements and the peak areas of the characteristic radiation were measured. Gas proportional (Ar/CH₄) and scintillation counters were used for recording the intensities of the characteristic radiations. Visual inspection of samples permits to distinguish quartz grains that have been removed prior to XRPD analyses. Despite this precaution, powder diffraction patterns of the samples reveal that the main crystallized phase remains unambiguously quartz (Fig. 2.22). The diffraction peaks not belonging to quartz are generally broadened or of very low intensity making difficult their reliable assignment. The absence of primary clay minerals such as illite, smectite or calcite or few remains of muscovite and the presence of high-T new phases such as K-feldspar or anorthite are arguments in favor of a firing temperature up to 800°C (Cultrone et al., 2001; Maritan et al., 2006).

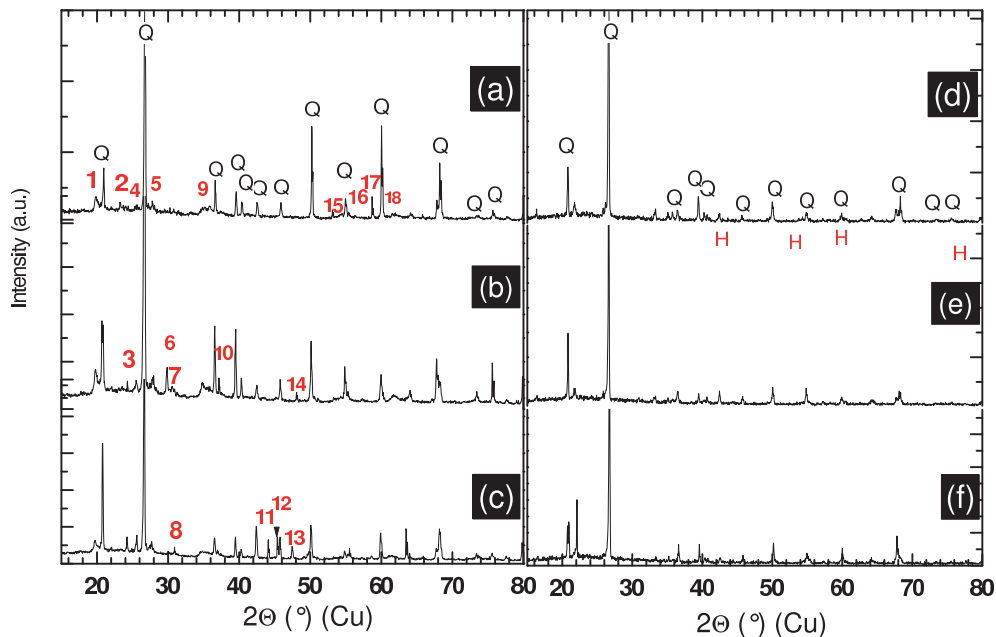


FIGURE 2.22 – Powder XRD patterns for the samples 1, 2 and 3 before (a, b and c respectively) and after heat treatment at 1100°C (d, e and f). Minerals associated to each peak : Albite (2, 3, 5, 7, 9, 14), Anorthite (5, 7, 9), Anorthoclase (2, 5, 8, 9, 11, 17, 18), Hematite (H), Maghemite (1, 2, 4, 6, 9, 11), Magnetite (7, 9, 10, 15, 18) Muscovite (1, 3, 9, 16, 18), Phlogopite (3, 7, 9, 13, 18), Quartz (Q) and Kaolinite (1, 4, 9, 16, 18).

Mössbauer spectroscopy

Several Mössbauer studies have shown that either the value of the quadrupole splitting or the relative amount of magnetic and non-magnetic iron can give a clear indication on the firing temperature used for the preparation of ceramics (Murad and Wagner, 1989, 1998; Wagner et al., 1998a; Ricciardi et al., 2008). To get better insight on the nature of

iron in these samples and obtain indication on the firing temperature, Mössbauer spectra have been recorded at room temperature (Fig. 2.23, a to c). The spectra were recorded in transmission geometry with a constant-acceleration spectrometer which utilized a rhodium matrix ^{57}Co source calibrated at 295 K with α -iron foil. The obtained data indicate that all the samples contain iron in the magnetic and non-magnetic states. The samples differ by the relative amount of iron in magnetically ordered state (40, 20 and 15 % for samples Pasta -51, TC 65/94 and TC-41/92 respectively). The best fit of the spectrum is obtained by considering two doublets for the non-magnetically ordered iron and two sextets ordered. The non-magnetic iron is in the ferric state with a wide distribution of sites symmetries since the quadrupole splitting varies from 0.7 to 1.6 mm/s. The two sextets indicate the presence of magnetite and probably some maghemite (Dyar et al., 2006). In this case one can conclude that paramagnetic iron is mainly Fe^{3+} in octahedral environments with more or less distorted sites. Concerning the magnetic part, the values of the hyperfine field (45-52 T) suggest the presence of phases such as magnetite, hematite and maghemite (McCammon, 1995). As the value of the quadrupole splitting is more model-dependent than the amount of magnetic and non-magnetic iron, it is more reliable to use the later for the estimation of the firing temperatures. Comparing our data to those reported by Murad and Wagner (1989), we can estimate the initial firing temperatures of our samples to be 850, 900 and 1000°C for samples TC41/92, TC65/94, and Pasta 51, respectively (Fig 2.24), in agreement with the XRPD observations.

Firing experiments

In order to check the firing temperature estimations, samples were fired at 1100°C for 10h under air to compare changes occurring in the mineralogy. The obtained products have similar colors. The XRD patterns and Mössbauer spectra are given in Fig. 2.23 and in Fig. 2.22 (d to f). As for the original samples, the patterns of the fired samples are mainly composed of quartz. Very slight modifications are observed ; hematite appeared at the expense of many minor peaks that have disappeared after firing. Mössbauer data show an increase of the magnetic ordered part for all the samples. In the same time, one of the non-magnetic doublets decreases significantly indicating that firing induces the transformation of non-magnetic phases to magnetic ones. Replacing our new values in Fig. 2.24, we estimated the new firing temperature between 1000 and 1100°C, that corresponds to the experimental heating temperature. Thus we conclude that our first estimation of the firing temperatures was quite accurate and that Mayan ceramics were fired in ovens where the temperature was comprised between 850 and 1000°C.

2.4.5 Firing conditions

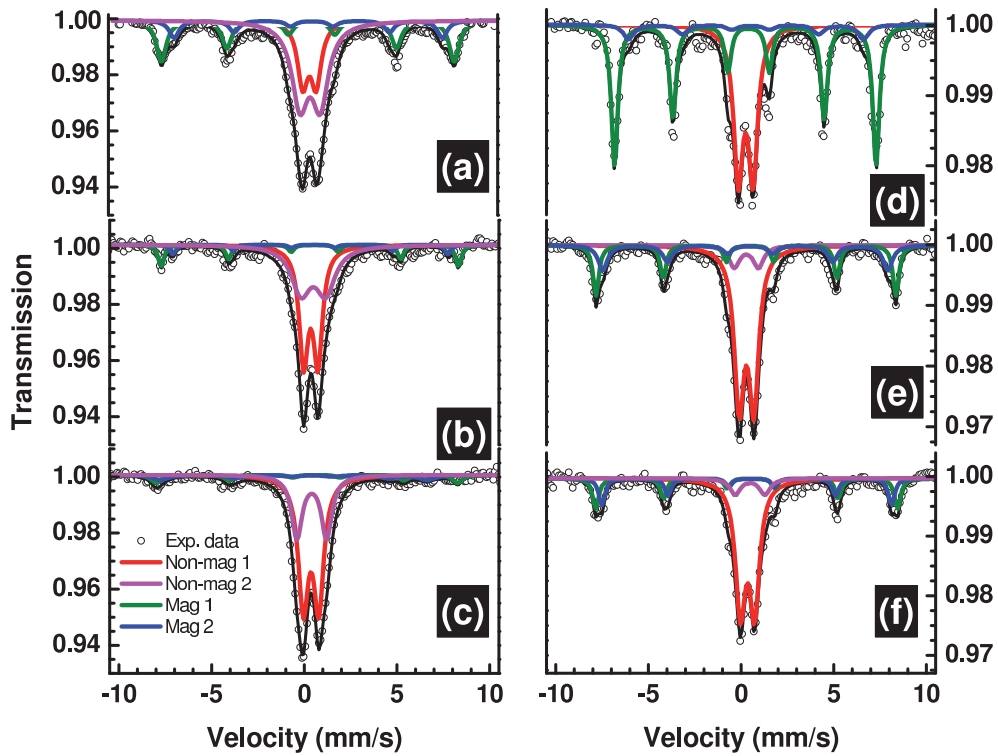


FIGURE 2.23 – Room temperature Mössbauer spectra of sample 1, 2 and 3 before (a to c) and after firing (d to f).

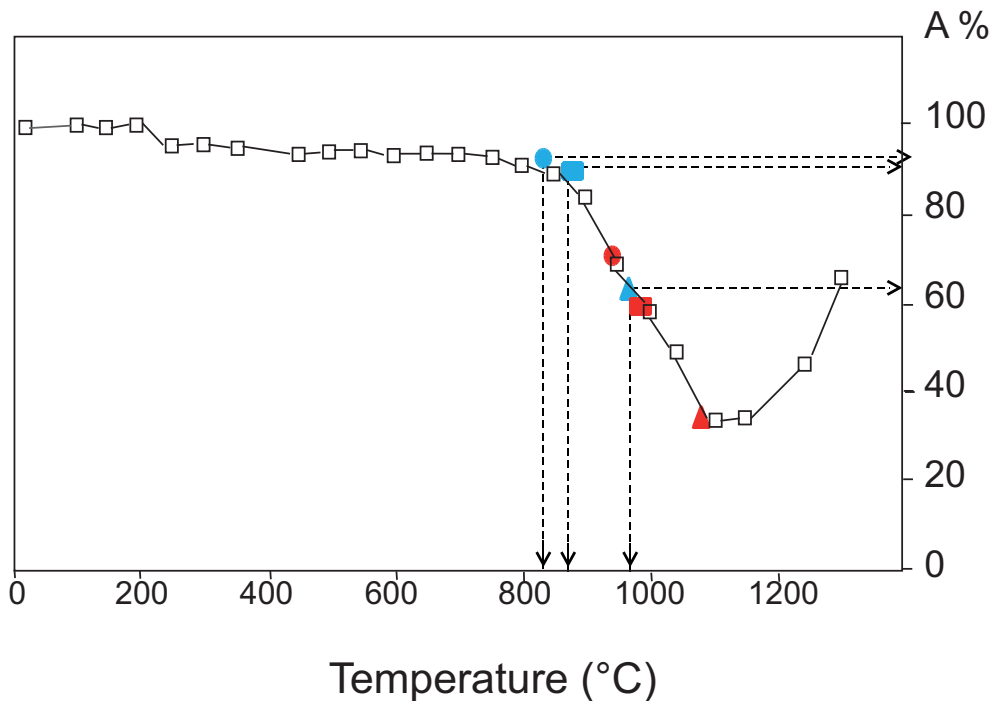


FIGURE 2.24 – Estimated firing temperature based on the non-magnetic iron (right axis). Figure adapted from Murad and Wagner (1989). Pasta 51 : triangle, TC65/94 : squares and TC41 : circles. Blue symbols : before lab firing, red symbols : after lab firing.

2.4.6 Archeointensity determinations

Archeointensity measurements were carried out in the laboratory of Geosciences Montpellier, using the Thellier and Thellier (1959) procedure in its original form, with regular partial thermoremanent magnetization check (pTRM check).

Sample selection

Samples used for absolute archeointensity determinations must satisfy the following criteria :

1. The characteristic remanent magnetization (ChRM) must be a TRM not overprinted by a significant secondary component.
2. The magnetic properties of the samples must be reasonably stable during experimental heatings in the laboratory.
3. The magnetic carriers must be SD or PSD grains in order to fulfill the independence and additivity laws of partial Thermo-Remanent Magnetization (pTRM) (Thellier and Thellier, 1959).

According to the hysteresis parameters, magnetic carriers of most of samples are PSD. Then, according to K-T curves, we selected samples presenting a stable behavior against the temperature to minimize thermal alteration occurring during the successive heatings.

Experimental procedure

Samples were heated and cooled twice for each temperature step T_i . At each temperature level T_i , the samples were cooled in presence of a $40\text{-}\mu\text{T}$ induction field oriented along the z-axis of the core during the first cooling and in the opposite direction during the second one. Temperature steps were performed from room temperature to a maximum temperature of 500°C . Every two temperature increments, a pTRM check was performed to detect any alteration in the pTRM acquisition capacity. All heating-cooling cycles were performed in air. In our paleointensity furnace, the temperature reproducibility between heatings at the same step is within 1°C , and the intensity of laboratory field is maintained with a precision better than $0.1\ \mu\text{T}$ (Camps et al., 2011). After each heating-cooling cycle, the remanent magnetization was measured with a 2G cryogenic magnetometer.

Anisotropy correction Archeomagnetic materials such as pottery, ceramics or bricks are often characterized by a strong magnetic anisotropy (e.g. Aitken et al. (1981); Veitch et al. (1984)). So, the strength of the artificial TRM acquired in the laboratory is dependent on the direction along which the magnetic field is applied. Unless the magnetic field is applied along the direction of the ancient field, an error will be introduced in the

2.4.6 Archeointensity determinations

determination of the archeointensity. The importance of this error depends directly on the degree of anisotropy of the sample and on the relative orientations of the ancient field and the laboratory field with respect to the principal anisotropy axes. In order to correct this bias, it is necessary to determine the anisotropic tensor for each sample. Chauvin et al. (2000) have shown that anisotropies of the magnetic susceptibility (A-MS), of the Anhysteretic Remanent Magnetization (A-ARM), and of the Thermo-Remanent Magnetization (A-TRM) present the same orientation of their principal axes but their shapes vary. We choose to correct our archeointensity measurements by means of the anisotropy of TRM. The A-TRM tensor (T) was determined at 290°C. The samples were remagnetized at this temperature in +X, -X, +Y, -Y, +Z, and -Z directions. All archeointensity values were corrected for the A-TRM according to the Veitch et al. (1984)'s method, which consists to first calculate the direction of the ancient field \mathcal{H}_{anc} as :

$$\mathcal{H}_{anc} = \frac{T^{-1} \cdot M_{ChRM}}{|T^{-1} \cdot M_{ChRM}|} \quad (2.5)$$

where M_{ChRM} is the direction of the characteristic magnetization in sample coordinate obtained from the paleointensity determination. The scaling factors for TRM anisotropy correction is given by :

$$\mathcal{F}_{aTRM} = \frac{|T \cdot \mathcal{H}_{lab}|}{|T \cdot \mathcal{H}_{anc}|} \quad (2.6)$$

where \mathcal{H}_{lab} is the laboratory field applied along the core z-axis. Then, the A-TRM corrected archeointensity H_{aTRM} is given by :

$$H_{aTRM} = \mathcal{F}_{aTRM} \cdot H \quad (2.7)$$

where H is the uncorrected archeointensity.

Cooling rate correction The effect of the cooling rate (CR) on the acquisition of a TRM was first reported by Néel (1955) and later by Dodson and McClelland (1980) and Walton (1980), before to be applied to archeomagnetism (e.g. Fox and Aitken (1980); McClelland-Brown (1984)). For baked clays carrying single domain magnetic grains, the TRM acquired during a fast cooling as occurring during laboratory experiments is lower than the one acquired during a slow cooling as occurring in the archeological furnaces. The effect of the CR on our samples was evaluated using the experimental procedure of Chauvin et al. (2000). First, two heating-cooling cycles were performed at the temperature of 220°C using a slow and a fast cooling rate : TRM₁ is the TRM acquired during a fast cooling (3h) and TRM₂ is the TRM acquired during a slow cooling (12h). The effect of the cooling rate was calculated by the ratio \mathcal{F}_{CR} defined as :

$$\mathcal{F}_{CR} = \frac{TRM_2}{TRM_1} \quad (2.8)$$

Then a third TRM, TRM₃, was acquired by the samples by means of the same procedure as the initial one, using the same cooling rate. Changes in the TRM acquisition of the samples was evaluated by the ratio \mathcal{F}_{CR2} defined as :

$$\mathcal{F}_{CR2} = \frac{TRM_3}{TRM_1} \quad (2.9)$$

which traduces the alteration of the magnetic carrier properties. For each sample, we compared both factors. The CR correction was considered significant and thus applicable only if $\mathcal{F}_{CR} > 1$ and if the ratio \mathcal{F}_{CR2} was close to 0 or lower than \mathcal{F}_{CR} . The corrected archeointensity is given by :

$$H_{aTRM,CR} = \frac{H_{aTRM}}{\mathcal{F}_{CR}} \quad (2.10)$$

Archeointensity results

Archeointensity data were interpreted by means of the Thellier-tool software provided by Leonhardt et al. (2004). We adopted a standard set of criteria derived from those of Selkin and Tauxe (2000) and based on the statistical parameters introduced by Coe et al. (1978) and modified by Prévot et al. (1985) in order to interpret each individual archeointensity data and filter out those of poor technical quality.

1. Archeointensity measurements are represented with Arai's diagram in which the remaining NRM is plotted against the pTRM acquired after each heating step. The slope of the least-squares-fit line computed from the linear part of the diagram gives an estimate of the archeointensity. A value is accepted when the linear segment is defined by more than four points ($n > 4$) and spans over 30% of the total NRM ($f > 0.3$).
2. pTRM checks estimate the thermal alteration of the magnetic properties for each sample and assess the reliability of the archeointensity. We quantified the difference between two pTRM acquisitions at the same temperature using the Difference Ratio (DRAT) parameter. DRAT corresponds to the maximum difference measured in percent between two repeated pTRM acquisition normalized by the length of the selected NRM-TRM segment. We fixed arbitrarily an acceptable threshold at 10%.
3. Finally we checked on the Zijdeveld plots computed from the archeointensity measurements that the NRM fraction used to calculate the archeointensity may correspond to the ChRM. The low-temperature part of the NRM may contain natural secondary magnetizations, and at high temperature a chemical remanent magnetization may be acquired during the laboratory heating. This check is performed qualitatively by a visual inspection of the vector endpoint diagrams. The points in the selected interval should trend toward the origin if the NRM is the ChRM.

2.4.6 Archeointensity determinations

TABLE 2.3 – Archeointensity results n is the number of points in the interval of temperature T_{min} - T_{max} used to determine the paleointensity; The fraction of NRM (f), the gap factor (g), and the quality factor (q) were calculated according to Coe et al. (1978); DRAT corresponds to the difference ratio between repeat p TRM steps normalized by the length of the selected NRM- p TRM segment; H is the uncorrected paleointensity estimate for individual specimen and uncertainty; \mathcal{F}_{aTRM} and \mathcal{F}_{CR} are the scaling factors for TRM anisotropy and cooling rate corrections, respectively; the weighted averages for uncorrected paleointensities H , ATRM corrected paleointensities H_{aTRM} , and ATRM plus cooling rate corrected paleointensities $H_{aTRM,CR}$ are calculated using $1/\sigma^2$ as the weighting parameters. Uncertainties around the estimate of the means are quoted with standard errors.

Sample	n	T°C min-max	f	g	q	DRAT %	H μT	\mathcal{F}_{aTRM}	H_{aTRM} μT	\mathcal{F}_{CR}	$H_{aTRM,CR}$ μT
Balunte A.D. 750-820											
TC :18/91-2	14	20-400	0.65	0.90	10.6	3.9	35.5±1.9	n.d.	n.d.	(0.965)	n.d.
-3	10	100-330	0.68	0.86	14.6	3.0	38.8±1.6	0.743	28.8±1.2	1.007	28.6±1.2
-4	9	130-330	0.66	0.83	80.8	2.0	29.2±0.2	1.074	31.4±0.2	1.007	31.1±0.2
TC :17/91-3	8	140-380	0.72	0.81	18.7	7.8	46.3±1.4	0.807	37.3±1.1	1.042	35.9±1.1
-4	10	100-440	0.77	0.87	13.6	8.7	37.0±1.8	0.969	35.9±1.7	1.012	35.4±1.7
-5	12	100-500	0.95	0.89	8.9	5.9	41.4±3.9	0.814	33.7±3.2	(0.990)	33.7±3.2
-6	8	100-355	0.65	0.81	9.1	8.9	38.3±2.2	0.989	37.9±2.2	1.033	36.7±2.1
EI 12 Gpo XVI-1	7	20-400	0.82	0.76	12.9	5.2	31.9±1.6	0.980	31.3±1.6	n.d.	n.d.
-2	10	130-350	0.69	0.87	35.1	1.8	30.1±0.5	1.050	31.6±0.5	1.003	31.5±0.5
-3	10	100-330	0.73	0.87	48.9	0.9	28.9±0.5	1.093	31.6±0.5	1.013	31.2±0.5
-4	11	100-350	0.78	0.87	46.6	1.1	37.1±0.5	0.943	35.0±0.5	(0.998)	35.0±0.5
-5	8	100-355	0.78	0.82	45.1	1.6	29.4±0.4	1.045	30.7±0.4	1.042	29.5±0.4
-6	9	100-380	0.82	0.81	30.1	4.8	32.3±0.7	n.d.	n.d.	1.029	n.d.
TCF :17/93-2	12	130-400	0.68	0.90	17.6	4.2	37.4±1.3	0.827	30.9±1.1	1.007	30.7±1.1
-3	13	130-440	0.72	0.90	34.7	8.0	40.2±0.8	0.921	37.0±0.7	1.009	36.7±0.7
-4	13	100-400	0.62	0.90	22.0	2.2	39.8±1.0	0.816	32.5±0.8	(0.980)	32.5±0.8
TCF :13/93-2	13	100-400	0.80	0.90	21.8	4.9	35.5±1.2	0.894	31.7±1.1	(0.997)	31.7±1.1
-3	16	100-500	0.88	0.92	69.4	4.0	38.7±0.4	0.822	31.8±0.3	(0.962)	31.8±0.3
-4	10	100-330	0.75	0.87	22.6	5.4	38.0±1.1	n.d.	n.d.	1.004	n.d.
unweighted average :							36.1±1.1		33.1±0.7		32.8±0.7
weighted average :							32.0±1.4		32.0±0.7		31.7±0.7
Murcielagos A.D. 700-750											
TC :41-1	6	120-400	0.68	0.74	6.9	4.9	38.6±2.9	0.838	32.3±2.4	n.d.	n.d.
-2	12	130-400	0.52	0.88	14.9	7.5	34.0±1.0	0.911	31.0±0.9	(0.991)	31.0±0.9
-3	9	160-350	0.56	0.85	20.1	1.5	39.0±0.9	0.824	32.1±0.7	1.007	31.9±0.7
-4	13	100-400	0.79	0.89	20.4	5.7	36.3±1.3	0.848	30.8±1.1	(0.985)	30.8±1.1
TC :16/91-4	11	180-500	0.76	0.87	12.0	9.9	39.8±2.2	0.766	30.5±1.7	1.000	30.5±1.7
TC :15/98-3	11	180-500	0.69	0.89	31.0	2.2	43.8±0.9	0.777	34.0±0.7	1.009	33.7±0.7
TS :10/92-2	15	130-500	0.86	0.92	44.7	5.0	35.2±0.6	0.910	32.0±0.5	1.012	31.7±0.5
-3	16	100-500	0.87	0.92	50.1	4.8	32.6±0.5	0.898	29.3±0.4	1.019	28.7±0.4
-4	16	100-500	0.85	0.92	71.6	5.2	36.6±0.4	0.834	30.5±0.3	1.013	30.1±0.3
unweighted average :							37.3±1.1		31.4±0.5		31.0±0.5
weighted average :							36.0±1.2		30.9±0.5		30.5±0.6
Otulum A.D. 620-700											
TC :10/98-4	11	180-500	0.86	0.87	19.8	4.3	38.7±1.5	0.883	34.2±1.3	(0.960)	34.2±1.3
-5	13	100-500	0.84	0.87	32.4	1.7	45.0±1.0	0.839	37.8±0.8	(0.980)	37.8±0.8
-6	12	100-470	0.88	0.87	15.5	4.6	38.2±1.9	0.810	30.9±1.5	(0.978)	30.9±1.5
TC :5/93-4	11	180-500	0.86	0.85	30.4	2.5	39.4±1.0	n.d.	n.d.	1.000	n.d.
-5	13	100-500	0.84	0.87	31.7	5.0	31.8±0.7	0.911	29.0±0.6	1.000	29.0±0.6
-6	13	100-500	0.85	0.88	36.4	3.9	36.0±0.7	0.900	32.4±0.6	(0.996)	32.4±0.6
TC :1/97-5	8	255-470	0.66	0.81	38.8	2.8	37.5±0.5	0.816	30.6±0.4	(0.965)	30.6±0.4
-6	10	220-500	0.77	0.85	34.7	1.7	45.7±0.9	0.734	33.5±0.7	(0.986)	33.5±0.7
TCF :26/93-3	8	100-355	0.68	0.83	30.9	2.8	29.8±0.6	0.912	27.2±0.5	1.043	26.1±0.5
-4	7	140-355	0.67	0.82	30.3	1.3	34.2±0.6	0.916	31.3±0.5	1.037	30.2±0.5
-5	13	100-500	0.90	0.90	14.2	5.4	33.4±1.9	0.809	27.0±1.5	1.013	26.7±1.5
unweighted average :							37.2±1.5		31.4±1.0		31.1±1.1
weighted average :							36.0±1.6		30.9±1.1		30.5±1.1

All archeointensity determinations are gathered in Table 2.3 and 2.4 and a qualitative appreciation of the results is given for samples from two incense burners on Fig. . The scaling factors used to correct the measured paleointensities for the cooling rate (\mathcal{F}_{CR}) and anisotropy (\mathcal{F}_{aTRM}) effects are reported in Table 2.3. The corrections for cooling rate are rather small with a maximal correction of 9% (Table 2.3). On the contrary, the effect of anisotropy of TRM can be relatively important provided that \mathcal{F}_{aTRM} are in the range of 0,743 to 1,115. Two points deserve to be noted on the importance of A-TRM correction on the final archeointensity results. First, in most cases the corrected archeointensity value is lower than the uncorrected one. Second, uncertainties around

La variation séculaire en Amérique Centrale durant la période Maya Classique

TABLE 2.4 – End of the archeointensity results.

Sample	n	T°C min-max	f	g	q	DRAT %	H μT	\mathcal{F}_{aTRM}	H_{aTRM} μT	\mathcal{F}_{CR}	$H_{aTRM,CR}$ μT
Cascadas A.D. 500-620											
TC :65/92-2	13	190-500	0.76	0.90	24.5	6.3	32.4±0.9	0.840	27.2±0.8	1.009	27.0±0.8
-3	14	160-500	0.82	0.91	33.2	4.0	28.9±0.7	1.050	30.3±0.7	1.014	29.9±0.7
-4	13	190-500	0.76	0.90	41.3	4.0	37.7±0.6	0.819	30.9±0.5	1.016	30.4±0.5
-5	12	140-500	0.82	0.89	31.7	3.0	39.2±0.9	0.947	37.1±0.9	1.003	37.0±0.9
TS :5/92-1	8	120-470	0.82	0.84	7.4	3.7	34.1±3.2	0.998	34.0±3.2	n.d.	n.d.
-2	17	20-500	0.88	0.92	27.5	3.1	31.4±0.9	1.009	31.7±0.9	1.012	31.3±0.9
-3	16	100-500	0.84	0.92	65.5	2.3	40.8±0.5	0.853	34.8±0.4	1.000	34.8±0.4
-4	16	100-500	0.85	0.91	60.0	1.9	31.5±0.4	1.056	33.3±0.4	1.015	32.8±0.4
-5	12	100-470	0.79	0.90	18.3	2.2	31.4±1.2	0.926	29.1±1.1	1.034	28.1±1.1
TS :4/93-2	10	140-440	0.71	0.88	15.7	7.0	44.1±1.8	0.941	41.5±1.7	1.024	40.5±1.7
-3	13	100-500	0.81	0.90	41.5	1.7	42.5±0.8	0.813	34.6±0.7	1.006	34.3±0.7
-4	13	100-500	0.85	0.90	21.1	2.7	38.6±1.4	0.822	31.7±1.2	1.027	30.9±1.2
unweighted average :							36.1±1.5		32.9±1.2		32.5±1.2
weighted average :							35.4±1.5		32.8±1.2		32.5±1.2
Motiepa A.D. 400-500											
TC : Pasta51-3	9	100-310	0.65	0.86	17.0	1.6	28.6±0.9	1.005	28.7±0.9	1.014	28.3±0.9
-4	13	100-400	0.78	0.91	41.8	3.0	29.5±0.5	0.998	29.4±0.5	1.018	28.9±0.5
-5	10	100-330	0.70	0.88	18.2	2.1	30.0±1.0	1.070	32.1±1.1	1.014	31.7±1.1
-6	9	100-380	0.73	0.84	20.9	6.9	30.8±0.9	1.061	32.7±1.0	1.052	31.1±1.0
TC :51/92-2	13	100-500	0.81	0.90	9.9	4.6	44.3±3.3	0.765	33.9±2.5	1.045	32.4±2.4
-3	7	140-355	0.51	0.83	4.2	9.5	33.8±3.4	0.807	27.3±2.7	1.088	25.1±2.5
-4	10	100-400	0.65	0.86	5.6	7.3	36.9±3.7	0.838	30.9±3.1	1.068	28.9±2.9
-5	10	180-470	0.77	0.88	7.8	3.3	37.4±3.2	0.723	27.0±2.3	1.065	25.4±2.2
-6	9	140-400	0.68	0.87	8.2	5.6	27.2±2.0	0.926	25.2±1.9	1.090	23.1±1.7
TC :1/89-2	14	20-400	0.83	0.90	11.8	6.1	36.3±2.3	0.918	33.0±2.1	1.086	30.7±1.9
-3	9	100-310	0.54	0.83	12.3	9.9	41.0±1.5	n.d.	n.d.	1.076	n.d.
-4	13	160-470	0.79	0.88	8.9	4.8	33.8±2.7	0.843	28.5±2.3	1.041	27.4±2.2
-5	9	140-400	0.64	0.86	10.8	6.2	39.5±2.0	0.902	35.6±1.8	1.066	33.4±1.7
-6	10	100-400	0.67	0.85	7.1	6.8	23.2±1.9	1.115	25.9±2.1	1.007	25.7±2.1
unweighted average :							33.7±1.6		30.0±0.9		28.6±0.9
weighted average :							30.7±1.8		30.0±0.9		29.1±0.9

the estimate of the means are always lower after than before A-TRM corrections, which is *a posteriori* a good justification to apply this correction.

At the total, we obtained a high success rate, with 19 mean archeointensities determined over the 24 censers and with 9 to 19 samples per ceramic period.

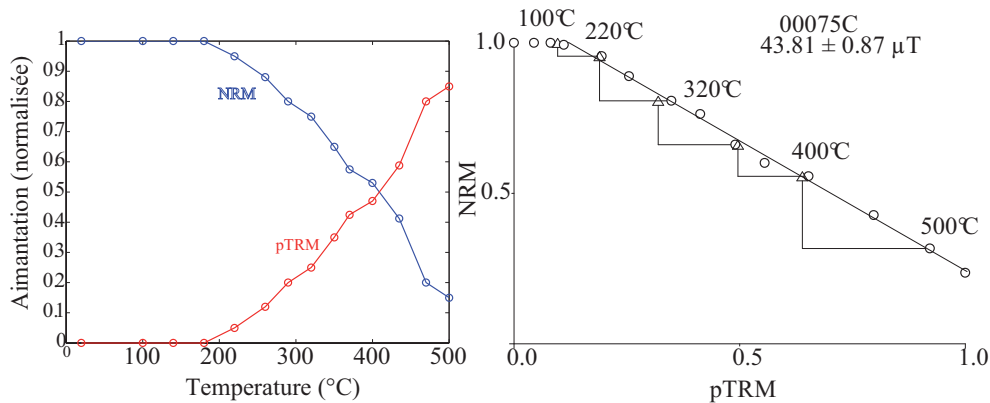


FIGURE 2.25 – Composite Arai diagrams for samples from Murcielagos epoch (TC : Templo de la Cruz, TS : Templo del sol). Solid (open) circles are NRM-TRM points accepted (rejected) to calculate the least squares line used to estimate the paleointensity. Triangles denote the pTRM checks. NRM and TRM are normalized by the NRM max and TRM max, respectively.

2.4.7 Discussion

2.4.7 Discussion

2.4.8 Reliability of the archeointensity determinations

The overall technical quality of the present archeointensities is very good as attested by the quality factors ranging from 6.9 to 80.8. We observed well-defined straight segments on NRM-TRM curves over a large range of NRM fraction ; 66% of archeointensity estimate are calculated with a NRM fraction greater than 40%. In addition, the individual archeointensity estimates are fairly coherent when they are compared within a single ceramic phase. We calculated a weighted average and a standard error average for each phase, using the weighting by the standard error as recommended by Coe et al. (1978). Each mean ceramic phase intensity value was calculated with at least 9 samples and presents a very low standard error lower than 4% about the mean. The X Ray diffraction results and Mössbauer spectra yield additional arguments to validate our archeointensity determinations. These experiments, which are independent of the magnetic remanence properties, concluded for very high firing temperatures during the manufacturing process. Indeed, the initial firing temperatures for all the incense burners, estimated between 850 and 1000°C, are sufficiently high to ensure formation of magnetic minerals and to record during cooling a full TRM. Thus, we believe very reliable this new dataset.

Secular variation during the Classic Period

According to these results, during the Classic period in Mesoamerica, the magnetic field intensity varied slightly, from a minimum of $29.1 \pm 0.9 \mu\text{T}$ during Motiepa to a maximum of $32.9 \pm 1.2 \mu\text{T}$ during Cascadas. This corresponds to a virtual axial dipole moment (VADM) varying from $6.7 \pm 0.2 \times 10^{22} \text{ A.m}^2$ to maximum $7.5 \pm 0.3 \times 10^{22} \text{ A.m}^2$ during these four centuries. These new archaeointensities are important because they can help to clarify the different ceramic phases. In particular they confirm the chronology of incense burners before the Murcielagos complex, since the presence of objects associated with Motiepa and Cascadas do not present any hieroglyphic inscriptions in the archeological complex of the Cross. Although Cascadas subdivision has been removed from Motiepa phase (Rands, 2007) and that it does not appear in the seriation of the censers, two stages are still identifiable during Motiepa phase (Román, 2005; Rands, 2007). Indeed, incense burners from 400 to 620 A.D. do not form a homogeneous group as they present variations in manufacturing techniques, iconic designs and styles. Such differences may be attributed to the development of these incense burners at different times within this period of 200 years. Moreover our study clearly distinguishes two subdivisions : early Motiepa and late Motiepa (Cascadas) phases. A significant difference in the mean field intensity is observed ; $29.1 \pm 0.9 \mu\text{T}$ during early Motiepa and $32.9 \pm 1.2 \mu\text{T}$ during Cascadas. Thus we can argue in favor of a subdivision of the Motiepa phase

into a early Motiepa phase (400-500 A.D.) and a Cascadas phase (500-620 A.D.).

Comparison with previous data in Mesoamerica and global models

Nowadays, few archeointensities were acquired in Mesoamerica (Mexico, Belize and Guatemala). Despite the study of several sites and periods in the last decade, the regional secular variation curve (SVC) remains poorly defined. We compiled all archeointensity studies carried out in this region on archaeomagnetic artifacts or basalts, by means of all methodology (Thellier-thellier type, Shaw, microwave or multispecimen methods). Donadini et al. (2006) and Korhonen et al. (2008) have developed a database system (GEOMAGIA) to store archeomagnetic data and easily query them at <https://geomagia.ucsd.edu>. Recently, this database has been expanded to a larger comprehensive version called MagIC. From this database and including data from our study, 84 data are available from 2750 B.C. to 2012 A.D. for the Mesoamerica area (Fig. 2.26, a). The global models ARCH3k (Donadini et al., 2009) and CALS10k (Korte et al., 2011) are also plotted. A large dispersion of the data is observed, even in the recent time. In order to make a first selection, we used the criteria of Donadini et al. (2009) to build a constrained archeomagnetic dataset. We selected only data with $\sigma_{VADM} < 2 \times 10^{22}$ A.m² and $\sigma_{age} < 100$ years (Fig. 2.26, b). Even with this first selection, the dispersion is still important though reduced. To investigate the reliability of this data, we choose to impose more drastic selection criteria. Indeed the scatter pattern of data could be explained either by the methodology or by the absence of CR correction and/or A-TRM correction on data obtained from archeological artifacts. The Shaw method (Shaw, 1974) and the multispecimen method (Dekkers and Bönhel, 2006; Fabian and Leonhardt, 2010) are not conventional methods in paleo- and archeo-intensity determinations and can yield significant over- or under- estimations of the intensity. Thus, in order to avoid these two bias, we decided to select only measurements satisfying the following conditions :

1. The data must be obtained by means of Thellier-like methods.
2. If the data was carried out from an archeological artifact, A-TRM and CR corrections should have been applied.
3. An alteration control by means of pTRM checks must have been performed during the experiment.

Our new selection data is plotted on Fig. 2.26, c. Very few data meet all these criteria, which guaranty their technical quality and show a reduced but non neglecting scattering. In this context, our high technical quality data represent a strong constrain for the Mesoamerican secular variation curve. However the few quantity of reliable data do not allow to build a reference regional curve (Lanos et al., 2005) or a regional model (Pavón-Carrasco et al., 2010). More data are required, in particular to confirm the low

2.4.8 Reliability of the archeintensity determinations

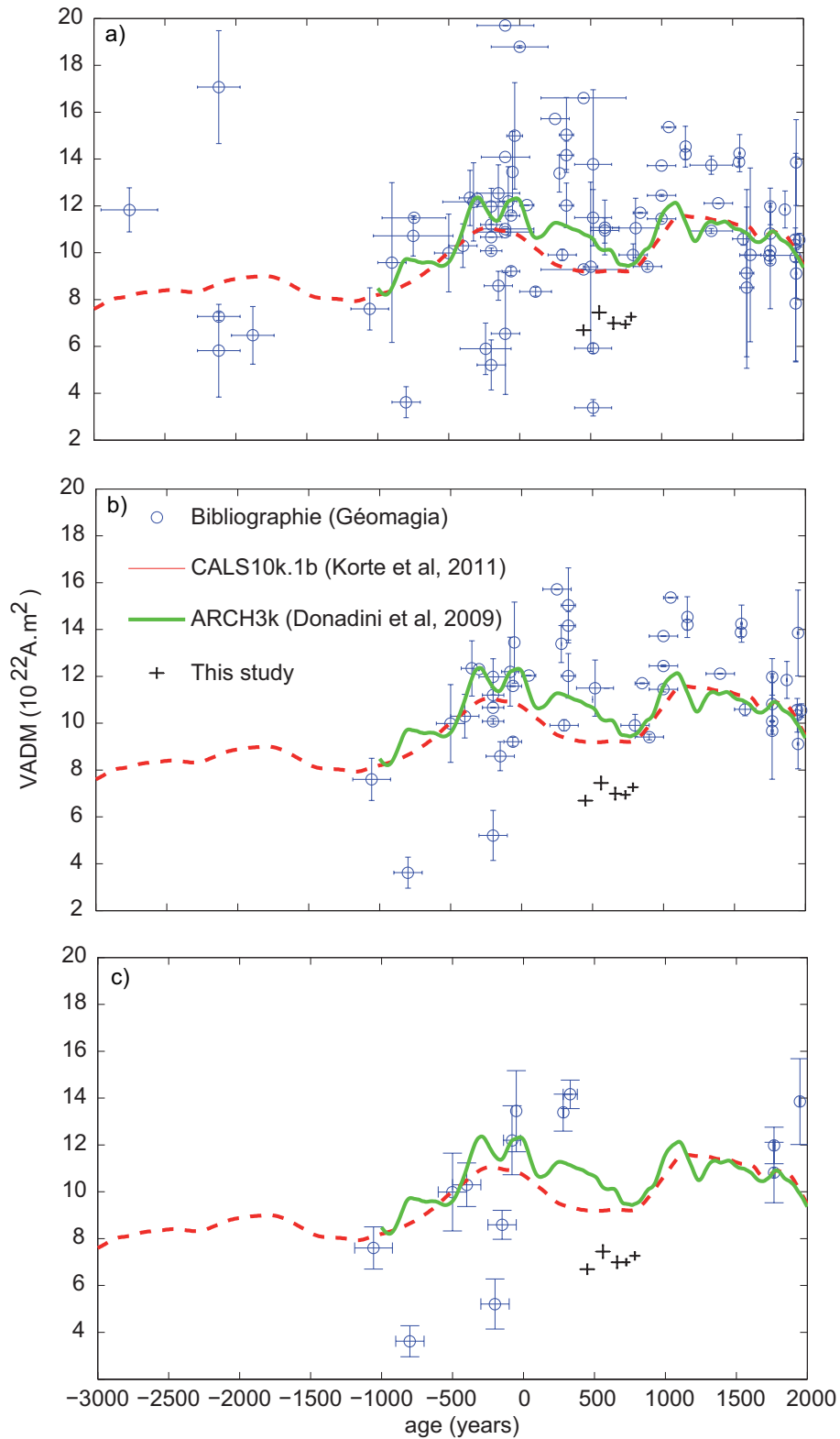


FIGURE 2.26 – *Compilation of archeintensity VADM data available for Mesoamerica a) All data b) Data selection by means of the Donadini et al. (2009)’s criteria c) Data selection by means of our criteria (see text for explanation).*

VADM values found between 400 and 800 A.D. The Uxmal site located in the center of the Yucatan peninsula appear as the ideal candidate for a next study. Larger numbers of high-quality data will allow the rejection of data of unknown or questionable quality, improving the signal to noise ratio in the global and regional datasets. This step is of first importance to increase global model resolution both in space and time resolution to answers questions of geophysical interests and to enable the development of reliable regional reference curves involved in archeometry dating.

2.4.9 Conclusions

Of the 24 samples from Maya incense burners used to estimate the archeointensity during the Classic Period in the Palenque area, 19 yield a reliable determination. Measurements were performed with the Thellier-Thellier method on pre-selected samples by means of their magnetic properties. We estimated the firing temperature of the ceramics between 850 and 1000°C that ensures that the full TRM was acquired during the manufacturing heating. The present experimental study leads to the following conclusions :

1. The intensity of the Earth's magnetic field varied slightly during the Classic Maya period, from a minimum of $29.1 \pm 0.9 \mu\text{T}$ during Motiepa to a maximum of $32.9 \pm 1.2 \mu\text{T}$ during Cascadas. This corresponds to a VADM varying from $6.7 \pm 0.2 \times 10^{22} \text{ A.m}^2$ to maximum $7.5 \pm 0.3 \times 10^{22} \text{ A.m}^2$.
2. These new archeointensities help to clarify the different ceramic phases. Indeed, incense burners from 400 to 620 A.D. do not form a homogeneous group as they present variations in manufacturing techniques, iconic designs and styles. Such differences may be attributed to the development at different times within this period of 200 years. Our study clearly argues in favor for a subdivision of the Motiepa phase into a early Motiepa phase (400-500 A.D.) and a Cascadas phase (500-620 A.D.).
3. The abundance of archeological material in this region contrasts with the small amount of archeomagnetic data in Mesoamerica available over the last few millennia. Moreover, these data are also of uneven quality. Thus, it is especially difficult to establish a trend in the intensity variations in the Mesoamerican region, even using the databases in the world and predictions of secular variation of the existing global models. As a consequence our high technical quality data represent a strong constrain in the Mesoamerican secular variation curve. The VADM values found are smaller than the ones predicted by the global geomagnetic models, suggesting the need to develop a regional model for the secular variation curve in Mesoamerica.

2.5 Compléments d'information

2.5.1 Comment obtenir une valeur fiable d'archéointensité en laboratoire ?

Les mesures expérimentales en archéomagnétisme consistent à déterminer la direction et/ou l'intensité du champ magnétique terrestre dans des terres cuites archéologiques. Si ces dernières n'ont pas été déplacées après leur cuisson (comme par exemple une parois de four, briques de four..) on peut à la fois déterminer la direction et l'intensité du champ au moment de la dernière cuisson, dans le cas contraire (comme par exemple des fragments de poterie, céramiques etc...) seule l'intensité pourra être déterminée, exceptée si on connaît leur positionnement exact lors de leur cuisson. Nous nous focaliserons ici sur la détermination d'une archéointensité, la procédure d'obtention des directions étant strictement identique à celles des laves. Pour déterminer une archéointensité, la méthode classiquement utilisée est celle de Thellier ou une de ses dérivées (cf. Annexes 2). Néanmoins, après avoir mené ce protocole, la valeur de l'intensité ainsi obtenue doit être doublement corrigée de deux erreurs introduites par des biais expérimentaux : d'une part par le taux de refroidissement et d'autre part par l'anisotropie d'aimantation thermorémanente (A-ATR).

Correction du taux de refroidissement

L'effet du taux de refroidissement sur l'acquisition d'une ATR a été étudié en premier lieu par Néel (1955), puis plus tard par Dodson and McClelland (1980); Walton (1980); Halgedahl et al. (1980). L'application directe ce travail à l'archéomagnétisme s'est également déroulé au début des années 80 (e.g. Fox and Aitken (1980); McClelland-Brown (1984)). L'ensemble des observations montrent que pour des minéraux monodomaines (ce qui est requis pour appliquer la méthode Thellier), l'ATR acquise au cours d'un refroidissement lent (four archéologique) est plus élevée que l'ATR acquise au cours d'un refroidissement rapide (four expérimental pour mesurer les paléointensités). Aitken (1983) a reporté l'effet des taux de refroidissement sur des poteries qui ont été aimantées puis refroidies lentement pendant deux jours. Les intensités ainsi acquises ont été mesurées en utilisant des temps de refroidissement au sein du laboratoire de 5 min à 4h, entraînant une sur-estimation de 11% et 3 % respectivement. Ainsi, l'erreur due au taux de refroidissement peuvent être relativement conséquentes. Afin de tenir compte de cette possible erreur, trois chauffe à une température donnée sont effectuées (Chauvin et al., 2000). La température doit être suffisamment élevée pour qu'une fraction suffisante d'ATR soit touchée mais assez basse pour éviter une altération possible. La première chauffe se fait dans les conditions classiques de détermination de la paléointensité avec une refroidissement rapide (4h). La seconde acquisition se fait avec un refroidissement lent (environ 12

h) et la troisième de nouveau avec un refroidissement rapide identique au premier. On peut ainsi définir un facteur de correction du taux de refroidissement r_1 (eq. 2.11) et un facteur d'altération r_2 (eq. 2.12).

$$r_1 = \frac{ATR_2 - ATR_1}{ATR_1}, \quad (2.11)$$

$$r_2 = \frac{ATR_3 - ATR_1}{ATR_1} \quad (2.12)$$

Si r_1 et r_2 sont très proches, il est dans ce cas relativement difficile de pouvoir attribuer une correction de taux de refroidissement dans la mesure où l'erreur peut être également attribuée à l'altération. Une seconde correction est également à apporter : la correction d'A-ATR.

Correction du degré d'anisotropie

Les matériaux archéologiques présentent très souvent de fortes fabriques dont l'origine provient de leur mode de fabrication, c'est le cas essentiellement pour les briques, les poteries et les céramiques. Cette fabrique se répercute au niveau magnétique dans la mesure où les matériaux présentent une anisotropie magnétique très marquée (Aitken et al., 1981; Veitch et al., 1984). Ainsi, l'ATR artificielle acquise en laboratoire est directement dépendante de la direction dans laquelle le champ magnétique est appliqué. A moins que ce dernier ne soit appliqué dans la direction du champ magnétique passé enregistré lors du refroidissement du matériau, une erreur sera introduite lors de la mesure de la paléointensité. L'importance de cette erreur dépend à la fois du degré d'anisotropie de l'échantillon et des directions relatives entre les axes principaux du tenseur d'anisotropie et de la direction du champ appliqué. Afin de corriger cette erreur, il est nécessaire de mesurer le tenseur d'anisotropie pour chaque spécimen. (Chauvin et al., 2000) a montré que les tenseur d'anisotropie de susceptibilité, de rémanence thermique et de rémanence anhystérétique avaient tous la même orientation mais que le degré d'anisotropie diffère d'un tenseur à l'autre. Nous avons choisit de corriger nos mesures brutes d'intensité par la mesure d'anisotropie d'ATR, le processus d'acquisition de l'aimantation dans les céramiques étant thermique. La procédure de correction a été développée par (Veitch et al., 1984). L'anisotropie d'ATR est mesurée à des températures moyennes afin de minimiser l'altération tout en travaillant sur une fraction d'aimantation suffisamment importante. Chaque échantillon est soumis à une chauffe puis un refroidissement au cours duquel un champ magnétique est appliqué dans les directions $+X, -X, +Y, -Y, +Z$ et $-Z$. Ensuite le tenseur d'anisotropie est déterminé puis la le facteur correctif estimé selon la procédure de Veitch et al. (1984). La direction du moment magnétique \mathbf{m} enregistré dans une céramique est dépendant de la direction du champ \mathbf{H} et de la fabrique magnétique :

$$\mathbf{m} = K \cdot \mathbf{H}, \quad (2.13)$$

2.5.2 Détermination des conditions de cuisson du matériel archéologique

où $(i,j)=(x,y,z)$ et K est le tenseur de susceptibilité. Pour des champs faibles, le tenseur est symétrique, d'où $K_{ij} = K_{ji}$. Les mesures d'A-ATRM permettent de déterminer les coefficients K_{ij} du tenseur. Ce tenseur est ensuite diagonalisé, ce qui permet d'obtenir les vecteurs propres, souvent assimilés aux directions des contraintes appliquées lors de la manufacture de l'objet. Le calcul du vecteur unitaire \mathbf{h} , correspondant à la direction du champ ancien et donnée par l'équation :

$$\mathbf{h} = \frac{K^{-1} \cdot \mathbf{m}}{\|K^{-1} \cdot \mathbf{m}\|}. \quad (2.14)$$

Ensuite, le facteur de correction f_{ATR} est donné par la relation suivante :

$$f = \frac{\|k \cdot \mathbf{u}\|}{\|k \cdot \mathbf{h}\|}, \quad (2.15)$$

où \mathbf{u} est le vecteur unitaire dirigé selon l'axe z de la carotte, direction d'application du champ en laboratoire.

Le calcul de ces deux paramètres est fondamental pour obtenir une valeur d'archéointensité fiable. La détermination des conditions de cuisson est un autre paramètre qui peut apporter un poids supplémentaire sur la validité des mesures.

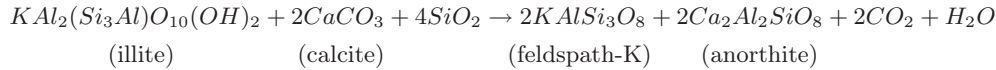
2.5.2 Détermination des conditions de cuisson du matériel archéologique

La réaction de durcissement qui a lieu au cours de la cuisson dans les pâtes riches en argiles est un processus fondamental de la technologie de la céramique. Ce processus se produit à haute température et les transformations minérales sont principalement influencées par la composition de la matière première et les conditions de cuisson. La détermination de ces conditions, notamment la température maximale atteinte lors de la cuisson, est un élément important dans une étude archéomagnétique. En effet, si la température atteinte est supérieure à la température maximale de déblocage des minéraux porteurs de l'aimantation, alors l'aimantation portée par la poterie correspond à une ATR dont l'intégralité a été acquise lors de la cuisson. Si ce n'est pas le cas, l'interprétation des résultats est compromise. L'évaluation de la température de cuisson peut être effectuée par l'identification des phases minérales présentes dans l'échantillon. Pour ce faire, deux techniques sont mises en oeuvre : la diffraction des Rayons X (DRX) et la spectroscopie Mössbauer.

Par la spectroscopie de diffraction aux rayons X

La présence ou l'absence d'assemblages de minéraux spécifiques détermine le degré de transformation thermique qui s'est produite dans la pâte d'argile de la céramique au cours de la procédure de cuisson. Ceci permet d'estimer la température de cuisson pendant le fonctionnement des fours (Cultrone et al., 2001; Maritan et al., 2006; Rathossi

and Pontikes, 2010). Des minéraux tels que l'illite (mica blanc) ou la calcite sont des minéraux primaires dont la présence révèle une cuisson à relativement basse température (inférieur à 750°C), comme l'indique l'équation suivante :



A l'inverse, la présence de feldspaths, pyroxènes, gehlnite ou encore mullite témoignent de températures de cuisson supérieures à 800°C (Cultrone et al., 2001). L'analyse de la diffraction des rayons X sur poudre (DRXP) est souvent utilisé pour la caractérisation minéralogique des échantillons de céramique. Cette méthode consiste en l'étude de la diffraction des Rayons X (DRX) par des solides cristallisés sous forme polycristalline à orientation supposée parfaitement statistique. Le matériau est bombardé par un faisceau de rayons X monochromatiques et parallèles de longueur d'onde connue, produit grâce à une anticathode de cuivre. Le rayonnement émis est défini par un système de fentes et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. Ce dernier est étalé sous forme de poudre (15 mg environ) sur une lame de verre qui tourne uniformément autour d'un axe situé dans son plan, permettant ainsi d'augmenter le nombre d'orientations possibles des plans réticulaires. Les particules étant orientées au hasard, il y aura toujours une famille de plans donnant lieu à la diffraction Un détecteur ou compteur (Geiger-Müller ou compteur à scintillation) mesure l'intensité du rayonnement X diffracté dans certaines directions. Il tourne autour du même axe mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence θ , l'angle mesuré par le déplacement du compteur sera donc 2θ . L'enregistrement réalisé correspond à la courbe de l'intensité des rayons X diffractés en fonction des angles de diffraction mesurés 2θ (Fig. 2.27). La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé. Néanmoins, cette méthode ne nous permet pas toujours d'obtenir une réponse précise sur les températures de cuisson atteinte. La spectroscopie Mössbauer peut également apporter des informations complémentaires.

Par la spectroscopie Mössbauer

La spectroscopie Mössbauer, en magnétisme des roches, est utilisée principalement pour distinguer quantitativement les proportions des différents minéraux magnétiques, en distinguant notamment le fer ferreux Fe(II) et le fer ferrique Fe(III). L'effet Mössbauer a été mis en évidence en 1958.

Principe La spectroscopie Mössbauer est basée sur la résonance des atomes au rayonnement γ . Lorsqu'un quanta d'énergie γ est émis par un atome passant d'un état excité

2.5.2 Détermination des conditions de cuisson du matériel archéologique

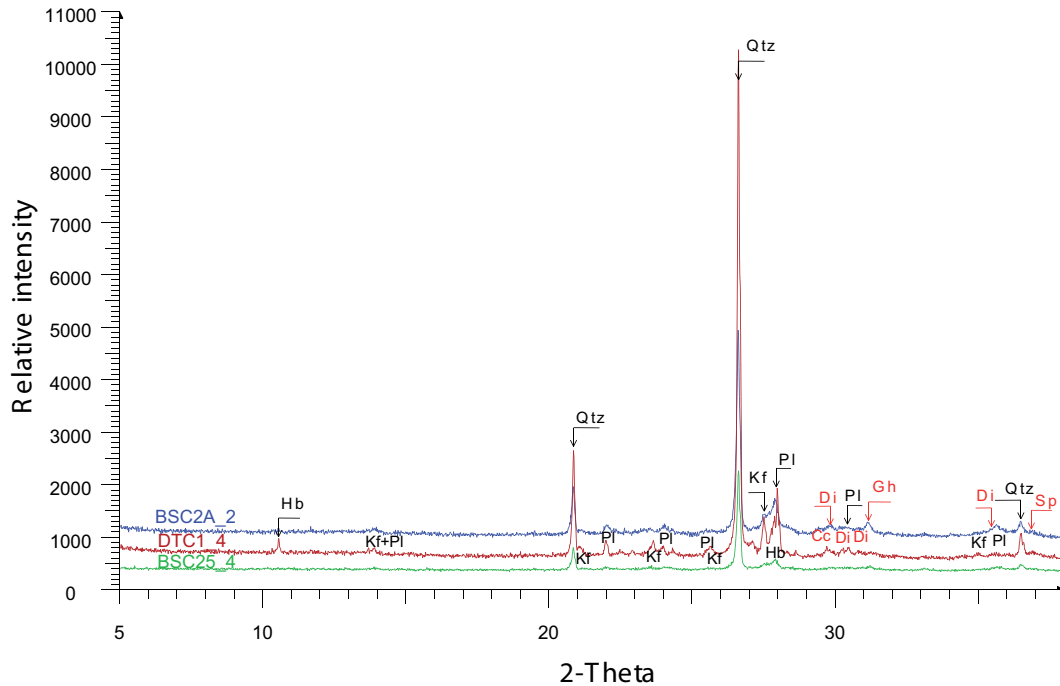


FIGURE 2.27 – Diagrammes de diffraction des rayons X sur poudre pour trois échantillons de céramique (Grèce, datés du néolithique). Abréviations : Qtz : Quartz, Pl=plagioclase (albite ou bytownite), Kf= feldspath-K (orthoclase), Di=diopside, Gh= gehlenite, Hb=hornblende, Tr=tremolite, Ep=epidote, Cc= calcite, Mi= mica blanc (illite ou muscovite), Sm= smectite, Sp : spinelle.

à un état énergétique de base, il peut être absorbé par un nucléus du même isotope, ce dernier passant alors à son tour à un état excité. La source de rayonnement communément utilisée en spectroscopie Mössbauer est le ^{57}Co , qui se désintègre en ^{57}Fe par capture d'électron avec un temps de demi-vie de 270 jours. Le ^{57}Fe engendré par cette désintégration libère une énergie de 14.4 keV lors de son passage à l'état de repos. Ce rayonnement émis excite les atomes ^{57}Fe de l'échantillon absorbeur. Les échantillons naturels ne contiennent que 2% de cet isotope environ, mais cela se révèle suffisant pour obtenir de bons spectres. Une partie de l'énergie peut être en partie perdue dans la matrice par vibrations (phonons) pendant l'émission ou l'absorption de rayon γ . La résonance Mössbauer dans la matière absorbante peut être "décalée" ou "éclatée" par les interactions (dites hyperfines) entre les nuclei et leur environnement solide. Ce sont ces paramètres qui fournissent des informations quant à l'état physique et chimique du Fer. Pour explorer le spectre hyperfin de l'échantillon, l'énergie des rayons γ balaie une gamme de fréquences par effet Doppler. Ainsi, la source est mobile et se déplace à quelques mm/s. Les interactions hyperfines sont de trois types (Fig. 2.28 :

- **Le déplacement isomérique (IS Isomeric Shift)** : il provient d'une différence d'environnement chimique entre la source et l'absorbeur, ceci modifiant légèrement

le puits d'énergie potentiel entre les deux. Ce phénomène provoque le déplacement du spectre sur l'échelle de vitesse (Fig. 2.28). Les mesures de décalage sont relatives au ^{57}Fe dans une matrice de fer métal. Si l'absorbeur contient des ions Fe^{3+} , le déplacement isomérique est de 0.4 mm/s alors que s'il contient des ions Fe^{2+} de déplacement est de l'ordre de 1.4 mm/s. La règle générale est la suivante : plus les liaisons sont covalentes, et moins le décalage isomérique est important. Par exemple, le fer en configuration tétraédrique (Fe^{3+}) est plus covalents que le fer en configuration octaédrique (Fe^{2+}), ce qui explique la différence de décalage isomériques pour les ions ferreux et ferriques. Ceci permet de déterminer sans ambiguïté l'état d'oxydation du fer.

- **L'éclatement quadripolaire (EQ Electric quadrupole interaction)** : il intervient pour des atomes de ^{57}Fe dans un environnement de faible symétrie électronique. Il en résulte une interaction entre le moment quadripolaire nucléaire et le gradient de champ électrique du noyau. Ce type d'interaction affecte seulement l'état excité et divise le niveau énergétique en sous-niveaux en paire mais n'affecte par le centre du spectre (Fig. 2.28). De manière général, les ions Fe^{3+} ont de faibles gradients électriques, correspondant à de faibles interactions quadripolaires (≈ 0.7 mm/s) alors que les ions Fe^{2+} ont des gradients électriques relativement forts, à l'origine de fortes interactions quadripolaires (≈ 3.0 mm/s).
- **L'interaction magnétique hyperfine (Magnetic hyperfine interaction)** : ce phénomène se produit par interaction entre le moment magnétique dipolaire et le champ magnétique des électrons du ^{57}Fe . Ceci conduit à l'effet Zeeman et à la formation de sous niveaux énergétiques pour l'état de base et l'état excité (Fig. 2.28). Cet effet ne se produit que dans des solides magnétiquement ordonnés (ferro-, ferri- et antiferromagnétiques). Dans les matériaux paramagnétiques, les spins magnétiques des ions changent d'orientation tellement rapidement que le noyau ne ressent uniquement qu'une moyenne nulle.

La spectroscopie Mössbauer est utilisée pour distinguer des minéralogies qui sont difficiles à déterminer avec les techniques plus traditionnelles. La détermination d'un mélange magnétite-maghémite en est un bon exemple. Alors que la magnétite est facilement identifiable par son point de Curie ou sa transition de Verwey, la maghémite l'est plus difficilement. La signature spectrale dépend de la proportion entre les différents minéraux et permet donc de les distinguer. La détermination de grains ultra-fins super-paramagnétiques sont souvent difficiles à identifier également. La température de déblocage ainsi que la dépendance de fréquence peuvent donner une information sur leur présence mais guère plus. La spectroscopie Mössbauer à température ambiante et à basse température (Azote ou Hélium liquide) permet d'obtenir des spectres caracté-

2.5.2 Détermination des conditions de cuisson du matériel archéologique

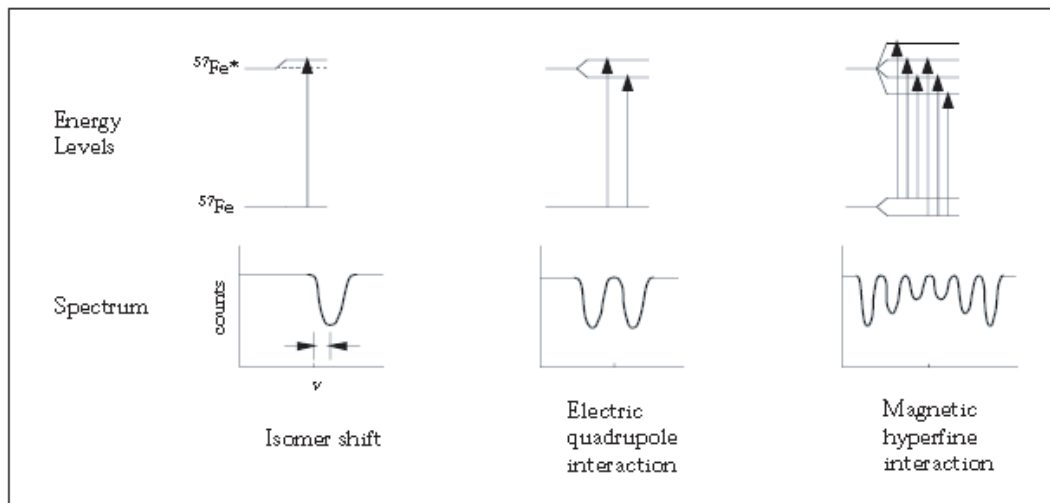


FIGURE 2.28 – Diagrammes d'énergie et spectres associés pour les trois principales interactions. Un échantillon donnée peut posséder un spectre résultant de la superposition d'une combinaison de ces trois spectres.

ristiques (Roggwiller and Kundig, 1973; Rivas-Sanchez et al., 2009) et ainsi d'identifier facilement des grains superparamagnétique.

Application à l'archéomagnétisme La spectroscopie Mössbauer peut également être utilisée en archéologie (Creagh and Bradley, 2000). En effet, la cuisson des poteries entraîne une modification physique et chimique de la fraction argileuse et de la fraction d'oxydes et oxy-hydroxydes de fer. Les argiles contiennent toutes du Fer en proportion plus ou moins variable (1 à 10 % en masse). Le spectre Mössbauer dépend donc des argiles initiales mais également de la manière avec laquelle elles sont cuites. Dans les fours, la cuisson peut être réalisée sous différentes conditions : milieu oxydant, réduit ou changeant. La température de cuisson et le temps de refroidissement sont également des paramètres importants du processus de fabrication. Dans quelle mesure peut-on tirer des conclusions quant à l'étude du spectre Mössbauer des poteries? Plusieurs expériences ont été réalisées dans des répliques de fours anciens ou dans des fours excavés, mais pour lesquels les contrôles sont difficiles. Les expériences de chauffe en laboratoires présentent une part importante des études sur le sujet. Il est cruciale de pouvoir contrôler parfaitement l'atmosphère, la température de chauffe ainsi que la vitesse de refroidissement (Wagner et al., 1998a). Il en résulte que pour des températures de 500°C environ, l'équilibre thermodynamique est atteint pour 2h de chauffe, alors que pour des températures plus faibles, les réactions sont plus lentes et le temps de chauffe peut jouer de manière importante sur l'état du fer dans le matériau chauffé. Une autre question concerne le temps mis pour que la température à l'intérieur et à l'extérieur de la céramique soit identique. L'étude de la conduction thermique dans les céramiques a

montré que l'équilibre thermique est atteint en 5 minutes environ pour une épaisseur de l'ordre du centimètre (Wagner et al., 1998a). Mais l'information principale pouvant être obtenue à partir d'un spectre Mössbauer est la température de cuisson. Pour cela, il faut supposer que le matériau n'a pas été cuit en milieu réduit puis oxydé mais cuit en milieu oxydant (Creagh and Bradley, 2000). Lors de la cuisson en milieu oxydant, les paramètres du spectre Mössbauer à température ambiante les plus sensibles durant la cuisson sont le QS de l'ion trivalent $Q_{Fe^{3+}}$ et la fraction non magnétique A_{nm} (fraction de tous les éléments qui ne présentent pas d'interactions magnétiques) (Wagner et al., 1998b; Murad and Wagner, 1998; Wagner et al., 1998a). $Q_{Fe^{3+}}$ montre une augmenta-

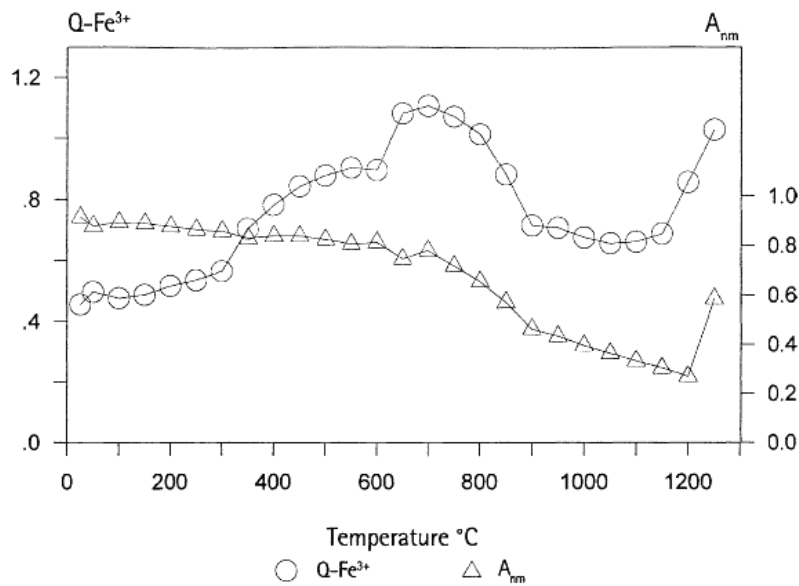


FIGURE 2.29 – Dépendance de certains paramètres Mössbauer à température ambiante en fonction de la température de cuisson de l'argile Batán Grande. $Q_{Fe^{3+}}$ (cercles) est la éclatement moyen quadripolaire du Fe^{3+} et A_{nm} (triangles) est la fraction du fer non magnétique (Fe^{2+} et Fe^{3+}) (d'après Murad and Wagner (1998)).

tion caractéristique durant la cuisson entre 400 et 700°C alors qu'il décroît à partir de 800°C. A_{nm} décroît lorsque les oxy-hydroxides sont convertis en hématite entre 200 et 400°C et entre 800 et 900°C lorsque les ions fer structuraux sont libérés et deviennent de l'hématite (Fig. 2.29). La combinaison de ses deux paramètres peut donc permettre d'obtenir une bonne idée de la température de cuisson de la poterie.

Chapitre 3

Comportement du champ magnétique terrestre lors d'un changement de polarité : Étude d'un exemple

3.1 Introduction à l'étude

Dans le premier chapitre nous avons vu que le champ magnétique terrestre s'est renversé de nombreuses fois au cours du temps. Il s'agit d'un phénomène géophysique parmi les plus spectaculaires mais qui reste encore aujourd'hui énigmatique. La difficulté de l'étude de ce phénomène repose sur le fait que les observations sont indirectes, la dernière inversion étant datée à 780 000 ans environ. Dès lors, plusieurs problèmes se posent. Le temps d'une inversion est relativement court, entre 5000 et 7000 ans en moyenne (Clement, 2004), ce qui, sur l'échelle des temps géologiques, représente un "instantané". S'agissant d'un phénomène global, les renversements de polarité sont utilisés par exemple comme isochrone dans la méthode de datation relative basée sur la magnétostratigraphie. L'enregistrement du champ transitionnel est donc statistiquement difficile à réaliser dans les laves car il nécessite une concomitance entre les éruptions volcaniques, phénomène chaotique, et le renversement dont la durée est très brève. Il en est de même pour les sédiments, où l'enregistrement nécessite un taux de sédimentation à la fois continu et élevé (Merrill and McFadden, 1999). La fidélité de l'enregistrement peut également être remise en cause, leur interprétation étant parfois rendue difficile par la superposition d'une (ou plusieurs) composante(s) à l'aimantation primaire. En effet, au cours d'une inversion de polarité, le champ diminue en intensité, probablement d'un facteur 10 (Prévot et al., 1985; Leonhardt and Soffel, 2002; Valet et al., 2005). L'aimantation primaire de la roche, proportionnelle à l'intensité du champ, est donc relativement faible. Par conséquent, sa conservation au cours du temps est compromise.

Plusieurs questions restent en suspens sur cette thématique comme : Quel est le

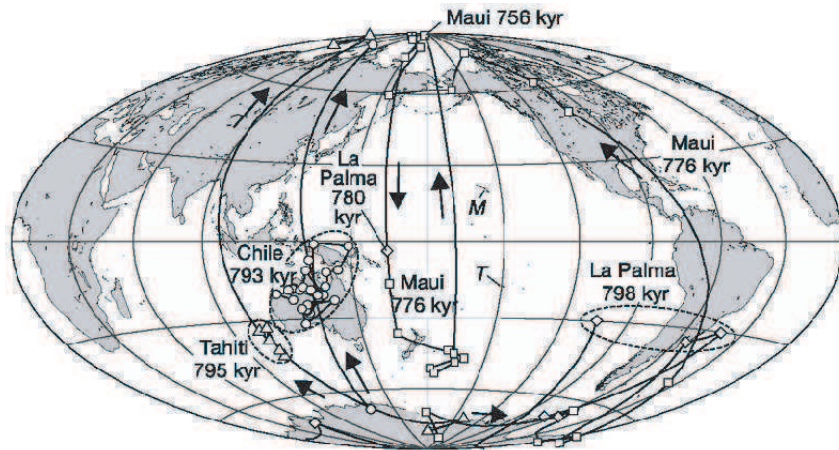


FIGURE 3.1 – PGVs pendant le renversement *Brunhes-Matuyama* (Singer et al., 2005).

devenir des composantes dipôle et non dipôle lors d'un renversement ? Quelle est la morphologie du champ transitionnel ? Existe-t-il des caractéristiques communes entre les différents renversements ? Les pôles géomagnétiques virtuels (PGV) obtenus à partir des données transitionnelles au cours des 12 derniers millions d'années semblent en partie répondre à cette dernière question. On observe un regroupement préférentiel des PGV au cours des renversements récents sur deux bandes longitudinales antipodales, l'une passant par l'Amérique et l'autre par l'Australie. En effet, les études des enregistrements sédimentaires (Clement, 1991; Laj et al., 1991) et d'autres portant sur les laves (Hoffman, 1991) montrent cette même tendance (Fig. 3.1). Ce confinement persistant sur plusieurs millions d'années, est présenté par certains comme une preuve expérimentale du couplage entre les convections nucléaires et mantelliques d'origine électromagnétique (Runcorn, 1992; Brito et al., 1999) ou thermique (Bloxham and Gubbins, 1987; Kutzner and Christensen, 2004). Toutefois, plusieurs autres études portant sur des sédiments (Vallet et al., 1992) ou des laves (Prévot and Camps, 1993), tendent à montrer au contraire que la distribution de PGV transitionnels est uniforme en longitude. Les évidences qui supportent l'hypothèse d'un couplage noyau-manteau semblent dépendre à la fois de l'intervalle de temps considéré (Camps et al., 2007) et des régions d'où proviennent les données (Hoffman et al., 2008). Il est en revanche intéressant de noter que les modèles numériques de géodynamo pour lesquels un flux de chaleur non uniforme est imposé à l'interface Noyau-Manteau simulent parfaitement l'organisation longitudinale des PGVs transitionnels (Coe et al., 2000; Kutzner and Christensen, 2004). A l'inverse, le modèle géomagnétique proposé par Leonhardt and Fabian (2007) pour le renversement Brunhes-Matuyama ne prédit pas l'existence de ces bandes longitudinales mais montre un regroupement des PGVs transitionnels dans le Pacifique. Ces questions peuvent se rattacher à l'observation de tâches de flux à la limite manteau noyau pour le champ moderne aux hautes latitudes, notamment sous l'Australie (Jackson et al., 2000; Korte and Holme,

2010). Ces tâches ont pu persister jusqu'au Pliocène, notamment par l'influence des hétérogénéités du manteau (Gubbins et al., 2007), voire jusqu'à la fin de l'Oligocène si l'on en croit les résultats expérimentaux d'Hoffman et al. (2008). Ainsi, des observations provenant de régions proches de l'Australie pourraient fournir des informations claires quant à une éventuelle interaction manteau-noyau.

Par ailleurs, la plupart des études montrent une diminution de l'intensité du champ dipolaire au cours du renversement ; l'intensité du champ peut décroître localement jusqu'à atteindre 10% de sa valeur initiale (Prévot et al., 1985; Leonhardt and Soffel, 2002; Valet et al., 2005, e.g.). De plus, des variations importantes des directions sont enregistrées avant (précurseur) ou au cours (rebond) du renversement (Prévot et al., 1985; Brown et al., 2004; Coe et al., 2004; Camps et al., 2011). Ces observations sont confortées par différents modèles numériques (Olson et al., 2009, 2011) et suggèrent une augmentation de la turbulence au sein du noyau liquide. Cependant, Sherwood and Shaw (1986) ont déterminé sur des laves provenant du volcan Akaroa (Nouvelle Zélande) des paléointensités transitionnelles avec une valeur significativement supérieure à celles des intensités avant et après le renversement. Si cette observation s'avère vraie, elle pose directement la question du devenir de l'amplitude de la variation séculaire pendant les renversements de polarité (Camps and Prévot, 1996). Cependant, la méthode expérimentale utilisée pour la détermination de ces paléointensités, la méthode de Shaw (1974), est extrêmement controversée par la communauté scientifique (cf. Annexe A). Un réexamen de ces données s'impose par la méthode conventionnelle de Thellier.

Dans l'optique d'apporter de nouvelles données directionnelles et de vérifier les paléointensités transitionnelles obtenues par Sherwood and Shaw (1986), nous avons ré-échantillonné le renversement enregistré dans la séquence volcanique d'Akaroa (Evans, 1970; Hoffman, 1986; Sherwood and Shaw, 1986). La mission s'est déroulée en janvier 2010 dans la Péninsule de Banks (Ile Sud de la Nouvelle Zélande, près de Christchurch). Cette péninsule est composée de deux édifices volcaniques principaux, dont Littelton forme la partie nord ouest et Akaroa la partie sud est. C'est ce dernier édifice que nous avons échantillonné. Il s'agit d'un volcan miocène formé de coulées de composition basaltique à andésitique (Stipp and McDougall, 1968; Timm et al., 2009). Nous avons prélevé près de 450 carottes et échantillonné 71 coulées sur trois sections (Fig. 3.2). La section principale LG (Lighthouse road) correspond strictement à celle qui avait été échantillonnée par Evans (1970), Hoffman (1986) and Sherwood and Shaw (1986). Nous avons choisi d'échantillonner deux nouvelles sections (SB et LA) dans l'espoir de trouver de nouvelles directions absentes de la section originale. La corrélation entre les trois sections a été réalisée sur la base d'arguments minéralogiques, géologiques (observations de terrain) et magnétique. J'ai dans un premier temps déterminé l'évolution directionnelle enregistrée



FIGURE 3.2 – Localisation de la Péninsule de Banks et des trois sections échantillonnées. Chaque point représente la localisation d'un site d'échantillonnage.

dans cette séquence volcanique. Puis, suite à une étude de la minéralogie magnétique, j'ai sélectionné les échantillons susceptibles de fournir une valeur de paléointensité par la méthode de Thellier and Thellier (1959). Malheureusement très peu d'échantillons ont rempli les critères nécessaires pour appliquer cette méthode (cf. Annexe A), dû notamment à une fraction importante de grains polydomaines dans de nombreuses coulées. De plus, la présence de titanomaghémite dans de nombreux échantillons, traduisant inévitablement la présence d'une aimantation rémanente chimique dans l'ARN, ce qui interdit toute détermination de paléointensité absolue. A la vue de cette minéralogie, j'ai décidé d'appliquer la méthode multispecimen aux échantillons présentant un comportement polydomaine et pour lesquels la nature thermo-rémanente de l'aimantation ne fait aucun doute (Dekkers and Böhnelt, 2006; Fabian and Leonhardt, 2010, cf. Chapitre 4). L'article suivant, en préparation pour être soumis à PEPI pour sa publication, résume l'ensemble des résultats et des conclusions de l'étude.

3.2 Comportement du champ magnétique lors du renversement d'Akaroa

Behavior of the transitional field during the Akaroa polarity reversal, New Zealand : low paleointensities coupled to a geomagnetic rebound ?

G. Fanjat¹, P. Camps¹, T. Poidras¹, C. Carvallo², B. Kennedy³, K. Hoffman⁴

¹Géosciences Montpellier, CNRS and Université Montpellier 2, 34095 Montpellier, France.

²IMPMC, Campus Jussieu, 4 place Jussieu, 75005 Paris, France

³Physics Department, Cal Poly State University, San Luis Obispo, CA, United States

⁴Department of Geological Sciences, University of Canterbury, Private Bag 4800, Christchurch, New Zealand

First draft

Abstract

We resampled a polarity reversal of late Miocene age (≈ 9 Ma) recorded along a volcanic sequence in Akaroa volcano, Banks Peninsula, New Zealand. Our main objectives were twofold. First, we wanted to check the validity of old paleointensity determinations that yielded stronger values during the transitional period than during the stable periods that preceded and followed the reversal. This observation is opposite to what is generally observed from experimental determinations and numerical models. An increase in intensity during reversals would provide an extreme example of energy transfer from the axial dipole into other harmonic coefficients. However, the Shaw method, which was the experimental method used for determining these paleointensities, is strongly questioned by the scientific community. A check of these data by the conventional Thellier method was required. Second, we wanted to complete directional observations of the transitional field in order to describe the virtual geomagnetic poles (VGPs) paths during the reversal. Indeed, studies of polarity transitions of the Earth's magnetic field recorded over the past few million years, especially in Australasia, suggest a long-lived mantle control over the Earth's core, manifested by a clustering of VGPs at locations common to several younger reversal datasets from all around the globe. To achieve these two objectives, we carried out first a comprehensive magnetic mineralogy study. The directional results show a complex sequence of N-T-R-T-N-T-R polarity. The transitional VGPs obtained are clustered over two longitudinal bands : one over America and one over Australasia, in agreement with the model of mantle influence over the geodynamo during the last ten millions of

years. According to the mineralogy of the samples, we used the Thellier-Thellier's method or the multispecimen protocol to determine paleointensities. The obtained values do not confirm an increase of the intensity during the reversal. They show more scattered values of the intensity even during the stable periods, between 20 and 86 μT , and a very low mean value, about 15 μT before, during and after the polarity change. Based both on the field strength values and on the radiochronological ages, showing that the whole sequence was erupted in a very short time, we suggest that only the C4Ar.1n-C4Ar.1r reversal was recorded in this sequence. In this assumption, the reversal shows a complex path comparable to other reversals recorded in the northern hemisphere (for example in the Steens Mountain), including a rebound before stabilizing.

Key words : Magnetic Earth's reversal – Paleointensity – Australasia – Banks Peninsula

3.2.1 Introduction

The Earth's magnetic field resulting from the self-sustained dynamo working in the Earth's liquid outer core presents an important temporal variation range. They span from less than one year, with rapid events such as geomagnetic jerks (Mandea et al., 2010, e.g.), to several million years during which the magnetic field presents a relative stability (e.g. Jonkers et al. (2003); Pavlov and Gallet (2005)). The most impressive behavior of the Earth's magnetic field over the time are reversals, where the dipole reverses from one polarity to the opposite. The short duration of transitional field states, about few millennia (Clement, 2004), and the fragmentary nature of paleomagnetic records make difficult the study of such events. As a consequence, the field morphology during reversals is still not perfectly known and some fundamental questions remain unanswered. Does the energy of the dipole transform into that of other terms? Are there some persistent mantle-held flux concentrations at the core surface that control the behavior of the transitional field?

This last question was answered from paleomagnetic observations of transitional Virtual Geomagnetic Poles (VGPs) that seem to describe two preferred longitudinal paths, one through North and South America and the other one through Australasia. Indeed, both sedimentary records (Clement, 1991; Laj et al., 1991) and lava flow records (Hoffman, 1991; Hoffman et al., 2008) suggest such a behavior. These preferred paths are consistent during several million years, and could be explained by an interaction between the core and the mantle at the Core Mantle Boundary (CMB). Even if the geomagnetic field geometry is essentially dictated by the Earth's rotation, variations in the lower mantle and interactions with the core appear to influence the dynamo processes (Gubbins et al., 2007). Such interactions can have an electromagnetic origin (Runcorn, 1992; Brito et al., 1999) or a thermal origin (Bloxham and Gubbins, 1987; Kutzner and

3.2.1 Introduction

Christensen, 2004). Nevertheless other statistical analyses relying on sedimentary records (Valet et al., 1992) and lava flow records (Prévot and Camps, 1993) do not show this pattern. Evidences supporting a core/mantle interaction seem to be dependent of the time interval studied (Camps et al., 2007) as well as on the geographical distribution of the observations (Hoffman et al., 2008). It is interesting to note that numerical models of the geodynamo with a non uniform thermal flux at the CMB are able to reproduce the longitudinal organization of the transitional VGPs as it is assumed for a core-mantle interaction (Coe et al., 2000; Kutzner and Christensen, 2004). The geomagnetic model proposed by Leonhardt and Fabian (2007) for the Matuyama-Bruhnes reversal does not predict two longitudinal bands but shows a preference of transitional VGPs for the Pacific hemisphere. The VGP's clustering during reversals, from an experimental or a modelling point of view, is still under debate and more data are needed. This problem may be associated with concentrations of magnetic flux at the core surface at high latitudes, especially off the west coast of Australia, related to the modern field (Jackson et al., 2000; Korte and Holme, 2010). Gubbins et al. (2007) suggest that these flux patterns may have remained essentially unchanged since the Pliocene while Hoffman et al. (2008) found some evidence from a volcanic sequence in Australia for a stability of mantle control over dynamo flow since the mid-Cenozoic. Hence, analyses of transitional field behavior recorded in rocks from Australasia would be expected to provide the clearest observations about a possible core-mantle interaction.

Absolute paleointensity data show unambiguously that the field strength is considerably reduced during reversals. The local field intensity can drop below 10% of the pre-transitional value (see e.g. Prévot et al. (1985); Leonhardt and Soffel (2002); Valet et al. (2005)) and a decline of the field intensity during a pretransitional period can be described as a precursor the event (Prévot et al., 1985; Brown et al., 2004). Complex patterns also can be recorded during low field intensity transitional periods, such as aborted attempts to re-establish a stable geomagnetic field, characterized by rapid changes in the field polarity and defined as rebounds (Prévot et al., 1985; Coe et al., 2004). These observations are also supported by numerical models (Olson et al., 2009, 2011) and suggest an increase of the turbulence level within the liquid outer core during the transition. However, Sherwood and Shaw (1986) obtained stronger paleointensities in a polarity reversal recorded in a volcanic sequence at Akaroa volcano, New Zealand. In this study the experimental protocol of Shaw (1974) was used to determine the paleointensities. This observation points out directly the problem of the dipole energy during the reversal (Camps and Prévot, 1996). Indeed, an increase in magnetic field intensity during reversals would provide an extreme example of energy transfer from the axial dipole into other harmonic coefficients. Hence, a re-examination of these data by means of the conventional Thellier-Thellier method is required.

In order to provide more data on transitional directions and to check the paleointensities obtained by Sherwood and Shaw (1986), we re-sampled the Akaroa polarity reversal (≈ 9 Ma). Our main objectives were twofold. The first point was to re-examine the direction, particularly the transitional ones, and the second was to determine new paleointensity data with the Thellier protocol. In the first part of this paper we report the geology and the directional data, then relying on a comprehensive rock magnetic study, we present paleointensity results from the Thellier-Thellier method and from the multispecimen pTRM method. Finally, we discuss the whole results.

3.2.2 Geological settings and sampling

Banks peninsula, located on the central East coast of New Zealand, South Island, South Est of Christchurch city (Fig. 3.3), comprises three main composite shield volcanoes; Akaroa and Lyttelton volcanoes which are the larger ones and the contemporaneous Mount Herber Volcanic group in the central region. They are mainly built of alkaline basaltic to andesitic lavas but pyroclastic flows are also encountered (Speight, 1924; Coombs, 1963). These volcanoes were active during the Mid- to Late-Miocene and appear to be of intraplate continental character (Weaver and Smith, 1989; Timm et al., 2009). Lyttelton volcano was active between about 12 Myrs and 10 Myrs whereas Akaroa volcano was active in a very short time interval, from 9.4 Myrs to 8.8 Myrs (Stipp and McDougall, 1968; Timm et al., 2009). Both volcanoes are preserved from tectonic event and present strong patterns of erosion (Hampton and Cole, 2009) at the origin of natural harbours in the ocean. The present diameter of Akaroa volcano is about 35 km but on basis of field observations, the original diameter was close to 50 km (Weaver and Smith, 1989). We collected samples on the Akaroa volcano along three different cross-sections: Little Akaloa, Stony Bay Road and Lighthouse Road (cf. Fig. 3.3).

We sampled in detail 51 flows along the Lighthouse road over a 480 m thick sequence, following the same section sampled by Evans (1970), Sherwood and Shaw (1986) and Hoffman (1986). We sampled also the two other sections, collecting 13 flows on 340 m high and 10 flows on 380 m high along the Little Akaloa and Stony Bay Peak sections, respectively. In total we collected 472 cores by means of a gasoline-powered portable drill. When it was possible, we collected seven cores per flow, being careful to identify landslide lenses and dikes. The lateral extension of the sampling along a flow varies from few meters to tens of meters, depending of the morphology of the outcrop. We oriented the samples using a magnetic compass corrected for local and regional anomalies by sighting either the sun at a known time or either known landmarks. In the laboratory, samples were cut into standard cylindrical paleomagnetic specimens of 1 inch in diameter and 2.2 cm-long. Then, they were stored in a null magnetic field during at least three weeks before to be analyzed. We carried out a comprehensive paleomagnetic study on these samples, relying

3.2.3 Paleomagnetic directions

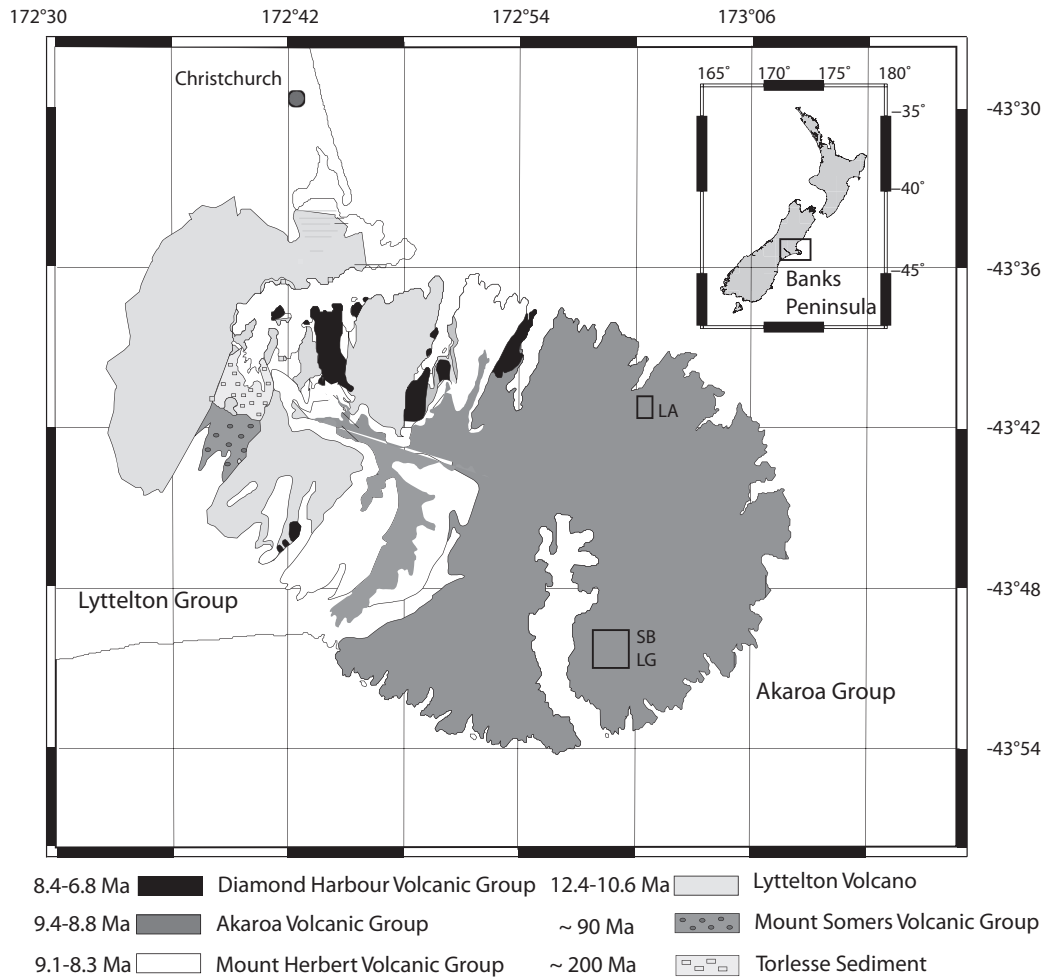


FIGURE 3.3 – Simplified geological map of Banks Peninsula. Location of the three sampled sections : Little Akaloa (LA), Light house road (LG) and Stony Bay Road (SB). Redrawn from Stipp and McDougall (1968); Timm et al. (2009)

on paleodirection measurements, rock magnetism and paleointensity determinations.

3.2.3 Paleomagnetic directions

Experimental protocol

First, we determined the 15-day magnetic viscosity index ν (Thellier and Thellier, 1944) for the whole samples. We measured by means of a JR-5A spinner magnetometer (Agico, Czech Republic) the remanent magnetization (NRM_1) after a two-week storage with the ambient field parallel to the positive cylinder axis of the specimen (\mathbf{z}). Then we measured again the remanent magnetization NRM_2 after a two-week storage in zero-field. The viscous index ν is given in percent by :

$$\nu = \frac{\text{NRM}_1 - \text{NRM}_2}{\text{NRM}_2} \times 100 \quad (3.1)$$

This index can be used as a quantitative estimate of the viscous remanent magnetization (Prévot, 1981).

We used both alternative field (AF) demagnetization and thermal cleaning to determine paleodirections. For most of the flows, we demagnetized and measured in detail (15 steps up to 160 mT) one pilot sample by means of a three-axes 2G cryogenic SQUID magnetometer equipped with the 2G600 AF demagnetizer. An other pilot sample was demagnetized with thermal cleaning in a non-inductive PYROX furnace with a residual field less than 20 nT in the cooling chamber. The remanent magnetization was measured with a JR-5A spinner magnetometer after each step of demagnetization. This thermal demagnetization allows the determination of the unblocking temperatures spectrum. We choose, according to the behavior of the pilot samples, the best method to demagnetized the other samples from the same flow.

Results

The analysis of the demagnetization diagrams was straightforward for most of the samples. Results for each flow from the three sections are presented in Tab. 3.1. We observed in most of the flows a small overprint, certainly of viscous origin. This overprint is entirely removed at 150°C. For some flows, an isothermal remanent magnetization (IRM) overprint is clearly observed, and is entirely removed between 10 and 15 mT. Nevertheless, few flows were totally re-magnetized by IRM, probably due to lightnings and we were not able to determine any directional results. For higher AF peak values or temperature steps, we observed a perfect stability of the primary magnetization direction as shown by the straight-line decay to the origin on the vector endpoint diagrams (Fig. 3.4).

The stratigraphic relationships between the different sequences is not well established for Akaroa volcano. Nevertheless, the paleomagnetic directions obtained in the present study can perfectly be combined into a composite profile using geochemical markers, directional arguments and field observations. In order to gain in clarity, synthetic results for the three sections are summarized in Fig. 3.10. Our profile is in agreement with the ones obtained by Evans (1970) and Hoffman (1986), with a complex sequence N-T-R-T-N-T-R. We identified about ten lava flow recording a transitional field. The next step was to obtain paleointensity both from normal, reverse and transitional polarities.

3.2.4 Rock magnetism properties

Paleointensity determinations by the Thellier and Thellier (1959) method present often a high failure rate. This failure is mainly due to a high number of heatings that trigger thermo-chemical alteration of magnetic minerals and changes in their magnetic properties. It is also due to the presence of multi-domain grains displaying an unwanted

3.2.4 Rock magnetism properties

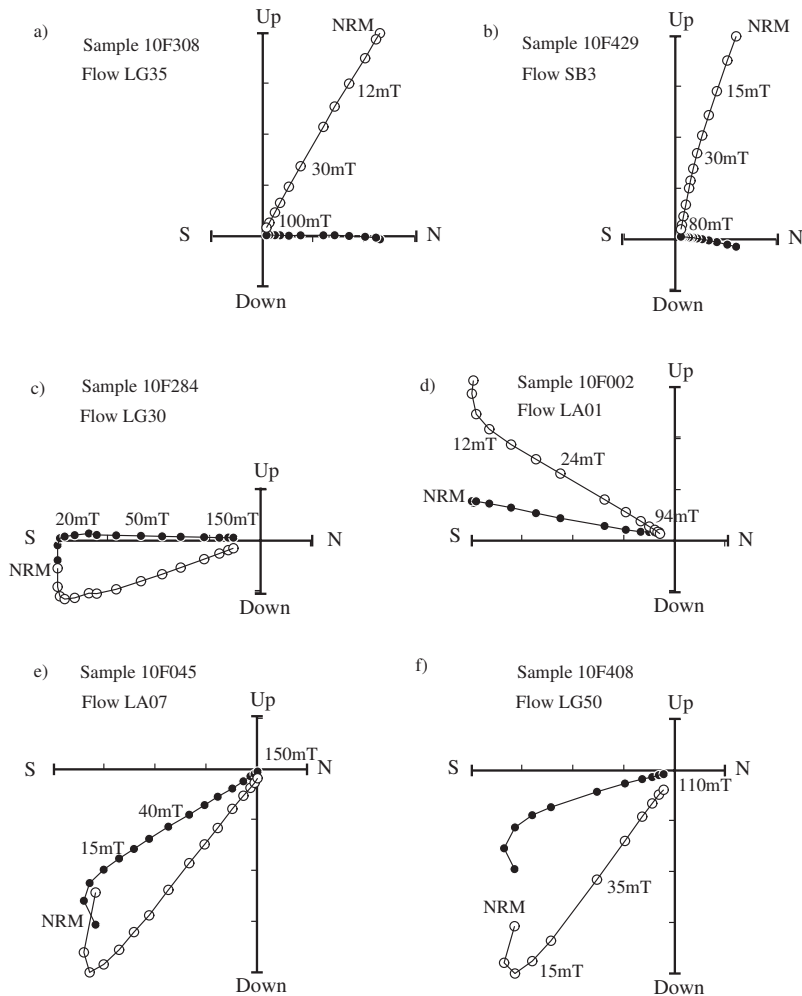


FIGURE 3.4 – Example of representative Zijderveld diagrams of progressive AF demagnetizations for normal (a,b), transitional (c,d), and reversed (e,f) directions. Projections are in geographical coordinates. Solid (open) symbols represent projections into horizontal (vertical) planes.

behaviour in Thellier experiments. Nevertheless, the multispecimen method (Dekkers and Böhnel, 2006; Fabian and Leonhardt, 2010; Muxworthy et al., 2011) enables to determine paleointensities on multidomain grains. Both methods require a good knowledge of the nature, the size and the thermal stability of the magnetic carriers present in the rocks in order to select the adapted samples for each method. That is why we carried out a comprehensive magnetic study on each sampled flow.

Optical ore microscopy

We performed microscopic observations in reflected light on polished thin section prepared from cylinder cores (Fig. 3.5). We used a Leitz orthoplan microscope which allows a maximum magnification under oil-immersion of 1250x. Fe-Ti oxides and textures were identified according to the Haggerty (1976)'s classification.

Comportement du champ magnétique lors du renversement d'Akaroa

TABLE 3.1 – Synthetic profile of directions obtained in the three sections sampled. The name of the flow, its position in the section and coordinates are given. ν is the viscosity index, n the number of samples used to determinate the direction and N the number of samples available for the flow. Inc and Dec are inclination and declination of the ChRM. α_{95} is the 95% confidence envelope for the average direction and K is the precision parameter of Fisher distribution. Plat, Plong are the latitude and longitude of the VGP position and Pol is its polarity (N=Normal and R=reverse).

Unity	Alt (m)	Site				Direction		Stat		VGP		
		Coordonnées		ν (%)	n/N	Inc	Dec	α_{95}	K	Plat	Plong	Pol.
LG51	640	43°50'59 S	172°58'12 E	2.02	11/12	51.0	173.5	4.3	113.6	-76.8	328.0	R
LG50	625	43°50'58 S	172°58'12 E	3.83	4/5	51.9	151.4	7.2	163.7	-65.0	280.2	R
LG49	622	43°50'57 S	172°58'13 E	6.16	6/7	48.3	156.6	6.6	104.1	-66.4	293.2	R
LG48	620	43°50'56 S	172°58'13 E	2.42	6/7	50.2	183.0	5.5	148.4	-76.9	4.4	R
LG47	615	43°50'55 S	172°58'12 E	4.87	5/6	55.5	171.9	5.3	212.1	-80.0	311.8	R
LG46	612	43°50'55 S	172°58'12 E	1.57	5/6	53.5	174.8	6.1	159.2	-79.4	328.9	R
LG45	610	43°50'55 S	172°58'12 E	4.85	3/4	58.6	174.8	10.9	128.6	-84.0	310.5	R
LG44	610	43°50'55 S	172°58'12 E	0.81	4/5	55.2	186.5	7.0	173.8	-80.5	26.7	R
LA11	605	43°40'16 S	173°00'38 E	1.82	6/6	32.5	140.6	5.0	181.4	-47.8	288.4	R
LA10	605	43°40'17 S	173°00'36 E	4.75	6/6	64.7	145.9	5.0	181.8	-66.0	244.0	R
LA9	605	43°40'18 S	173°00'35 E	8.59	7/7	32.5	178.2	6.9	78.3	-64.0	349.1	R
LA8	605	43°40'19 S	173°00'35 E	2.45	7/7	43.4	151.6	3.4	318.1	-60.5	292.2	R
LA7	605	43°40'20 S	173°00'33 E	1.79	7/7	41.5	152.6	4.2	210.3	-60.1	295.5	R
LA6	605	43°40'20 S	173°00'32 E	6.31	7/7	40.7	150.4	3.5	293.5	-58.3	293.4	R
LA5	605	43°40'21 S	173°00'30 E	26.2	7/7	34.5	147.7	5.3	129.5	-53.4	295.1	R
LA4	600	43°40'24 S	173°00'27 E	4.62	6/6	53.4	187.2	5.5	151.6	-78.8	025.3	R
LA3	600	43°40'28 S	173°00'23 E	3.44	7/7	62.3	207.4	3.0	412.1	-70.4	092.4	R
LA2	600	43°40'33 S	173°00'17 E	11.2	7/7	-53.0	026.2	5.8	108.5	67.3	245.4	T
LA1	600	43°40'36 S	173°00'13 E	15.3	7/7	-30.8	188.0	4.7	168.2	-29.3	001.8	T
LA0	600	43°40'25 S	172°59'20 E	5.65	4/4	-6.3	290.3	4.2	42.7	16.8	95.0	T
LG43	600	43°50'53 S	172°58'12 E	0.12	5/5	-56.4	23.1	2.9	717.2	71.2	249.4	N
LG42	600	43°50'52 S	172°58'12 E	9.94	6/7	-47.1	24.4	5.3	158.8	65.0	232.5	N
LG41	595	43°50'51 S	172°58'13 E	2.01	6/7	-49.3	19.0	3.7	326.0	69.7	227.1	N
LG40	592	43°50'48 S	172°58'14 E	7.05	7/7	-50.9	24.2	3.8	256.5	67.4	238.3	N
LG39	590	43°50'48 S	172°58'14 E	1.66	7/7	-51.8	23.3	2.8	450.9	68.5	238.7	N
LG38	587	43°50'47 S	172°58'15 E	5.15	7/8	-65.6	6.6	10.4	34.6	83.9	305.9	N
LG37	585	43°50'46 S	172°58'16 E	2.57	6/7	-77.1	328.4	6.2	154.4	62.3	21.0	N
LG36	583	43°50'45 S	172°58'17 E	3.25	7/7	-40.2	347.4	2.7	516.5	66.6	142.5	N
LG35	582	43°50'41 S	172°58'17 E	8.92	8/8	-55.1	5.3	3.9	201.1	81.2	202.2	N
LG34	580	43°50'38 S	172°58'18 E	11.6	4/4	-47.5	0.8	7.4	154.2	74.8	175.6	N
LG33	578	43°50'36 S	172°58'18 E	8.28	7/7	-54.0	6.7	5.5	119.8	79.4	204.3	N
LG32	575	43°50'30 S	172°58'17 E	0.10	2/3	-18.1	151.7	9.4	42.1	-31.0	319.9	T
LG31	570	43°50'29 S	172°58'16 E	11.4	6/7	19.6	181.9	9.7	48.5	-56.2	356.3	T
LG30	560	43°50'29 S	172°58'16 E	0.59	7/7	20.0	181.5	3.5	308.2	-56.4	355.6	T
LG29	540	43°50'26 S	172°58'15 E	6.88	4/7	55.6	176.1	4.0	539.0	-81.7	330.5	R
LG28	530	43°50'24 S	172°58'17 E	15.2	5/5	52.2	184.3	9.8	61.7	-78.5	11.3	R
LG27	525	43°50'24 S	172°58'13 E	1.68	6/8	43.2	179.5	11.0	52.7	-71.3	351.6	R
LG26	520	43°50'22 S	172°58'14 E	1.37	3/3	52.2	165.3	10.0	149.6	-74.1	301.9	R
LG25	517	43°50'20 S	172°58'20 E	6.55	6/7	54.6	162.9	8.5	63.4	-74.2	290.7	R
LG24	515	43°50'20 S	172°58'20 E	18.4	6/7	52.7	173.1	8.9	57.8	-78.2	323.7	R
LG23	512	43°50'19 S	172°58'21 E	5.02	7/7	65.7	148.8	5.5	121.8	-68.0	248.0	R
LG22	510	43°50'18 S	172°58'21 E	4.90	7/7	64.8	150.7	3.6	277.7	-69.3	244.7	R
LG20	507	43°50'16 S	172°58'21 E	4.85	12/12	57.8	172.6	3.3	172.6	-82.2	304.7	R
LG19	505	43°50'10 S	172°58'20 E	11.1	6/6	51.2	183.0	7.9	73.4	-77.8	005.1	R
LG18	502	43°50'07 S	172°58'17 E	8.30	6/6	62.8	190.8	3.9	302.4	-82.2	089.5	R
LG17	500	43°50'03 S	172°58'11 E	6.94	5/9	70.1	171.5	3.3	550.1	-78.3	198.4	R
LG15	490	43°49'58 S	172°58'08 E	5.00	3/4	66.1	218.2	12.9	91.8	-63.4	106.5	R
LG14	480	43°49'57 S	172°58'08 E	0.95	7/7	43.9	158.5	9.6	40.7	-64.8	302.0	R
LG12	465	43°49'52 S	172°58'08 E	3.53	7/7	64.2	188.7	8.0	59.0	-83.5	105.1	R
LG11	460	43°49'52 S	172°58'08 E	14.5	7/7	84.5	240.3	11.4	29.8	-48.4	158.6	R
LG10	440	43°49'50 S	172°58'06 E	17.5	6/7	67.4	156.3	12.7	39.8	-72.7	232.9	R
LG9	420	43°49'48 S	172°58'05 E	7.17	4/6	-35.2	94.3	7.3	50.9	10.3	280.0	T
LG8	375	43°49'41 S	172°57'54 E	1.66	4/7	-47.8	29.1	7.2	161.7	62.4	239.9	T
LG7	360	43°49'40 S	172°57'52 E	1.22	3/3	-74.8	342.4	9.6	166.1	69.5	17.3	T
LG6	350	43°49'38 S	172°57'46 E	1.21	4/8	-21.8	60.4	9.4	116.3	29.0	250.1	T
LG5	205	43°49'09 S	172°57'29 E	3.71	4/7	-52.4	009.1	8.8	109.1	77.1	209.3	N
SB7	310	43°49'17 S	172°59'39 E	33.6	3/3	-45.9	346.8	12.1	105.7	70.3	135.9	N
SB6	300	43°49'23 S	172°59'35 E	4.31	4/4	-36.5	338.5	6.0	236.4	60.5	129.0	N
SB5	295	43°49'22 S	172°59'31 E	22.3	5/6	-45.0	343.6	4.2	339.3	68.2	130.1	N
LG4	190	43°49'09 S	172°57'25 E	10.3	5/7	-57.3	354.2	6.4	141.8	82.6	131.4	N
LG3	170	43°49'07 S	172°57'26 E	9.00	7/7	-49.0	013.0	6.2	96.2	72.7	213.9	N
LG2	165	43°49'06 S	172°57'28 E	1.79	5/5	-47.8	001.6	5.1	222.3	75.0	178.4	N
SB3	160	43°48'88 S	172°59'05 E	22.5	3/3	-81.0	16.8	8.3	219.6	60.3	342.0	N
SB2	130	43°48'74 S	172°58'94 E	9.48	3/4	-64.7	15.1	3.3	1400.4	79.0	283.0	N
SB1	120	43°48'71 S	172°58'88 E	12.3	3/3	-63.9	8.3	9.1	182.9	83.8	282.6	N

Thermomagnetic experiments

Low-field susceptibility versus temperature experiments (k-T curves) allow to determine the Curie temperature and the stability of the magnetic carriers upon heatings. First, bulk rock was crushed in an agate mortar and sieved to collect the 0.4-0.8 mm

3.2.4 Rock magnetism properties

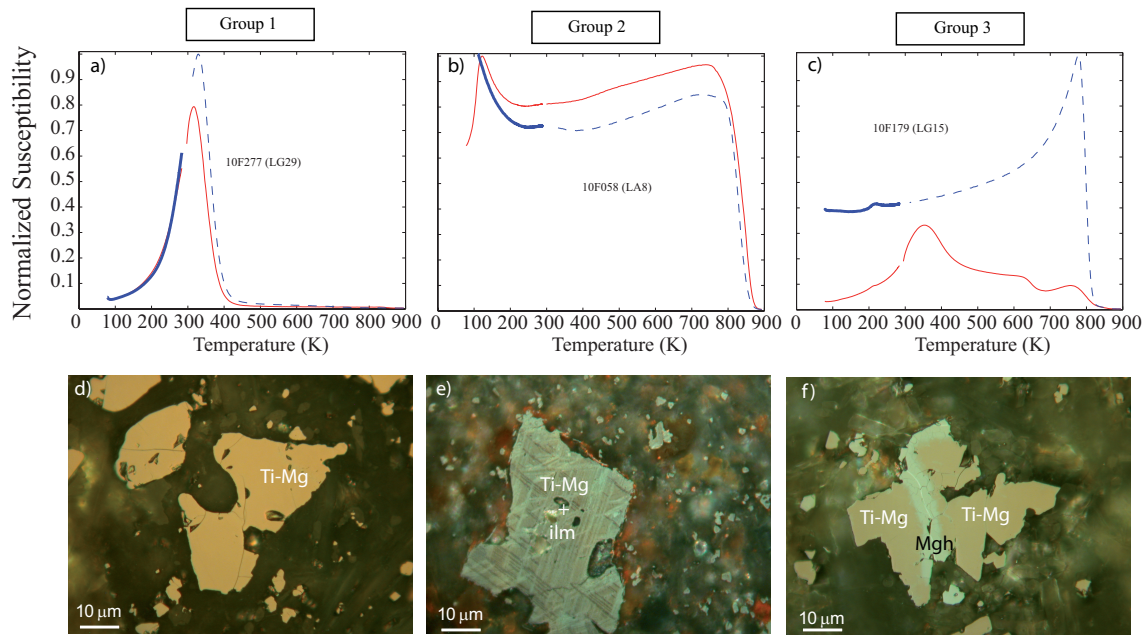


FIGURE 3.5 – Thermomagnetic curves and respected ore microscopic observations carried out under oil immersion in reflected light. *KT* curves at low- and high-temperature in Kelvin for samples 10F277, 10F058 and 10F179. The first heating from liquid nitrogen temperature (78 K) is the thick black curve and the second heating is the fine grey curve. The dashed line is the cooling part of the experiment. d) Homogeneous titano-magnetites (Ti-Mg), e) Exsolved Ti-Mg and ilmenite lamellae (ilm) f) Titano-maghemite (Ti-Mgh) in fractures and Ti-Mg.

size fraction. Then we acquired *k-T* curves at low-temperature by means of a cryostat apparatus (CS-L) and at high-temperature under Argon using a furnace (CS-3) coupled to the KLY-3 Kappabridge instrument (Agico, Czech Republic). At least one sample per flow was first heated from the liquid nitrogen temperature (78 K) to 900 K and cooled down to room temperature. Finally we repeated the low temperature measurements from 78 K up to room temperature to see if any change in susceptibility occurred. The data were corrected for the empty holder and normalized to the maximum susceptibility (Fig. 3.5).

First Order Reversal Curves (FORCs)

FORC diagrams (Pike et al., 1999; Roberts et al., 2000) were measured in order to characterize the size of the magnetic carriers. The measurements were carried out at the Laboratoire des Sciences du Climat et de l'Environnement (Gif-sur-Yvette, France) using an Alternating Gradient Magnetometer (AGM) and one sample was measured at the Institut de Minéralogie et de Physique des Milieux Condensés using a Vibrating Sample Magnetometer (VSM). We used an averaging time of 100 ms on the AGM and 20 ms on the VSM and we measured 100 minor loops for each FORC diagram. The smoothing factor (Roberts et al., 2000) was set to 3 for all the FORC diagrams (Fig. 3.6).

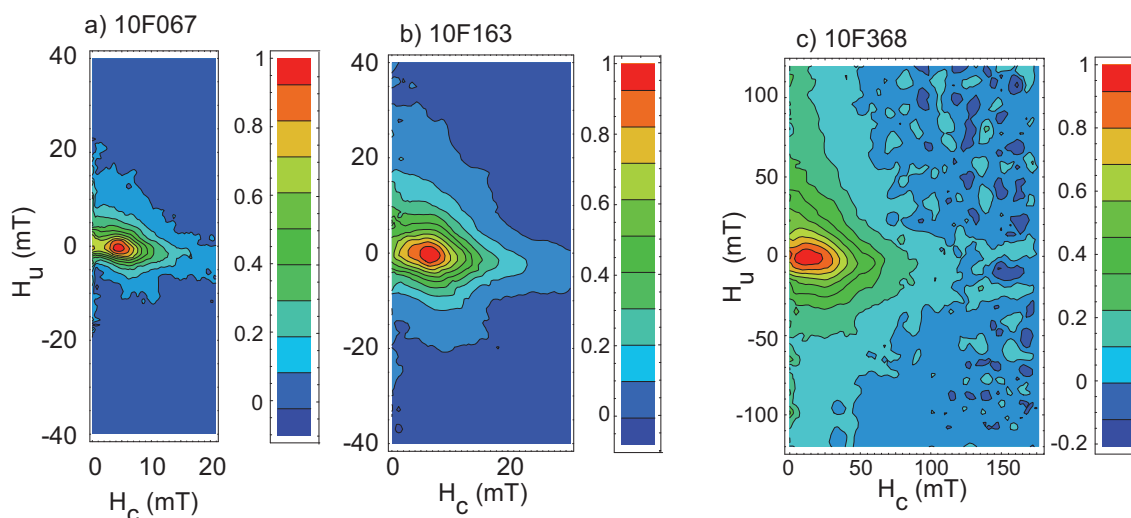


FIGURE 3.6 – FORC diagrams for the three sample. (a) and (b) Samples of MS-type, magnetic grains are a prevalent mixture of MD with a small SD-PSD contribution. (c) T-Type sample in a weak-interacting SD state. The smoothing factor is 3 in each diagram.

Results

We distinguished three kinds of samples according to their magnetic properties.

MS-Type MS-type samples present a single magnetic phase with a low mean Curie temperature in the range 300-400 K (Fig. 3.5, a). The sharp decrease of the magnetic susceptibility at the Curie temperature indicates that the Fe-Ti oxides have a homogeneous chemical composition at the sample scale. Optical microscopy observations (Fig. 3.5, d) show the presence of large titanomagnetite grains (100-150 μm) that are optically homogeneous up to very large magnifications (stage C1, Haggerty (1976)). Representative FORC diagrams show a coercivity spectrum that does not extend over 40 mT, and a multidomain component is visible through the outermost contours which are almost parallel to the H_u axis (Fig. 3.6, a and b). The full-width at half maximum (FWHM) for these 2 samples is lower than 16 mT, which indicates small to moderate interactions. Such a magnetic mineralogy seems to be suitable for multispecimen paleointensity experiments. We selected 80 samples from 10 lava flows for paleointensity experiments (25 % of our samples).

T-Type T-Type samples show high mean Curie temperatures between about 830 and 850 K, a feature that indicates a pure or nearly pure magnetite composition (Fig. 3.5, b). All samples of this type present a peak in susceptibility at low-temperature around 120 K. According to the experimental work of Senanayake and McElhinny (1982), the low-temperature peak observed in k-T curves is an evidence for a predominance of multidomain (MD) pure or nearly pure magnetite. Such k-T curves are commonly associated

3.2.5 Paleointensities

to the presence of Ti-poor titanomagnetite subdivided by oxy-exsolved lamellae of ilmenite (Kontny et al., 2003; Camps et al., 2011). Thin section analyses of T-type samples have confirmed the presence of such simple two-phase assemblage corresponding to oxidation stage C3 of Haggerty (1976) (Fig. 3.5, e). FORCs diagrams present spread contours in both H_c and H_u directions : the coercivity spectrum extends above 120 mT (the coercivity of the maximum distribution is 18 mT) and the FWHM is 35 mT, which is much higher than for the other samples. Moreover, half the contours do not close up but diverge away from the H_c axis (Fig. 3.6, c). The behaviour indicates that the magnetization carriers are PSD rather than SD. From these observations, we believe that T-type samples correlate to a mixture of a prevailing fraction of SD/PSD grains and a small fraction of MD grains. Such a magnetic mineralogy seems to be suitable for Thellier-Thellier paleointensity experiments. We selected 57 samples for these experiments (15% of our samples).

IR Type In most of the cases, samples clearly present a non reversible behavior for their KT curve (Fig. 3.5, c). Oxidation during the laboratory heatings is unlikely since they were performed under Ar atmosphere. Thus we think that a cation-deficiency which is probably the cause of irreversibility assuming that heating to 600 °C allows few Ti atoms to diffuse into the titano-magnetite lattice, producing a slightly more Ti-rich spinel phase in the cooling curve. Thin section observations show the presence of maghemite (Fig. 3.5, f). This testifies weathering or low-temperature oxidation of titanomagnetites. Hence, a part of the NRM of these samples is undoubtedly of chemical origin. As a consequence, these samples are ill-suited for absolute paleointensity methods and no further investigations have been performed on them. Unfortunately 60% of our samples yield this kind of magnetic mineralogy.

3.2.5 Paleointensities

According to the mineralogy of our samples, we applied the Thellier-Thellier's method or the multispecimen protocol.

Thellier Thellier

Protocol Paleointensity measurements were carried out in the laboratory of Geosciences Montpellier, using the Thellier and Thellier (1959) method in its original form with regular partial thermoremanent magnetization checks (pTRM checks). Samples were heated and cooled twice for each temperature step T_i . At each temperature level T_i , the samples were heated in zero-field and cooled in an induced field of 50 μ T, oriented along the z -axis of the core during the first cooling and in the opposite direction during the second one. Eleven temperature steps were performed from room temperature to

maximum 550°C with decreasing increments as the temperature increases (60-50-30-20 °C). Every two temperature steps a pTRM check was performed to detect any alteration in the pTRM acquisition capacity. All heating-cooling cycles were performed under a vacuum better than 10^{-2} Pa in order to limit possible oxidation during experiment. Each heating-cooling cycle required six to eight hours. Temperature reproducibility between heatings at the same step is within 1 °C. This control is ensured by means of three thermocouples placed at different positions within the heating chamber. The intensity of laboratory field is held with a precision better than $0.1 \mu\text{T}$. After each heating/cooling cycle, the remanent magnetization was measured by means of a JR-5A spinner magnetometer. Paleointensity data were interpreted by means of the Thellier Tool software provided by Leonhardt et al. (2004). The statistical parameters used (c.f. Table 3.2) are those proposed by Coe et al. (1978) and modified by Prévot et al. (1985).

Results We adopted a standard set of criteria derived from those of Selkin and Tauxe (2000) to select reliable results. First, paleointensity measurements were represented and analyzed by means of Arai diagrams in which the remaining NRM is plotted against the partial TRM acquired after each temperature step of the experiment. We did not use the initial part of these diagrams since it is affected by a secondary magnetization, certainly of viscous origin. The slope of the least-squares-fit line computed from the linear part of these plots gives an estimate of the paleointensity. A value is rejected when the number of selected points is less than four ($n < 4$) or do not span 30 % of the total NRM ($f < 0.3$).

pTRM checks were performed to assess the reliability of a paleointensity estimate. We quantified the difference between two pTRM acquisitions at the same temperature by means of the Difference Ratio (DRAT) parameter. DRAT is expressed in percent and corresponds to the difference measured between repeated pTRM acquisition. The threshold is usually arbitrarily fixed at 10%.

Finally, we checked on the Zijdeveld plots computed from the paleointensity experiments that the NRM fraction used to calculate the paleointensity corresponds effectively to the characteristic remanent magnetization (ChRM) of the sample. The low-temperature part of the NRM may contain natural secondary magnetizations, and chemical remanent magnetization acquired during the experimental heatings may superpose to the NRM if changes occurred in the magnetic minerals. This check is achieved qualitatively by a visual inspection of the vector endpoint diagrams. The points in the selected interval should trend toward the origin.

We applied these criteria and we obtained only 17 reliable values of paleointensity from the 57 samples (9 sites) pre-selected (Tab. 3.2). Representative Arai plots are illustrated in Fig. 3.7. For each lava flow individual paleointensity estimates are coherent as attested by the small standard errors, all being less than 10% of the average, that

3.2.5 Paleointensities

TABLE 3.2 – *Thellier-Thellier paleointensity results. F is the paleointensity and Σ the standard error. N is the number of points in the interval of temperature T_{min} - T_{max} used to determine the paleointensity. f is the NRM fraction used to determine the peointensity, g the gap factor, q the quality factor and w the weighting factor. DRAT corresponds to the difference ratio between repeat pTRM steps normalized F_m is the mean weighted paleointensity for each site calculated using $1/\sigma^2$ as the weighting parameters. Uncertainties around the estimate of the means are quoted with standard errors*

Sample	F	σ	Tmin	Tmax	n	f	g	q	w	Drat	$F_m \pm \sigma$ (μ T)
LG44											84.6 ± 14.4
10F374C	69.7	1.97	150	510	9	0.38	0.85	11.6	4.4	1.9	
10F374B	72.5	2.27	225	510	8	0.37	0.84	9.9	4.1	4.8	
10F373B	96.0	2.85	150	510	9	0.40	0.86	11.7	4.4	2.3	
10F372B	104.4	4.94	150	510	9	0.48	0.86	8.7	3.3	3.0	
LG43											71.4 ± 3.7
10F369C	73.7	3.40	150	510	9	0.57	0.86	10.6	4.0	1.3	
10F368D	74.1	4.28	150	510	9	0.59	0.85	8.7	3.3	1.6	
10F367C	65.2	2.94	150	510	9	0.67	0.85	12.6	4.8	4.2	
10F367B	70.4	2.93	150	510	9	0.65	0.85	13.3	5.0	3.4	
10F366B	76.1	4.67	150	510	9	0.60	0.85	8.4	3.2	3.5	
10F365B	72.7	5.48	150	480	8	0.38	0.82	4.2	1.7	4.3	
LA8											15.3 ± 1.9
10F056C	14.3	1.83	150	510	9	0.44	0.82	2.9	1.1	9.9	
10F054B	18.2	0.68	150	510	9	0.46	0.85	10.6	4.0	4.7	
10F053C	13.8	0.37	150	550	11	0.61	0.84	19.1	6.4	9.0	
10F052B	15.2	1.25	150	510	9	0.48	0.83	4.8	1.8	6.2	
LA7											35.4 ± 7.4
10F051C	33.4	1.36	150	510	9	0.50	0.84	10.2	3.9	4.4	
10F050B	45.7	2.37	150	480	8	0.49	0.85	8.0	3.3	7.9	
10F048B	27.5	1.41	150	510	9	0.52	0.86	8.7	3.3	5.1	

comforts the reliability of our results. However, the quality factors are very scattered (2.2 to 19). Hence, we calculated a weighted average and a standard error average for each phase, using the weighting by the standard error as recommended by Coe et al. (1978) (eq. (4) and (5)). The irreversibility of the magnetic properties is generally observed after heating at 500 °C.

Multispecimen

Protocol The multispecimen parallel differential pTRM method has been first developed by Dekkers and Böhnell (2006) (denoted here as MSP-DB). This method has a large potential to improve absolute paleointensity determination because it can be applied on samples yielding a multidomain behavior. The basic idea of the method relies on the the first-order symmetry properties of pTRM in MD grains (Biggin and Poidras, 2006). An artificial pTRM is overprinted on the direction of the initial TRM during a single heating at a temperature T_h . It is assumed that the final remanence is smaller than the initial TRM if $H < H_0$ and larger when $H > H_0$. However Michalk et al. (2008, 2010) showed experimentally that this method clearly overestimates the paleointensity. Fabian and Leonhardt (2010) developed a new protocol denoted as multispecimen domain correction state (MSP-DSC). The varying NRM fraction f replaced by the pTRM*(T_h) leads to considerable scatter in the MSP-DB method. To avoid this biasing effect, the actually

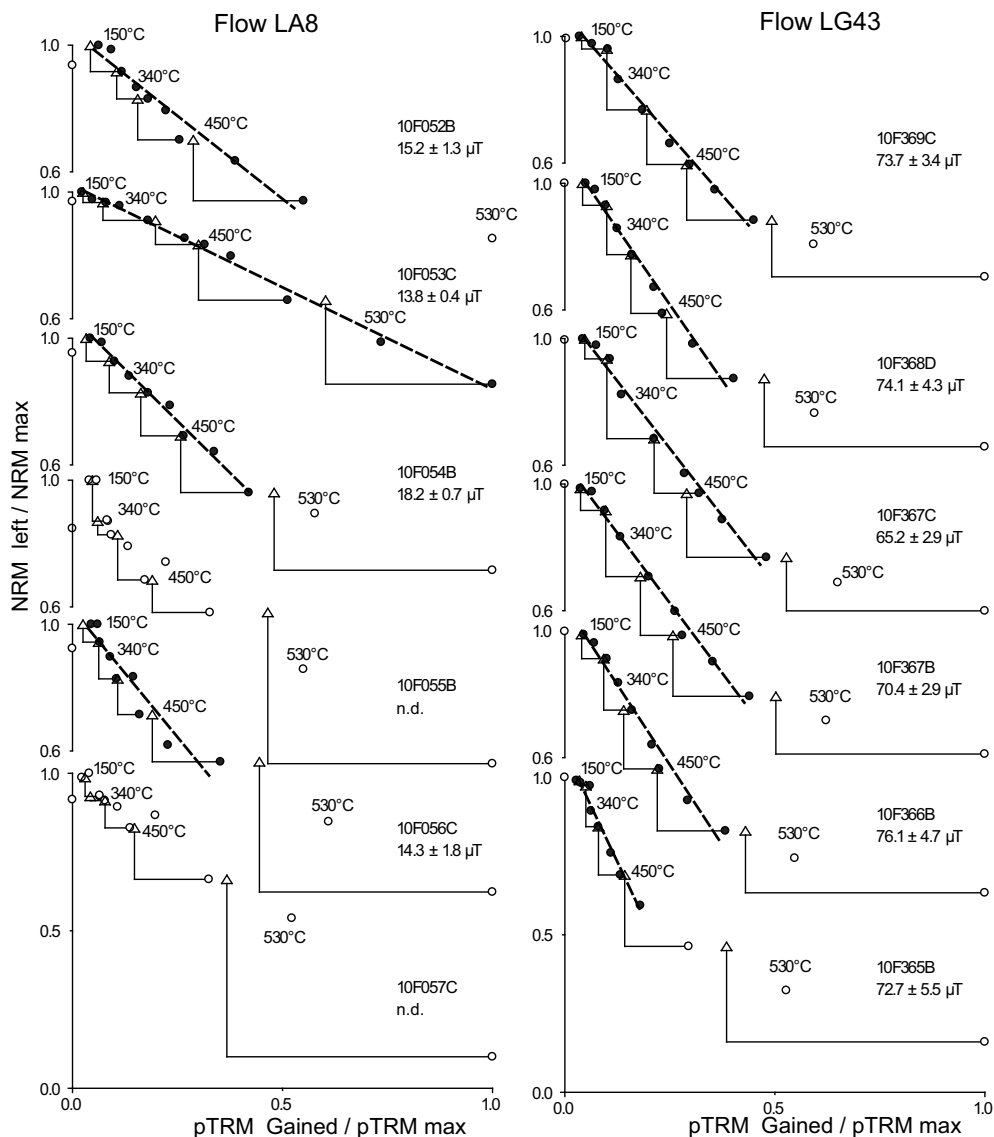


FIGURE 3.7 – Composite Arai diagrams for samples (a) from flow LA8, left column, and (b) from flow LG 43, right column. Solid (open) circles are NRM-TRM points accepted (rejected) to calculate the least squares line used to estimate the paleointensity. Triangles denote the pTRM checks. NRM and TRM are normalized by the NRM max and TRM max, respectively.

overprinted pTRM*(T_h) is normalized by f . Moreover, a correction of the domain state is also proposed in this protocol. We used this new approach to increase the number of paleointensities on MS-type samples. First we determined a temperature T_v according to the temperature spectrum and Zijderveld diagrams to remove the viscous overprint or any secondary component. For few samples yielding a small IRM an AF pre-treatment was performed until maximum 10 mT in order to work on a pure TRM. Then the heating temperature T_h was chosen freely, sufficiently high to work on a sufficient fraction of the TRM (at least 30 %) but sufficiently low to avoid chemical alteration. Finally we performed five measurements on each specimen according to the Fabian and Leonhardt

3.2.5 Paleointensities

(2010)'s protocol :

1. The original TRM m_0 (after thermal cleaning to T_v)
2. Remanence m_1 after an in-field heating-cooling cycle to T_h , where the applied laboratory field H_{lab} is aligned parallel to m_0 .
3. Remanence m_2 after an in-field heating-cooling cycle to T_h , where the applied laboratory field H_{lab} is aligned anti-parallel to m_0 .
4. Remanence m_2 after a zero-field heating to T_h , and cooling in the applied laboratory field H_{lab} , aligned parallel to m_0 .
5. Remanence m_4 , after repeating the step 2.

After each heating-cooling cycle, each specimen was heated until T_v in a zero-field furnace.

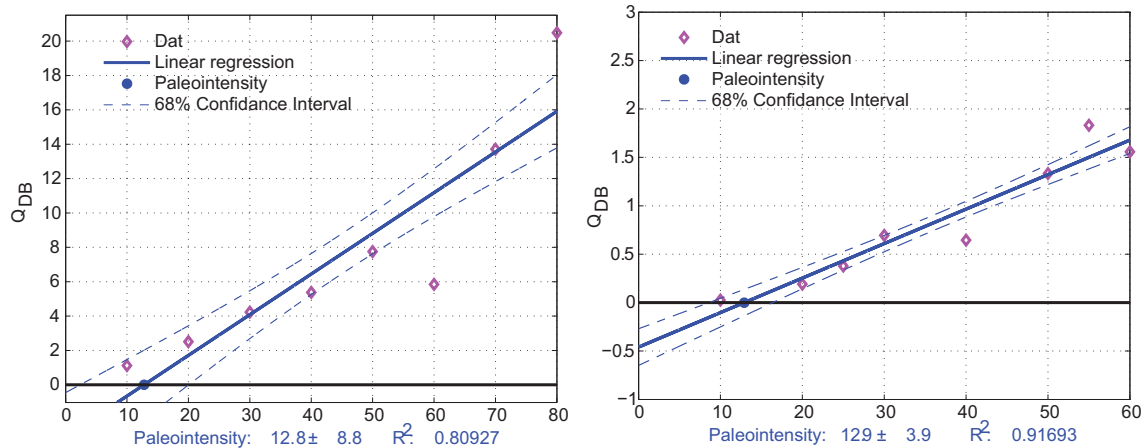


FIGURE 3.8 – Application of the Dekkers and Böhnel (2006)'s protocol on samples from lava flow LA3. Q_{fc} is plotted against the applied field.

Results For each flow we calculated Q_{db} , Q_{fc} and Q_{dsc} (Fabian and Leonhardt, 2010). Unfortunately no Q_{dsc} were estimated. Indeed, we encountered the same problem as Muxworthy et al. (2011), for all of our flow we found $\alpha = 0$. Moreover, for few flows no paleointensities were estimated using Q_{fc} . Thus, we only present the Q_{db} results. For each flow we plotted Q_{db} against the applied field (Fig. 3.8). All paleointensity estimates are gathered in Tab. 3.3. We applied the approach of other earlier studies (Dekkers and Böhnel, 2006; Michalk et al., 2008, 2010; Muxworthy et al., 2011) to determine the error by calculating the confidence intervals at 68 per cent to the linear fits.

All paleointensity estimates present a low value, between 6.4 and 18.7 μT , but all linear regressions show a relatively good correlation coefficient greater than 0.84, excepted the flow LG45.

TABLE 3.3 – *Paleointensity estimates from Dekkers and Böhnel (2006)'s method.*

Location	PI estimate (μT)	σ (μT)	Corrélation coefficient R
LG48	12.5	4.4	0.832
LG45	18.7	6.9	0.634
LA3	12.4	3.8	0.847
LA2	10.1	3.2	0.982
LA1	12.8	8.1	0.809
LG42	6.4	4.9	0.882
LG40	16.7	4.5	0.953

3.2.6 Discussion

Our directional results suggest the record of two successive reversals N-T-R-T-N-T-R in agreement with the former studies carried out by Evans (1970) and Hoffman (1986). The transitional VGPs obtained in this study seem to show two longitudinal preferences, through Americas and Australia according to Hoffman (1986) (Fig. 3.9). This observation supports a possible configurational persistence consistent with long-lived mantle control over the pattern of dynamo flux. Our results and those of Hoffman et al. (2008) on Australian lava flows suggest that the characteristic time for invariant control by the mantle over flux emerging from the outer core is at least on order of a few tens of million years. The availability of transitional paleomagnetic data from still older times may help to delineate this duration and, to understand changes in the pattern of long-standing concentrations of magnetic flux at the core-mantle boundary and the role played by the mantle on the dynamo process (Olson et al., 2010).

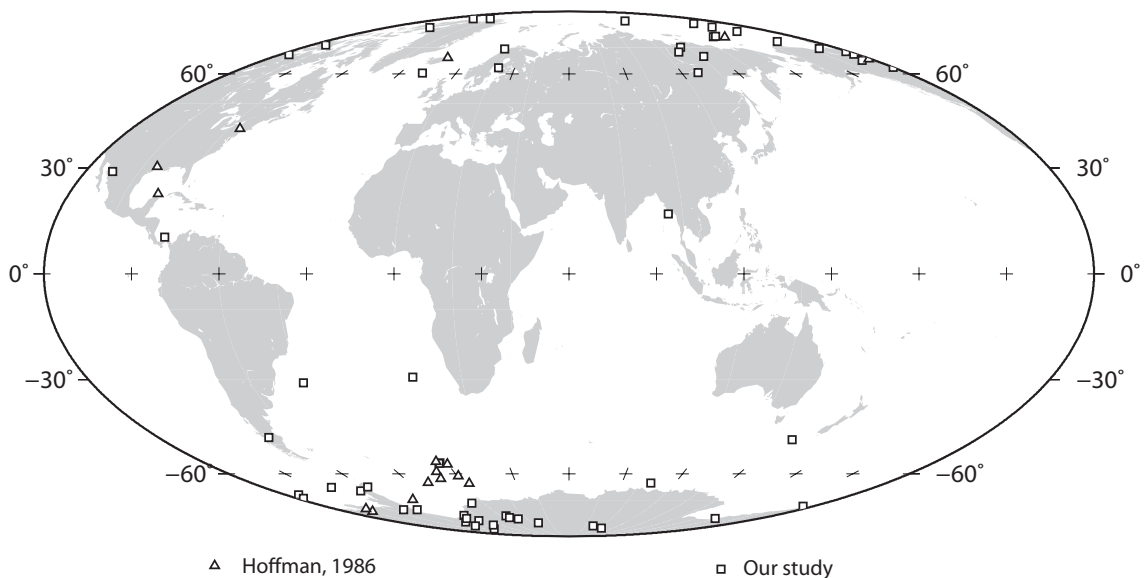


FIGURE 3.9 – *Location of the VGP for each sampled flow for our study (squares) and for the Hoffman (1986)'s study (triangles).*

We obtained in addition very few but reliable paleointensities for transitional, reverse and normal polarities. Most of the estimated paleointensities have an extremely low value

3.2.6 Discussion

(about $15 \mu\text{T}$) and are located at the top of the section, during a short polarity change. Moreover, the Ar/Ar ages determined by Timm et al. (2009) show that Akaroa volcano was active from 9.4 Myrs to 8.8 Myrs. The Ar/Ar age determined on the top of our section is 9.37 ± 0.42 Myrs, that corresponds to the earlier phase of the activity. We can conclude that the whole sequence was erupted in a very short time and that all lava flows are more or less contemporaneous. The correlation of the section polarity with the geomagnetic time scale (Ogg and Smith, 2004) and the estimated age of the section allows to conclude that the sequence recorded the C4Ar1.n-C4Ar1.r reversal (Fig. 3.10). According to all these observations, we suggest that the brief polarity change at the top of the section corresponds to a geomagnetic rebound occurring during the transitional phase of the reversal before stabilizing.

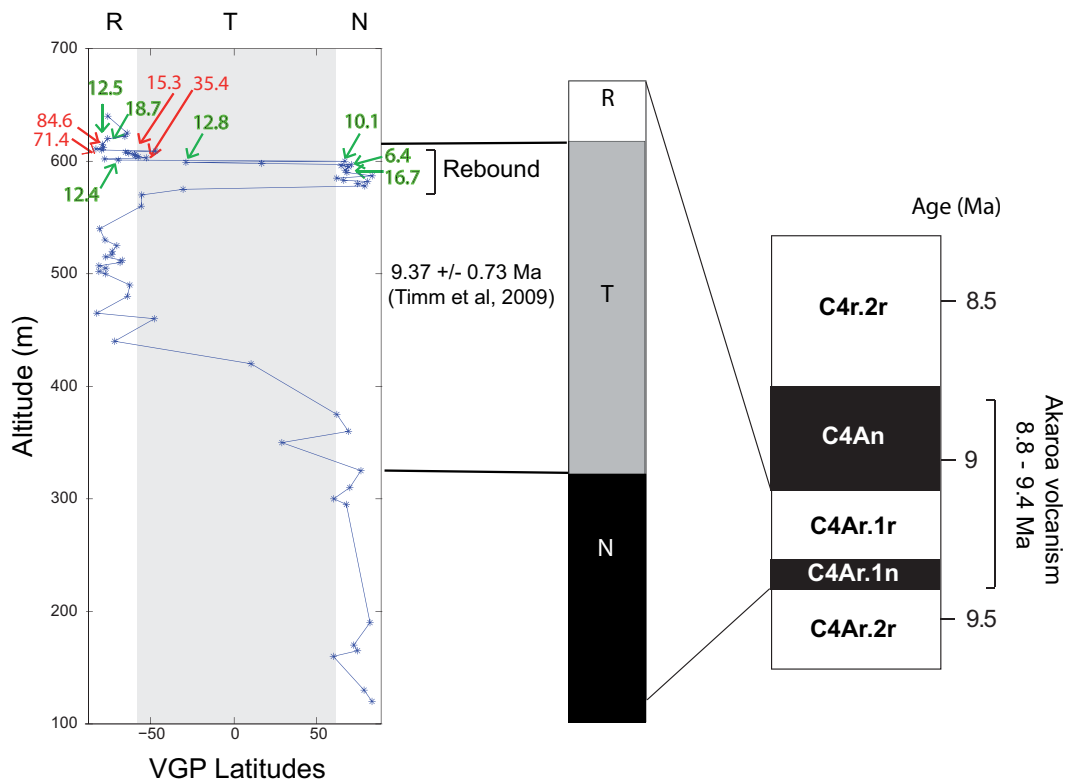


FIGURE 3.10 – Synthetic profile of the three sections sampled with VGP latitudes calculated for each flow. Shading denotes latitudes $< \pm 60^\circ$, which corresponds to transitional flows. Correlation of the section polarity with geomagnetic time scale (Ogg and Smith, 2004) is done with the help of the age determined for the section by Timm et al. (2009).

The rock magnetic study has shown that most of the samples from this sequence yield a predominant population of multidomain grains or present a maghemitization. Both mineralogies are not suitable to determine absolute paleointensity, including with the Shaw method. However, no information on the samples mineralogy are available from the Sherwood and Shaw (1986)'s study and we have no geological indications to replace Sherwood and Shaw (1986)'s paleointensities in the sequence to compare them with

our values. Thus it is difficult to have a clear conclusion on this point. However these paleointensities are not totally in disagreement with our results. Our paleointensities estimated during the geomagnetic rebound have more or less the same intensity with low values between 6 and 20 μT whatever is the polarity, that does not contradict the Sherwood and Shaw (1986)'s results.

3.2.7 Conclusion

Our comprehensive paleomagnetic studies of the volcanic sequence from the Akaroa sequence in Banks peninsula, New Zealand, leads to the following conclusions :

1. Stratigraphic correlations between the three overlapping profiles studied in the present survey are established by means of the direction of the remanent magnetization, rock magnetism properties, mineralogy and field observations.
2. The directional results show a complete sequence of N-T-R-N-T-R polarity and are in agreement with the previous work of Evans (1970); Hoffman (1986).
3. We estimated paleointensities using the multispecimen protocol and the Thellier-Thellier method according to rock magnetic properties of the samples. These paleointensities are extremely low at the top of the sequence (around 15 μT) during the second reversal and very high at the end of the sequence.
4. We assume that this second polarity change at the top of the section could be a geomagnetic rebound. First, this interpretation relies on the low paleointensity value during this event. Second, the geochronological ages suggest that the entire sequence was erupted in a very short time, during the early phase of Akaroa volcanic activity at about 9.37 Ma. Thus, we conclude that this sequence corresponds to the record of a single complex reversal corresponding to the C4Ar1.n-C4Ar1.r reversal according to the geomagnetic time scale.

Chapitre 4

Multispecimen : un nouveau protocole pour déterminer les paléointensités ?

4.1 Introduction à la méthode du multispecimen

4.1.1 Principe de la méthode multispecimen

L'étude précédente montre la difficulté d'obtenir des paléointensités par les méthodes de type Thellier. Cette difficulté porte notamment sur le fait que ces méthodes ne peuvent être appliquées que pour certaines minéralogies, ce qui est très contraignant. Une nouvelle méthode, dite méthode multispecimen, ouvre de nouvelles perspectives puisqu'elle permettrait d'obtenir des paléointensités sur des échantillons présentant un comportement polydomaine. Cette méthode très prometteuse m'a particulièrement intéressé à la vue de la minéralogie des échantillons provenant de Nouvelles Zélande. La méthode-multispécimens (MSP-DB), proposée en premier lieu par Dekkers and Böhnelt (2006), s'appuie sur le fait que l'acquisition de l'ATR est proportionnelle au champ magnétique, propriété qui est indépendante du nombre de domaines des grains magnétiques. Biggin and Poidras (2006) ont montré expérimentalement, qu'au premier ordre, une ATR acquise dans un champ magnétique H , puis chauffée à une température $T < T_C$ et refroidit dans le même champ H , doit rester inchangée quelque soit l'état de domaine des minéraux magnétiques.

Expérimentalement, les échantillons d'un même site sont chauffés à une même température $T < T_C$, et chacun est soumis à un champ magnétique d'intensité croissante. Les champs doivent être appliqués parallèlement à l'ARN. Tout comme pour la méthode Thellier-Thellier, cette ARN doit être une ATR. Si l'ATR_p est acquise dans un champ magnétique plus faible que celui à l'origine de l'ARN, l'échantillon portera une aimantation finale plus faible que l'ARN. Inversement, si le champ appliqué est plus fort, alors l'aimantation finale sera plus importante que l'ARN. Ainsi la paléointensité correspond

à l'intensité du champ pour laquelle la différence entre l'ATR_p et l'ARN est nulle (Fig. 4.1.1).

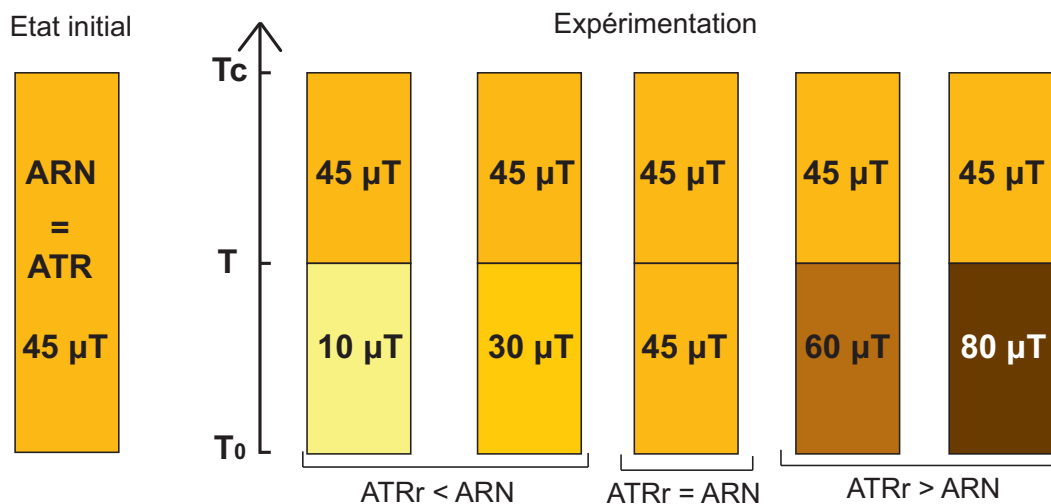


FIGURE 4.1 – Principe de la méthode multispecimen. L'aimantation initiale est une ATR acquise pour un champ de $45 \mu T$. Les échantillons sont chauffés de la température ambiante T_0 à une température $T < T_C$. Une ATR_p est acquise à différent champ ($10, 30, 45, 60$ et $80 \mu T$). La paléointensité est estimée lorsque l'ARN_r, l'aimantation finale de l'échantillon, est égale à l'ARN après l'expérience, c'est à dire lorsque l'ATR_r=ARN.

Chaque chauffe se fait avec un échantillon différent, garantissant ainsi la même histoire "magnétique" pour chaque échantillon et limitant l'altération thermique. Puisque chaque spécimen d'une coulée possède une quantité de minéraux ferromagnétiques pouvant être sensiblement différente de l'un à l'autre, toutes les mesures sont normalisées par l'ARN m_0 de l'échantillon correspondant. Pour déterminer une paléointensité, on trace le paramètre Q_{DB} en fonction du champ magnétique appliqué. Q_{DB} est défini par l'expression :

$$Q_{DB} = \frac{m_1 - m_0}{m_0}, \quad (4.1)$$

où m_1 est la mesure de l'aimantation de l'échantillon suite à l'acquisition de l'ATR_p. La valeur de la paléointensité est estimée par régression linéaire, lorsque la droite coupe l'axe des abscisses. L'incertitude est estimée par l'intervalle de confiance à 68% calculée pour la régression linéaire (Fig 4.2).

Cette méthode a été testée sur plusieurs coulées de lave historiques. Michalk et al. (2008, 2010) ont noté que ce protocole tend à surestimer les paléointensités pour des laves présentant une fraction de grains polydomaines importante, montrant ainsi que cette méthode n'était pas totalement indépendante de l'état de domaine. Par la suite, Fabian and Leonhardt (2010) ont montré que la dispersion du pourcentage de fraction désaimantée f (proportion d'ARN remplacée par l'ATR_p) au sein d'un jeu d'échantillons entraîne une dispersion des points sur le diagramme.

4.1.2 La méthode MSP-DSC

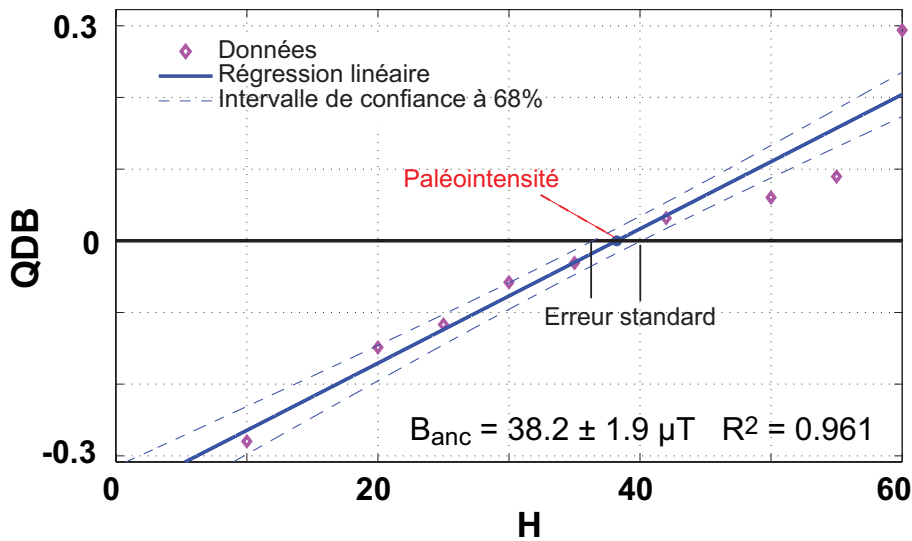


FIGURE 4.2 – Exemple de la détermination d’une paléointensité par la méthode multispecimen obtenue sur coulée de lave actuelle de la Réunion.

4.1.2 La méthode MSP-DSC

Afin d’éviter ces deux biais, Fabian and Leonhardt (2010) ont mis au point un nouveau protocole (Multispecimen Domain State Correction, MSP-DSC), incorporant à la fois une correction pour la fraction f et une correction relative à l’état de domaine. Ce protocole comprend également une évaluation détaillée sur la détermination de l’erreur. Les résultats expérimentaux sur des échantillons synthétiques ont montré que ce nouveau protocole améliore la méthode. Les points importants sont :

- Trouver la température optimale afin de minimiser l’altération.
- Éliminer la composante secondaire (Fig. 4.3).
- Normaliser la rémanence par la fraction désaimantée.
- Estimer la stabilité thermique lors des cycles chauffe-refroidissement.
- Corriger les surestimations dues aux polydomaines.
- Estimer l’erreur.

Après avoir déterminé au mieux la température de chauffe et avoir éliminé les composantes secondaires, le protocole à appliquer est le suivant (Fig. 4.4) :

- Mesure de m_0 , l’ARN nettoyée d’une composante secondaire éventuelle (Fig. 4.3).
- Mesure de la rémanence m_1 suite à un cycle chauffe T_1 et refroidissement en champ H_1 , où le champ est parallèle à m_0 .
- Mesure de m_2 , idem que m_1 avec H_1 antiparallèle à m_0 .
- Mesure de m_3 avec chauffe en champ nul jusqu’à T_1 , puis refroidissement en champ H_1 parallèle m_0 .
- Mesure de m_4 après la même procédure que pour m_1 .

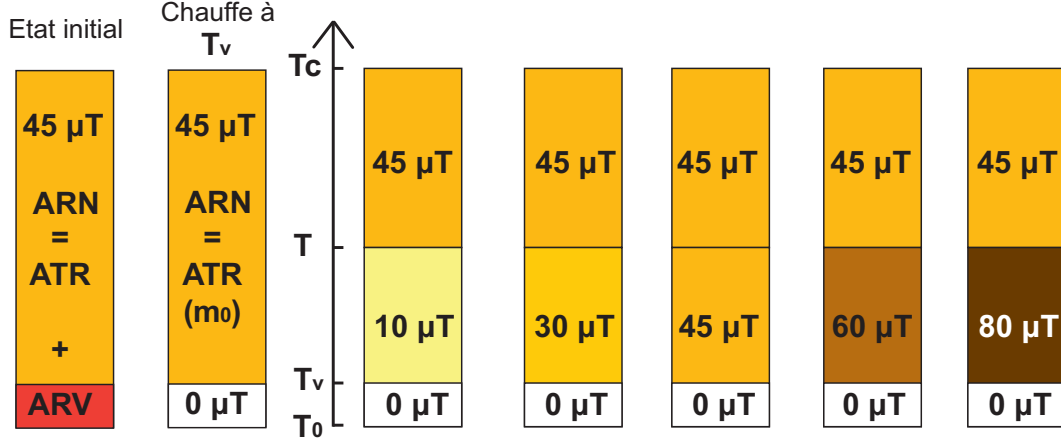


FIGURE 4.3 – Principe de la méthode multispecimen, incluant la chauffe à T_v permettant d'éliminer la composante secondaire (visqueuse par exemple) et de ne travailler que sur une ATR.

La comparaison entre m_1 et m_2 permet de corriger le biais engendré par la fraction f , et la différence entre m_1 et m_3 permet d'apporter une correction sur l'état de domaine (Fig. 4.4). Ainsi, il est possible de calculer un paramètre Q_{FC} corrigé de la fraction f :

$$Q_{FC} = 2 \frac{m_1 - m_0}{2m_0 - m_1 - m_2}, \quad (4.2)$$

et un paramètre Q_{DSC} corrigé à la fois de la fraction et de l'état de domaine :

$$Q_{DSC} = 2 \frac{(1 + \alpha)m_1 - m_0 + \alpha m_3}{2m_0 - m_1 - m_2}. \quad (4.3)$$

Le paramètre α quantifie l'importance des polydomaine ($\alpha=0$ purement monodomaine et $\alpha=1$ purement polydomaine). Il est estimé en optimisant la régression linéaire (Fabian and Leonhardt, 2010).

Le paramètre ϵ_{alt} permet d'estimer une erreur relative due à l'altération au cours des chauffes :

$$\epsilon_{alt} = (m_1 - m_4)/m_1. \quad (4.4)$$

Pour chaque point de mesure, une erreur provenant de l'altération (ΔQ_{alt} , eq. 4.5) et une erreur sur l'état de domaine (ΔQ_{dsc} , eq. 4.6) sont estimées de la manière suivante (Fabian and Leonhardt, 2010) :

$$(\Delta Q_{alt})^2 = \epsilon_{alt}^2 \sum_{i=1}^3 (m_i \partial_{m_i} Q_{DSC})^2 \quad (4.5)$$

$$(\Delta Q_{dsc})^2 = \frac{1}{3} \left(\frac{m_3 - m_1}{2m_0 - m_1 - m_2} \right)^2 \quad (4.6)$$

Au final l'erreur totale sur chaque point de mesure est :

$$\Delta Q = \sqrt{(\Delta Q_{alt})^2 + (\Delta Q_{ds})^2}; \quad (4.7)$$

4.1.2 La méthode MSP-DSC

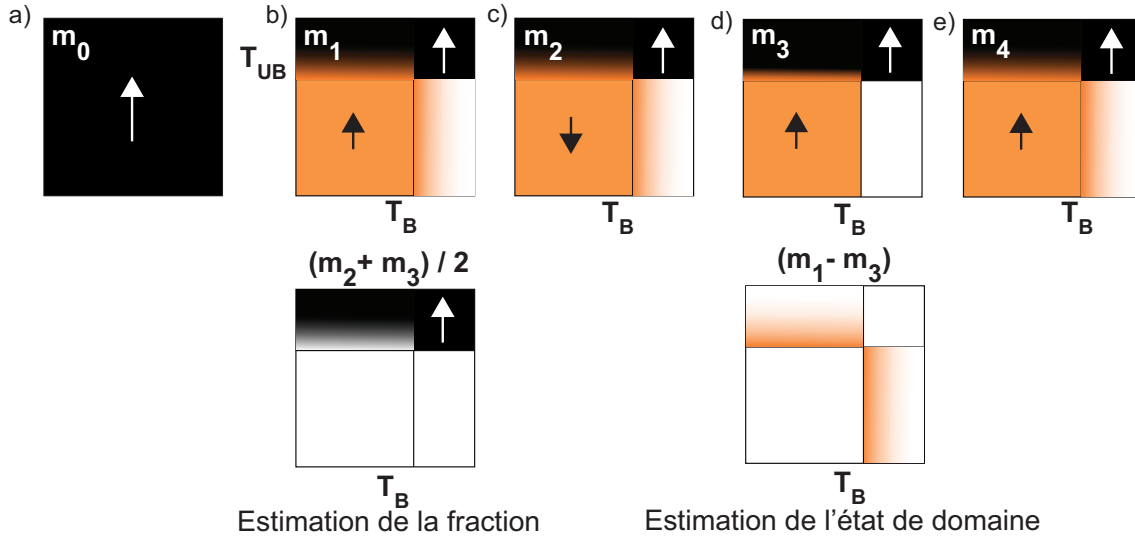


FIGURE 4.4 – Visualisation phénoménologique du protocole MS-DSC (Fabian and Leonhardt, 2010). a) ARN qui est une pure ATR (m_0). b) Acquisition de l'ATR_p par chauffage en champ/refroidissement (m_1). c) Acquisition antiparallèle de l'ATR_p (m_2). d) Chauffage en champ nul / refroidissement sous champ (m_3) et e) m_4 est une répétition de m_1 . La fraction d'ARN f remplacée par l'ATR_p est calculée par $(b + c)/2$. L'effet de l'état de domaine est estimé par $(b-d)$. La stabilité thermique est calculée par $(b-e)$, qui s'écarte du zéro théorique soit par l'incertitude de mesure, soit par altération durant les chauffes. T_b et T_{db} sont respectivement les températures de blocages et les températures de déblocage (d'après Fabian and Leonhardt (2010)).

En appliquant la propagation de l'erreur sur les n points de mesure utilisés pour calculer la régression linéaire, on peut estimer l'erreur sur la détermination de la paléointensité par l'expression :

$$\Delta H = \left(\sum_{k=1}^n \left(\frac{H_i/H}{\Delta Q_i} \right)^2 \right)^{-1} \quad (4.8)$$

Muxworthy et al. (2011) ont appliqué les corrections proposées par Fabian and Leonhardt (2010) sur des coulées historiques islandaises. Pour interpréter les données obtenues avec succès, ils ont dû mettre en oeuvre deux nouvelles approches. Tout d'abord ils ont utilisé l'addition (ou soustraction) vectorielle dans les calculs. Deuxièmement ils ont introduit un nouveau critère de sélection/rejet des données qui améliore la robustesse des estimations en éliminant les valeurs aberrantes sur la base de l'analyse des résidus de chaque point de la régression linéaire. Afin de mieux appréhender cette méthode et de l'appliquer au paléomagnétisme (notamment sur mes échantillons provenant de Nouvelle Zélande) et à l'archéomagnétisme, j'ai testé le protocole MSP-DSC tout en prenant en compte les deux points soulevés par Muxworthy et al. (2011). La principale contrainte pour la mise en oeuvre de ce protocole est la nécessité d'appliquer le champ le long de l'ARN, ce qui est difficile à réaliser dans la plupart des fours. Après avoir adapté à cette méthode notre four conventionnel pour déterminer les paléointensités, nous avons décidé de développer un matériel expérimental plus adapté. J'ai testé ce protocole et ce

nouvel appareillage sur des coulées historiques provenant de la Réunion et de l'Etna et présentant des minéralogies magnétiques différentes. J'ai également analysé l'influence d'autres facteurs tels que le taux de refroidissement et la statistique de la régression.

4.2 Matériel expérimental

Le point clé de cette méthode est de pouvoir appliquer expérimentalement un champ le long de l'ARN. Ceci implique de pouvoir orienter les échantillons ou le champ magnétique appliqué dans l'espace, ce qui reste difficile à faire dans les fours conventionnels. Pour cela nous avons tout d'abord développé des porte-échantillons permettant d'orienter les spécimens en afin d'aligner l'ARN et le champ appliqué dans le four à paléointensité (Fig. 4.5). Ces porte-échantillons sont constitués d'un socle en inconel-60 et sont

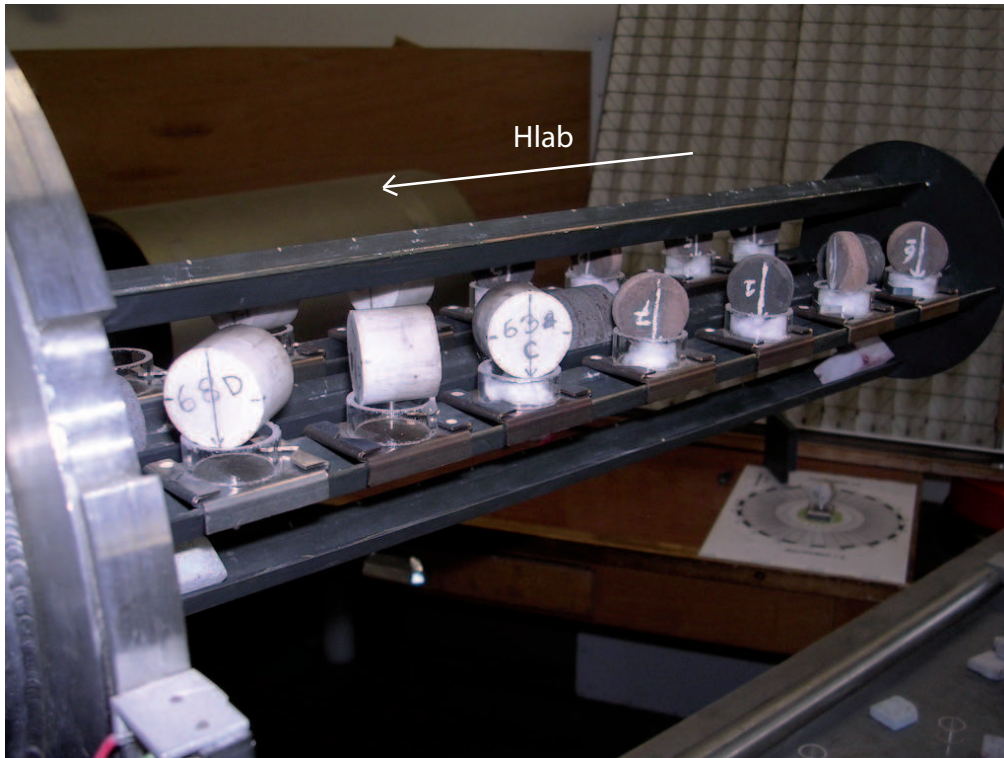


FIGURE 4.5 – Photographie des porte-échantillons permettant d'orienter l'ARN des spécimens le long du champ appliqué dans le four à paléointensité Hlab.

surmontés d'un tube de quartz, où, par une double rotation, l'ARN de l'échantillon est alignée avec le champ magnétique appliqué dans le four. Cette disposition est particulièrement utile lorsque plusieurs échantillons peuvent être chauffés à la même température et sous le même champ. Ceci signifie que l'ensemble des coulées doit présenter une minéralogie homogène, ce qui est très rarement le cas. Or un cycle chauffe-refroidissement dans ce four est d'environ 5h, ce qui rend l'expérience lente et laborieuse si seulement très peu d'échantillons sont chauffés simultanément. Afin de s'affranchir de ce paramètre,

un four à chauffage ultra rapide "mono-échantillon" fait l'objet d'un développement au laboratoire.

Pour l'instant nous ne disposons que d'un prototype préliminaire de faisabilité, une demande ANR est en cours pour développer l'appareillage final. Ce four permet de fixer le palier de température au cas par cas, ce qui est très avantageux pour cette méthode. Le palier de température est atteint en moins de 20 minutes et de manière homogène dans l'échantillon, indépendamment de la température demandée. Le refroidissement peut être effectué à différents taux régulés par une rampe, le plus rapide étant $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (forçage par ventilation, Fig. 4.6).

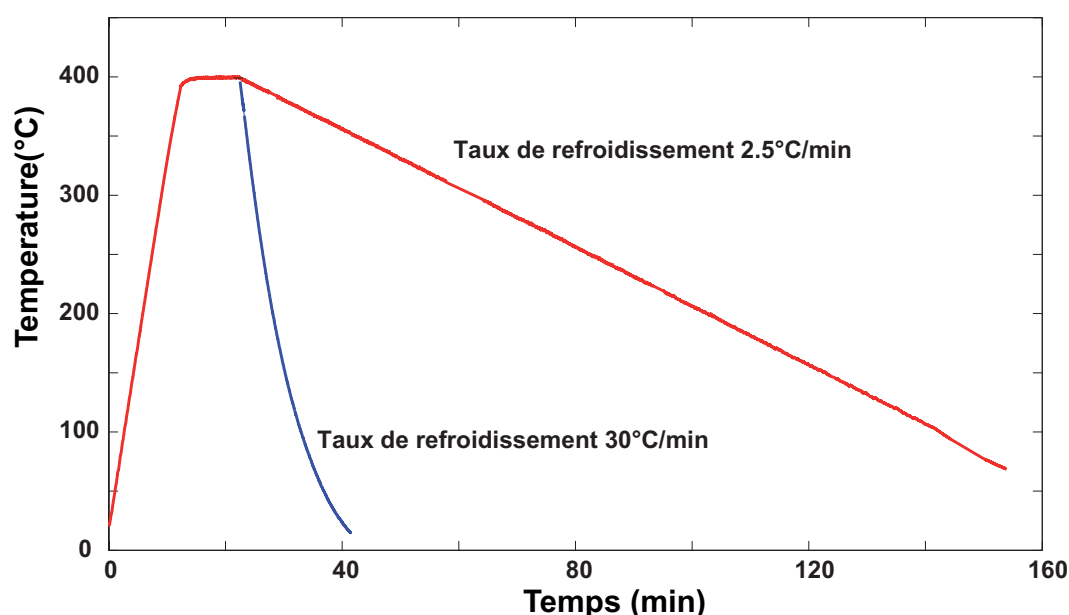


FIGURE 4.6 – Cycle chauffe-refroidissement pour un palier de température à 400°C . Le refroidissement peut être rapide (30°C par minute) ou lent ($2.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$).

Dans ce prototype préliminaire, le champ magnétique est appliqué dans les trois dimensions avec une résolution de 30 nT sur chaque axe. Afin de parfaitement appliquer le champ souhaité, nous avons développé une sonde adaptée au porte échantillon. Une procédure de brevetage est en cours, je ne peux donc pas donner plus de détails.

Un élément important dans ce protocole est la détermination de la température de chauffe. Elle doit bien entendu être inférieure à la température à laquelle les transformations des propriétés magnétiques pourraient avoir lieu et supérieure à celle de désaimantation de la composante visqueuse. Afin de s'affranchir de la composante secondaire, Dekkers and Böhnelt (2006) préconisent d'utiliser un échantillon de la même carotte afin de déterminer la température T_v pour laquelle la composante secondaire est éliminée. Pour nos échantillons nous avons défini une température T_v de 100°C , température à laquelle tous les échantillons sont chauffés avant d'être mesurés. Finalement pour chaque

étape de chauffe nous avons suivi ce protocole :

1. Le champ est appliqué sous contrôle de la sonde, puis l'échantillon est placé dans le porte échantillon en lieu et place de la sonde. Durant l'expérience, les fluctuations du champ externe sont enregistrées par une seconde sonde fixe.
2. Les calibrations que nous avons faites nous indiquent que la chauffe peut être effectuée en environ 15 minutes et un palier de 5 minutes doit être maintenu pour assurer l'homogénéité de la température à l'intérieur de l'échantillon, et ce quelque soit la température demandée.
3. Le procédé de refroidissement est ensuite enclenché jusqu'à température ambiante.
4. Les échantillon sont ensuite chauffés en champ nul à T_v dans le four classique puis l'aimantation est mesurée par un magnétomètre JR5 ou cryogénique 2G.

Afin de tester la méthode et notre nouvel appareillage, nous avons choisi de travailler sur plusieurs jeux d'échantillons présentant des minéralogies différentes et pour lesquelles les paléointensités sont connues (laves historiques).

4.3 Sélection et minéralogie des échantillons

4.3.1 Description des échantillons

TABLE 4.1 – *Coulées sélectionnées pour l'étude de la méthode multispecimen. Le lieu, la date de prélèvement ainsi que l'intensité estimée par l'IGRF pour ces coulées sont donnés. Pour la coulée de l'Etna, des mesures ont également effectuées in-situ.*

	Date de l'éruption	Nature de l'échantillon	IGRF	Mesure directe
La Reunion	Novembre 2002	Blocs non orientés	36.3 μ T	
La Reunion	Avril 2007	Blocs non orientés	36.6 μ T	
Etna	Mars 1983	Carootes orientées	44.0 μ T	42 \pm 1 μ T

En plus des échantillons provenant de la Nouvelle Zélande, qui ont été décrits d'un point de vue minéralogique dans le chapitre précédent, j'ai travaillé sur des laves provenant de la Réunion et de l'Etna (Tab. 4.1). Le point important était de travailler sur des coulées historiques afin d'avoir une estimation de l'intensité théoriquement enregistrée lors du refroidissement de ces laves par le biais de l'IGRF. Seule la coulée de l'Etna a fait l'objet de mesures directes sur le terrain lors de l'échantillonnage, montrant que les perturbations locales du champ entraînent un écart entre la valeur estimée par l'IGRF et l'intensité du champ effective. Les valeurs données par l'IGRF ne sont donc que des valeurs indicatives, mais qui permettent une bonne approximation pour évaluer la méthode et notre appareillage.

4.3.2 Courbes de thermosusceptibilité

4.3.2 Courbes de thermosusceptibilité

Afin de déterminer la température optimale de chauffe et pour suivre la stabilité des propriétés magnétiques des échantillons, j'ai acquis des courbes thermomagnétiques (Fig. 4.7). Pour certains échantillons j'ai effectué des cycle chauffe-refroidissement avec des températures croissantes afin d'estimer la température maximale pour laquelle les propriétés magnétiques restent réversibles (Fig. 4.8).

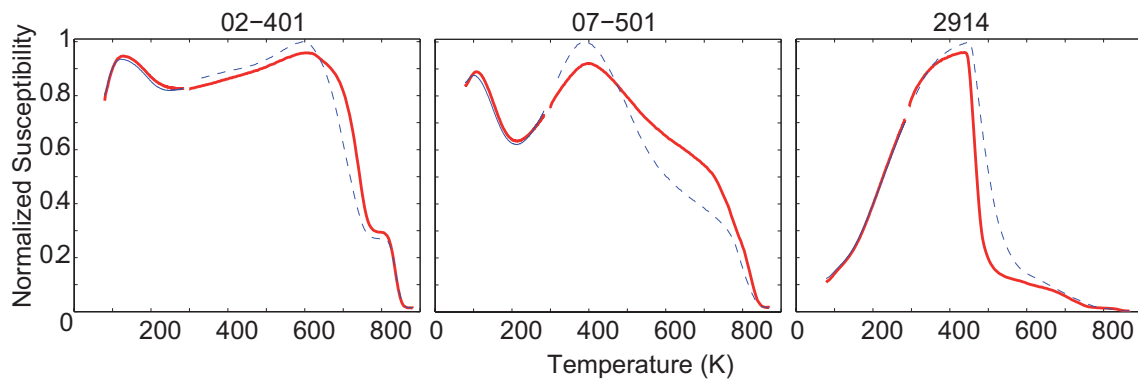


FIGURE 4.7 – Courbes thermomagnétiques à basse et haute température (en Kelvin) pour un échantillon représentatif de chaque coulée : Réunion 2007 (07-201), Réunion 2002 (02-201) et l'Etna (2914-1A). La première chauffe à partir de la température de l'azote liquide (78 K) à 880 K est la courbe rouge. La courbe bleue en pointillée correspond à la partie en refroidissement de l'expérience. La courbe bleue en trait plein correspond à la seconde chauffe à partir de 78K.

Les échantillons de la Réunion 2002 et de l'Etna montrent des courbes quasi réversibles jusqu'à 600°C alors que les échantillons de la coulée Réunion 2007 présentent une part irréversible plus importante. Les transformations liées à l'augmentation de température s'effectuent dans la plupart des cas entre 360 et 410°C (Fig. 4.8).

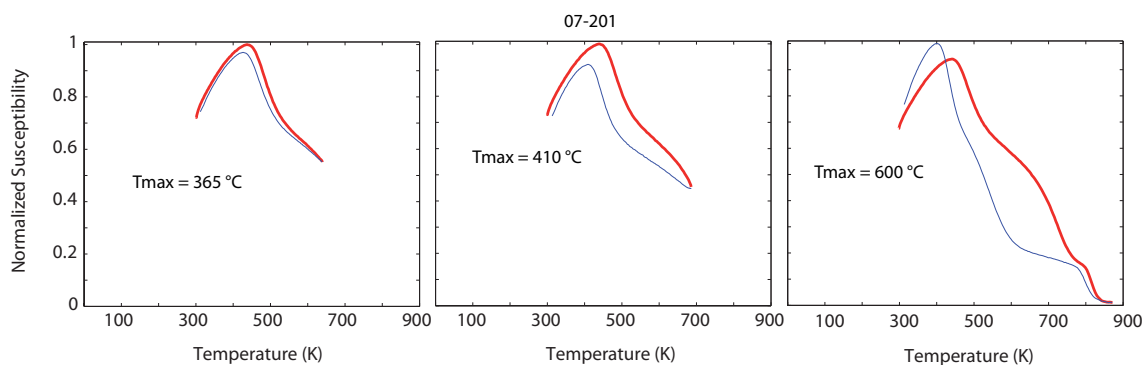


FIGURE 4.8 – Courbes thermomagnétique à différentes températures (365, 420 et 630 °C) pour l'échantillon 07-501 (La Réunion, 2007). La partie en chauffe correspond à la courbe rouge et la partie en refroidissement correspond à la courbe bleue.

4.3.3 Désaimantations thermiques

J'ai également effectué des désaimantations thermiques, couplées à une mesure de la susceptibilité totale de chaque échantillon après chaque palier de température (Fig. 4.9). La désaimantation thermique permet d'avoir une bonne estimation des températures de déblocage. Les échantillons de la Réunion possèdent des températures de déblocage relativement élevées (50% de l'aimantation est détruite à 500°C et 400°C pour les coulées 2002 et 2007 respectivement). Les échantillons provenant de l'Etna possèdent des températures de déblocage beaucoup plus faibles, puisque 50% de l'aimantation est perdue à 200°C. L'évolution de la susceptibilité magnétique en fonction de la température confirme les observations effectuées sur les courbes thermomagnétiques. Seuls les échantillons de la Réunion 2007 présentent des variations importantes de la susceptibilité à partir de 350°C, ce qui témoigne de la modification des propriétés magnétiques au delà de cette température.

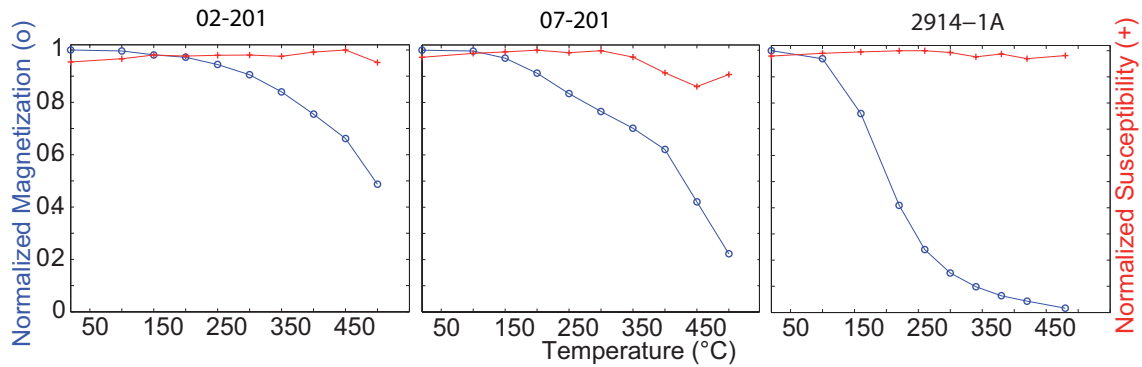


FIGURE 4.9 – Courbe de désaimantation thermique (o) et évolution de la susceptibilité magnétique globale (+) de la température ambiante jusqu'à 500°C pour un échantillon représentatif de chaque coulée : Réunion 2007 (07-201), Réunion 2002 (02-201) et Etna (2914-1A). Les deux courbes sont normalisées par leur maximum respectif.

4.3.4 FORCs

Les FORCs (First order reversal curves, e.g. Pike et al. (1999); Roberts et al. (2000)) permettent de caractériser la taille des minéraux magnétiques. Ces mesures ont été effectuées à l'Institut de Minéralogie et de Physique des Milieux Condensés par le biais d'un VSM (Vibrating Sample Magnetometer). Le temps moyen de mesure a été de 100 ms et 100 cycles ont été mesurés pour chaque diagramme. Le facteur de lissage (Roberts et al., 2000) est égal à 2 pour chaque FORC. Les échantillons provenant de la coulée 2002 ont un pic de coercivité relativement élevé, autour de 15-20 mT. Plusieurs contours intersectent l'axe H_u , mais certains d'entre eux divergent jusqu'à 100 mT (Fig. 4.10, a). Ces observations indiquent la présence d'un mélange de grains présentant un comportement monodomaine et polydomaine.

4.3.5 Paléointensité Thellier-Thellier

Les échantillons de la coulée de la Réunion 2007 présentent une coercivité moyenne d'environ 10 à 15 mT, mais présentent des contours fortement divergeant au niveau de l'axe H_u (Fig. 4.10, b). Ceci témoigne d'un comportement caractéristique d'un mélange de grains monodomaines et polydomaines.

Enfin, les échantillons provenant de l'Etna possèdent un comportement polydomaine caractéristique, présentant des contours externes ouverts, quasi parallèles à l'axe H_u . (Fig. 4.10, c). Il existe tout de même une faible composante monodomaine, mis en évidence par des contours centrés aux environs de 25 mT.

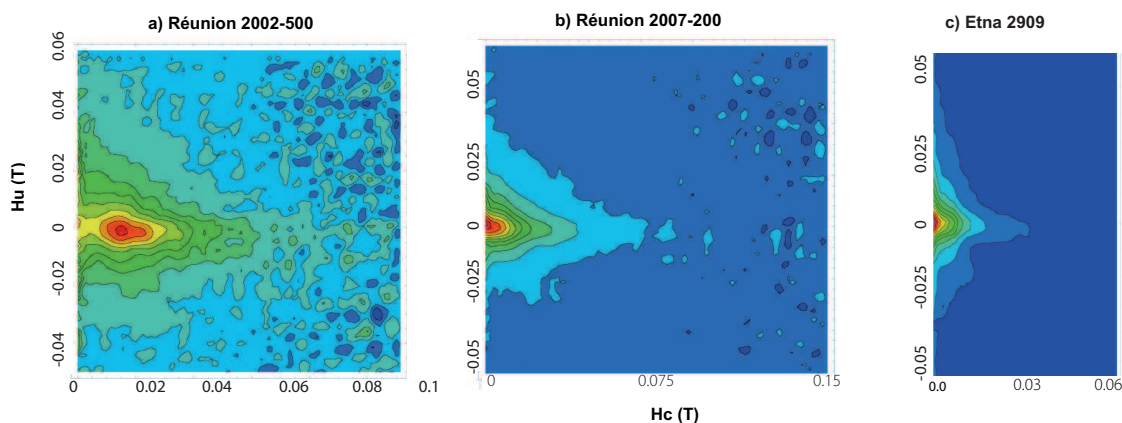


FIGURE 4.10 – Diagrammes de FORCs pour des échantillons représentatifs de chacune des coulées. La facteur de lissage est de 2.

4.3.5 Paléointensité Thellier-Thellier

Pour chaque coulée, nous avons essayé de déterminer la paléointensité par la méthode de Thellier (Thellier and Thellier, 1959) dans sa forme originale (voir le protocole en Annexe 2). Pour chaque expérience, l'intensité du champ appliqué en laboratoire correspond à l'intensité du champ estimée par les prédictions de l'IGRF. Ainsi, la pente attendue dans les diagrammes d'Arai est de 1. Les résultats obtenus sont présentés figure 4.11.

Les seules paléointensités fiables proviennent des échantillons de la coulée 2002. Les autres diagrammes montrent une forte non linéarité (bien que les trois premiers paliers de l'échantillon 07-203 semblent cohérents), témoignant à la fois de la présence d'une

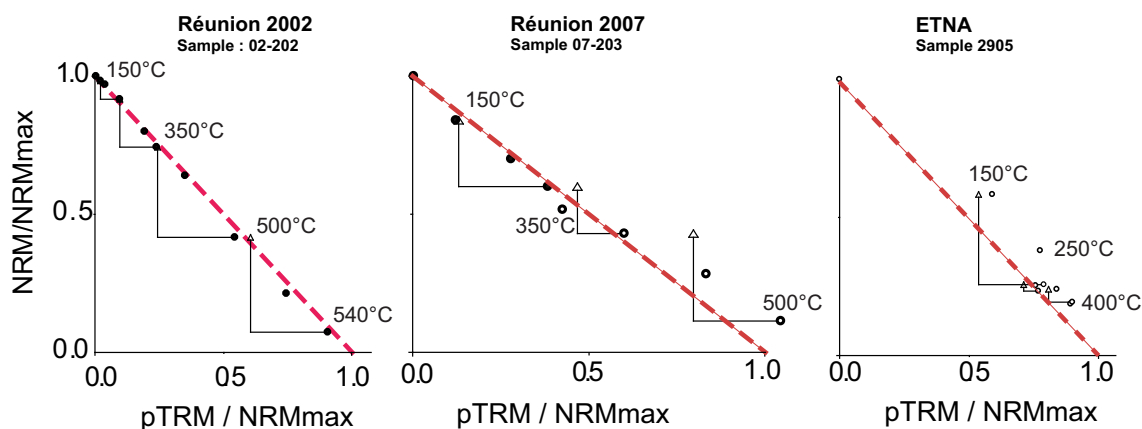


FIGURE 4.11 – Diagramme d’Arai pour un échantillon de chaque coulée. La capacité d’acquisition de l’ATR_p a été testée un palier sur deux (flèches).

population de grains polydomaines non négligeable et d’une altération thermique importante, soulignée par la non-reproductibilité de l’acquisition de l’ATR_p. Ceci est en total accord avec les tests effectués préalablement sur la minéralogie magnétique de ces échantillons.

4.3.6 Bilan

A partir de l’ensemble de ces observations nous pouvons conclure que les échantillons de la coulée Réunion 2002 présentent un comportement essentiellement monodomaine. Ceux de la coulée Réunion 2007 se comportent comme un mélange monodomaine-polydomaine et ceux provenant de l’Etna présentent une population de grains polydomaines largement prédominante. En essayant de travailler sur une fraction d’ARN désaimantée suffisamment grande ($f > 30\%$) et en tenant compte des phénomènes d’altération, nous avons choisi de chauffer respectivement aux températures suivantes :

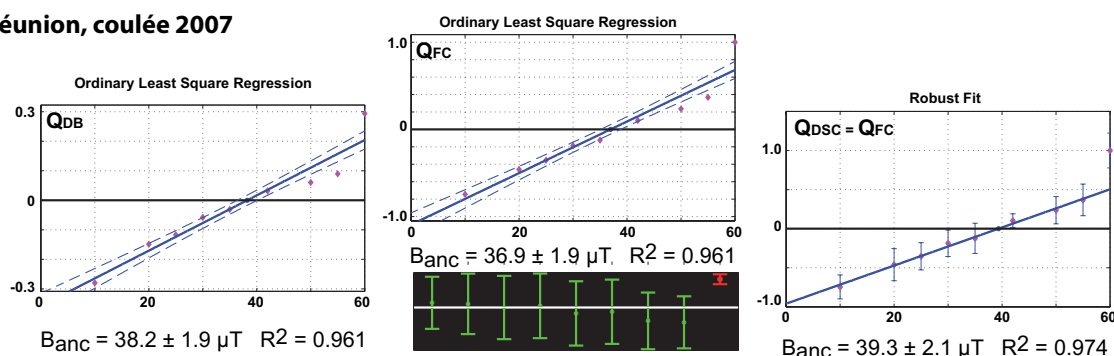
- Réunion 2002 : $T = 420^\circ\text{C}$
- Réunion 2007 : $T = 400^\circ\text{C}$
- Etna 1983 : $T = 350^\circ\text{C}$

4.4 Résultats

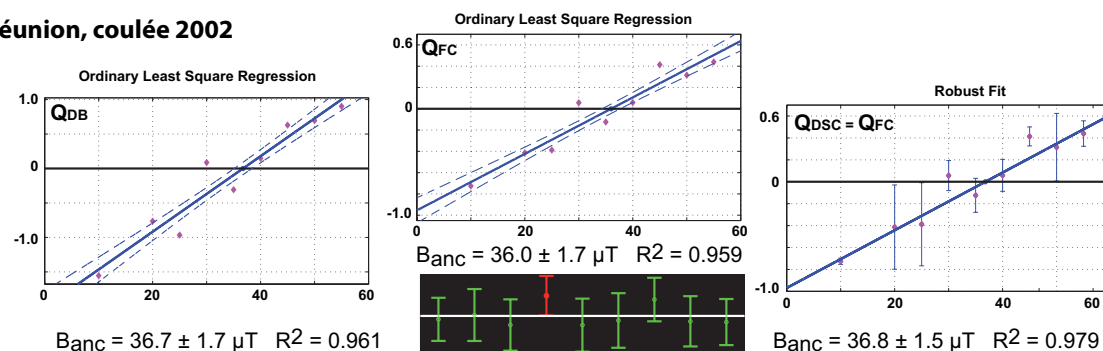
Les résultats issus de la méthode initiale MSP-DB, de la correction par la fraction et de la correction par l’état de domaine (MSP-DSC) sont représentés figure 4.12. On note tout d’abord que nous avons déterminé une paléointensité pour chaque site. Le coefficient de corrélation est également calculé et permet de quantifier la qualité de la régression.

Les résultats montrent que quelque soit la méthode utilisée, avec ou sans correction, le résultat obtenu est proche de la valeur attendue. Nos conclusions rejoignent en partie celles de Muxworthy et al. (2011), la correction par la fraction semble améliorer l’estima-

Réunion, coulée 2007



Réunion, coulée 2002



Etna

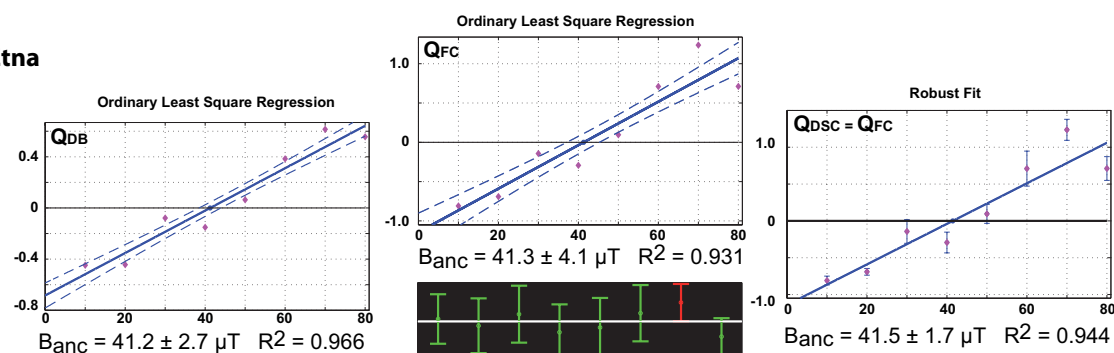


FIGURE 4.12 – Paléointensités obtenues pour les trois coulées Réunion 2002, Réunion 2007 et Etna. Q_{DB} , Q_{FC} et Q_{DSC} en fonction du champ appliqué respectivement de la gauche vers la droite. Les régressions linéaires pour Q_{DB} et Q_{FC} sont des régressions ordinaires. L'erreur sur l'estimation de la paléointensité est déterminée par l'intervalle de confiance à 95 % (pointillés) alors que la régression pour Q_{DSC} est pondérée par les résidus calculés pour les Q_{FC} . Les barres d'erreur et l'erreur standard sont calculées selon les statistiques de Fabian and Leonhardt (2010).

tion de la paléointensité. L'estimation du paramètre α n'a pas pu être réalisée, la valeur optimale pour ce paramètre α étant nulle pour les trois coulées. J'ai noté que dans la majorité des cas, la différence entre m_1 et m_3 , permettant d'évaluer l'état de domaine, était significativement inférieure à la différence entre m_1 et m_4 . Ainsi, l'altération thermique, bien que réduite dans nos expériences ($< 10\%$) semble masquer l'état de domaine. La régression pondérée par les résidus (et l'élimination des outliers) permet d'améliorer statistiquement la régression, mais semble parfois amener à une mauvaise estimation de la paléointensité dans le cas de la coulée Réunion 2007. Mais d'autres paramètres tels que le taux de refroidissement ou le forçage de la droite de régression peuvent modifier

l'estimation de la paléointensité.

4.5 Discussion

4.5.1 Influence du taux de refroidissement

L'un des premiers tests que nous avons effectué a été de vérifier si le taux de refroidissement avait un impact sur l'estimation de la paléointensité. En effet, dans nos expériences, le taux de refroidissement est très important : 30°C/min entre T_1 et T_v (Fig. 4.6). Après les quatre étapes du protocole MSP-DSC, j'ai rajouté une cinquième étape pour laquelle l'ATRp a été acquise par les échantillons avec un refroidissement plus lent (2.5°C/min). Un facteur correctif f_{cr} est calculé de la manière suivante :

$$f_{cr} = \frac{m_5 - m_4}{m_4} \quad (4.9)$$

Chaque mesure m_i (excepté m_0) est ensuite corrigée par :

$$m_i' = m_i + f \times m_i. \quad (4.10)$$

Les Qfc ont été calculés pour les coulées 2007 de la Réunion et de l'Etna (Fig. 4.13). Les paléointensités ont été estimées par régression ordinaire et l'erreur par l'intervalle de confiance à 95%.

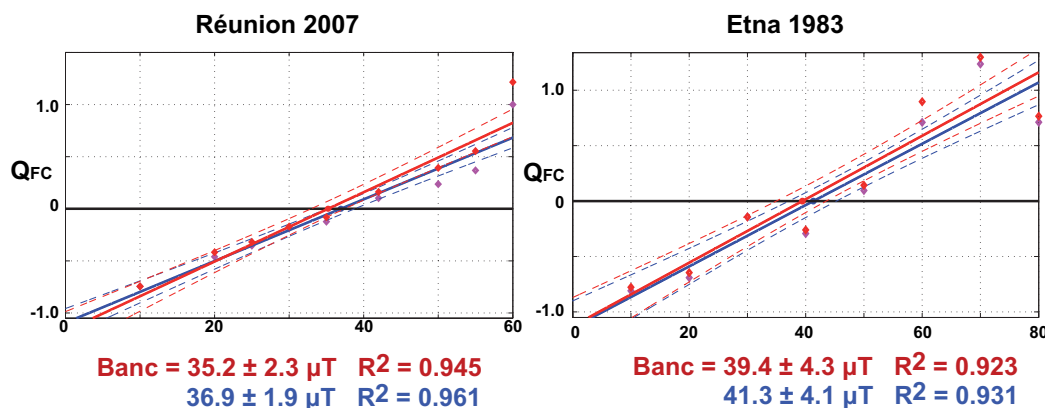


FIGURE 4.13 – Paléointensités calculées avant et après correction du taux de refroidissement pour les coulées Réunion 2007 et Etna 1986.

Pour les deux coulées, la nouvelle paléointensité estimée est très peu différente de celle estimée sans la correction (< 5%) et reste dans la barre d'erreur. Par conséquent nous estimons que cette correction n'est pas nécessaire dans les cas présents.

4.5.2 Régression forcée par l'origine

Un autre point important que j'ai abordé lors de cette méthode repose sur la forçage de la régression linéaire. En effet, théorique, en se basant sur les équations (4.2) et (4.3), la

droite doit passer par le point $[-1,0]$. Or j'ai remarqué que pour la plupart des graphiques, ce n'est pas le cas. J'ai donc retracé les diagrammes Q_{fc} en forçant la droite de régression à passer par ce point (Fig. 4.14). Cette nouvelle condition appliquée à la régression linéaire

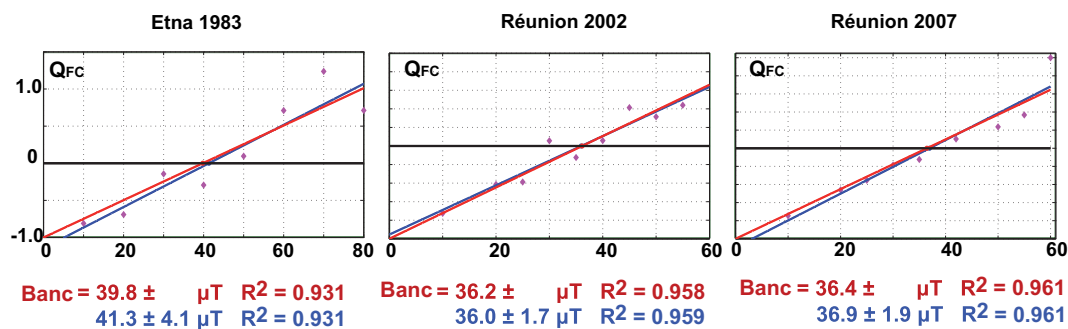


FIGURE 4.14 – Paléointensités calculées par régression linéaire simple et par régression linéaire forcée par l'origine $[0,-1]$.

ne semble pas jouer un rôle important dans l'estimation de la paléointensité puisque pour les trois coulées les nouvelles paléointensités estimées se trouvent encore dans la barre d'erreur.

4.6 Conclusion

En conclusion, cette étude amène quelques points de réflexion sur la méthode multispecimen. Pour les trois coulées testées, le protocole MSP-DB donne une très bonne estimation de la paléointensité attendue, quel que soit la minéralogie initiale. En particulier, nous n'observons aucune surestimation de la paléointensité estimée, même en présence d'une population de grains polydomaines importante à l'inverse de ce qui a été montré par Michalk et al. (2008, 2010). Cette méthodologie est donc très prometteuse. J'ai également noté que la correction de la fraction f diminue la dispersion et améliore l'estimation de la paléointensité. De plus, nous n'avons pas réussi à appliquer la correction de l'état de domaine, l'optimisation conduisant toujours à un paramètre α nul, en accord avec l'étude de Muxworthy et al. (2011). La régression pondérée n'a pas montré une amélioration significative de l'estimation, ni le forçage de la droite par le point théorique $[-1, 0]$ ou la correction du taux de refroidissement. Nous pensons qu'un des paramètres essentiels est la précision de l'orientation par rapport au champ appliqué, ce qui signifie qu'il faut réussir à parfaitement identifier l'ATR. Bien que tous les points touchant à cette nouvelle méthodologie ne soient pas clairs, nous pensons qu'elle peut s'avérer d'une extrême importance pour augmenter le nombre de données expérimentales sur l'intensité du champ magnétique (cf. Chapitre précédent). L'appareillage que nous développons semble parfaitement adapté à cette méthode puisqu'il permet de chauffer des échantillons indépendamment les uns des autres et donc d'optimiser les températures

choisies et d'appliquer le champ très précisément dans la direction souhaitée.

Conclusion

J'ai effectué ma thèse autour d'une thématique principale : les fluctuations du champ magnétique terrestre. Ces fluctuations possèdent une très large gamme de variation temporelle, de l'année, avec des changements très brusques comme les jerks géomagnétiques, à plusieurs millions d'années durant lesquelles le champ présente une relative stabilité, les superchrons. Ces variations reflètent l'intense activité du noyau, et afin de mieux comprendre les processus physiques impliqués dans la dynamo terrestre, l'acquisition de nouvelles données de qualité est un enjeu important. C'est un apport essentiel et complémentaire aux dynamos numériques et analogiques car pour bien modéliser un phénomène naturel, il faut avant tout bien l'observer. Au cours de ma thèse, j'ai focalisé ma recherche principalement sur deux aspects de ces fluctuations : les variations séculaires millénaires régionales (Grèce et Amérique Centrale) et le comportement du champ magnétique au cours des renversements.

La première partie de ma thèse porte sur l'archéomagnétisme, discipline qui permet de retracer l'évolution temporelle du champ magnétique terrestre au travers des derniers millénaires, principalement à partir des matériaux archéologiques. J'ai étudié deux jeux d'échantillons provenant pour l'un de la Grèce (période néolithique, 6800-3200 avant J.C.) et pour l'autre du Mexique (Palenque, période Maya Classique 320-840 après J.C.), dans le but d'acquérir de nouvelles données d'archéointensité afin de mieux contraindre la variation séculaire du champ magnétique terrestre. La comparaison de mes données avec celles disponibles dans la bibliographie et les différents modèles globaux et régionaux a mis en évidence que les variations séculaires au Néolithique en Grèce et aux cours du premier millénaire en Amérique Centrale sont très mal définies. Mes données suggèrent que des composantes locales, non prises en compte dans les modèles globaux peuvent exister en Grèce et en Amérique Centrale. Elles renforcent l'intérêt de développer des modèles régionaux précis. Pour ce faire, l'acquisition de nouvelles données de haute qualité est un élément majeur.

La deuxième partie traite de la description d'un renversement du champ magnétique terrestre, un des phénomènes géophysiques parmi les plus spectaculaires mais qui reste encore aujourd'hui énigmatique. Cette étude a été basée sur deux points précis : étudier les directions transitionnelles afin d'apporter de nouvelles contraintes sur le pos-

sible confinement longitudinal des pôles géomagnétiques virtuels (PGVs) d'une part, et d'autre part vérifier des paléointensités transitionnelles obtenues sur la séquence volcanique d'Akaroa (Nouvelle Zélande), dont l'intensité est significativement supérieure à celles des intensités avant et après le renversement. Nous avons ré-échantillonné cette séquence, et l'évolution directionnelle obtenue pour ce renversement est une succession complexe de polarités N-T-R-T-N-T-R. Les PGVs obtenus semblent se regrouper sous deux bandes longitudinales sous l'Australie et l'Amérique, ce qui semble renforcer l'hypothèse d'une interaction entre le manteau et le noyau sur plusieurs millions d'années. Suite à une étude de minéralogie magnétique, j'ai sélectionné les échantillons susceptibles de fournir une valeur de paléointensité par les méthodes de Thellier et du multispecimen. Les paléointensités obtenues sont relativement faibles (environ $20 \mu\text{T}$) au cours du changement de polarité et forte à la fin de la séquence. Mon interprétation, basée à la fois sur les valeurs de l'intensité du champ et sur les données radiochronologiques montrant que la séquence s'est mise en place très rapidement, est de considérer, contrairement aux conclusions initiales (Evans, 1970; Hoffman, 1986), que seul le renversement C4Ar.1n-C4Ar.1r a été enregistré dans cette séquence. Dans cette hypothèse, le renversement montre un cheminement complexe comparable à d'autres renversements enregistrés dans l'hémisphère nord (comme celui de la Steens Mountain par exemple), incluant un phénomène de rebond avant de se stabiliser.

La troisième partie de ma thèse est consacrée au développement d'une nouvelle méthodologie et d'un nouvel appareillage pour déterminer les paléointensités. Le faible taux de réussite des expériences de paléointensités de l'étude précédente m'a poussé à m'intéresser au protocole multispecimen, qui peut s'appliquer aux échantillons possédant un comportement polydomaine. L'inconvénient technique majeur de cette méthode réside dans l'application du champ le long de l'aimantation naturelle, difficile à réaliser avec précision dans les fours standards. Pour ce faire, nous avons décidé de développer des porte-échantillons permettant d'orienter les échantillons dans l'espace pour le four standard et un prototype de four à chauffage ultra-rapide particulièrement bien adapté avec la possibilité d'orienter le champ appliqué dans les 3 dimensions. J'ai testé les différents protocoles de la méthode sur des laves historiques de la Réunion et de l'Etna, possédant des minéralogies très différentes. Pour l'ensemble des coulées étudiées, j'ai obtenu des paléointensités très proches des valeurs attendues, et ce indépendamment de la minéralogie, révélant ainsi le faisabilité de notre appareillage et le côté prometteur de la méthode. L'application de diverses corrections sur la statistique d'estimation de la valeur de l'intensité ou sur le taux de refroidissement n'ont eu aucun impact notable sur mes résultats.

A l'ère des satellites et des observations de hautes résolutions spatiales et tempo-

relles permettant de modéliser le champ magnétique terrestre de manière très précise sur une courte échelle de temps, l'étude du comportement du champ magnétique sur des périodes plus longues, du millier à plusieurs millions d'années, reste un enjeu majeur en géophysique. Les données issues des études archéomagnétiques et paléomagnétiques, de plus en plus nombreuses et fiables, constituent un apport majeur dans la description du comportement du champ magnétique terrestre et dans la compréhension des processus physiques à l'origine de ces fluctuations. Les applications qui en découlent sont diverses et tournées vers plusieurs disciplines, de la géophysique avec l'étude de l'écoulement du fer liquide dans le noyau externe, à l'archéologie et le développement de nouvelles méthodes de datation, en passant par la géochimie avec de nouvelles contraintes sur le taux de production des isotopes cosmogéniques ou encore la climatologie en soulevant un possible lien entre le champ géomagnétique et le climat. Pour obtenir de nouvelles données de très haute qualité, le développement méthodologique est important comme nous l'avons montré au travers de la mise en oeuvre du protocole multispécimen, méthode très prometteuse pour obtenir de nouvelles paléintensités. Les développements technologiques tel que notre prototype de four à chauffage ultra-rapide représentent également un enjeu important pour cette thématique. Enfin, le développement de nouveaux axes de recherche comme l'étude du signal magnétique enregistré au sein des spéléothèmes (dépôts minéraux précipités dans les grottes, principalement les concrétions calcaires) apportent de nouvelles ouvertures. En effet, ces structures enregistrent de manière continue le champ magnétique terrestre durant toute leur période de croissance, qui peut s'étendre sur plusieurs milliers d'années. Ces enregistrements pourront donc permettre de faire le lien directement avec les enregistrements archéomagnétiques, et fournir de nouvelles données à inclure dans la construction des modèles globaux et régionaux. La limitation majeure réside dans le fait que l'aimantation des spéléothèmes est faible, due à la faible concentration de minéraux magnétiques, ce qui peut nécessiter le développement d'un nouvel appareillage. Les nouvelles perspectives sur ce thème de recherche sont nombreuses et représentent un atout majeur pour relever cet immense défis que représente la reconstitution et la compréhension des fluctuations du champ magnétique terrestre.

Bibliographie

- Aidona, E., Kondopoulou, D., 2012. First archaeomagnetic results and dating of Neolithic structures in Northern Greece. *Stud. Geophys. Geod.* 56, doi : 10.1007/s11200-011-9006-8.
- Aitken, M. J., 1983. Basic techniques for Archeointensity determination, in *Geomagnetism of Baked Clays and Recent Sediment*. Elsevier, Amsterdam.
- Aitken, M. J., Alcock, P. A., Bussell, G. D., Shaw, C. J., 1981. Archeomagnetic determination of the past geomagnetic intensity using ancient ceramics : Allowance for anisotropy. *Archaeometry* 23, 53-64.
- Aitken, M. J., Allsop, A. L., Bussell, G. D., Gillian, D., Winter, M., 1989. Geomagnetic intensity variation during the last 4000 years. *Phys. Earth Planet. Inter.* 356, 49-58.
- Aitken, M. J., Allsop, A. L., Bussell, G. D., Winter, M., 1984. Geomagnetic intensity in Egypt and western Asia during the second millennium B.C. *Nature* 310, 306-308.
- Alva-Valdivia, L., Morales, J., Goguitchaichvili, A., de Hatch, M. P., Hernandez-Bernal, M., Mariano-Matias, F., 2010. Absolute geomagnetic intensity data from preclassic Guatemalan pottery. *Phys. Earth Planet. Inter.* 180, 41-51.
- Andreou, S., Fotiadis, M., Kotsakis, K., 1996. Review of Aegean Prehistory V : The Neolithic and Bronze Age of Northern Greece. *American Journal of Archaeology* 100(3), 537-597.
- Arbaret, L., Diot, H., Bouchez, J., 1996. Shape fabrics of particles in low concentration suspensions : 2D analogue experiments and application to tiling in magma. *J. Struc. Geol.* 18, 941-950.
- Backus, G., Parker, R., Constable, C., 1996. *Foundations of geomagnetism*. Cambridge Univ. Press, New York.
- Barnhart, E. L., 2001. *The Palenque Mapping Project : Settlement and Urbanism at an Ancient Maya City*, Ph.D., University of Texas, Austin.

- Bascou, J., Camps, P., Dautria, J., 2005. Magnetic versus crystallographic fabrics in a basaltic lava flow. *J. Volcan. Geotherm. Res.* 145, 119–135.
- Bauluz, B., Mayayo, M., Yuste, A., Fernandez-Nieto, C., Gonzalez-Lopez, J., 2004. TEM study of mineral transformations in fired carbonated clays : relevance to brick making. *Clay Minerals* 39, 333–344.
- Biggin, A. J., Poidras, T., 2006. First-order symmetry of weak-field partial thermoremanence in multi-domain ferromagnetic grains : 1. Experimental evidence and physical implications. *Earth Planet. Science Lett.* 245, 438–453.
- Birch, 1964. Density and composition of the Earth's interior. *J. Geophys. Res.* 69, 4377–4388.
- Bloxham, J., Gubbins, D., 1987. Thermal core-mantle interaction. *Nature* 264, 511–513.
- Bloxham, J., Jackson, A., 1992. Time-dependent mapping of the magnetic field at the core-mantle boundary. *J. Geophys. Res.* 97, 19537–19563.
- Boehnel, H., Biggin, A., Walton, D., Shaw, J., Share, J., 2003. Microwave palaeointensities from a recent Mexican lava flow, baked sediments and reheated pottery. *Earth Planet. Sci. Lett.* 214, 221–236.
- Bonhommet, N., Babkine, J., 1967. Sur la présence de directions inversées dans la chaîne des Puys. *C. R. Acad. Sci. Paris* 264, 92–94.
- Borradaile, G., 1988. Magnetic susceptibility, petrofabric and strain. *Tectonophysics* 156, 1–20.
- Borradaile, G., Gauthier, D., 2003. Interpreting anomalous magnetic fabric in ophiolite dikes. *J. Struct. Geol.* 25, 171–182.
- Bourgoin, M., Marié, L., Pétrélis, F., Guigon, C. G. A., Luciani, J. B., Moulin, M., Namer, F., Burguete, J., Chiffaudel, A., Daviaud, F., Odier, P., Pinton, J. F., 2002. Magnetohydrodynamics measurements in the von Kármán sodium experiment. *Physics of fluids* 14, 3046–3058.
- Brito, D., Aurnou, J., Olson, P., 1999. Can heterogeneous core-mantle electromagnetic coupling control geomagnetic reversals? *Phys. Earth Planet. Int.* 112, 159–170.
- Brown, L. L., Singer, B. S., Pickens, J. C., Jicha, B. R., 2004. Paleomagnetic directions and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages from the Tatara-San Pedro volcanic complex, Chilean Andes : Lava record of a Matuyama-Brunhes precursor? *J. Geophys. Res.* 109, B12101, doi :10.1029/2004JB003007.

BIBLIOGRAPHIE

- Brunhes, B., 1906. Recherche sur la direction d'aimantation des roches volcaniques. *J. Phys.* 5, 705–724.
- Bucha, V., Taylor, R., Berger, R., Haury, E., 1970. Geomagnetic intensity : changes during the past 3000 years in the western hemisphere. *Science* 168, 111–114.
- Butler, R., 1992. *Paleomagnetism : Magnetic Domains to Geologic Terranes*. Blackwell Scientific Publications.
- Camps, P., Henry, B., Nicolaysen, K., Plenier, G., 2007. Statistical properties of paleomagnetic directions in Kerguelen lava flows : Implications for the late Oligocene paleomagnetic field. *J. Geophys. Res.* 112, doi :10.1029/2006JB004648.
- Camps, P., Prévot, M., 1996. A statistical model of the fluctuations in the geomagnetic field from paleosecular variation to reversal. *Science* 273, 776–779.
- Camps, P., Singer, B., Carvallo, C., Goguitchaichvili, A., Fanjat, G., Allen, B., 2011. The Kamikatsura event and the Matuyama-Brunhes reversal recorded in lavas from Tjörnes Peninsula, northern Iceland. *Earth Planet. Sci. Lett.* 310, 33–44.
- Cañón-Tapia, E., 1996. Single-grain distribution anisotropy : a simple three-dimensional model. *Phys. Earth Planet. Int.* 94, 117–131.
- Casas, L., Shaw, J., Gich, M., Share, J. A., 2005. High-quality microwave archaeointensity determinations from an early 18th century English brick kiln. *Geophys. J. Int.* 161, 653–661.
- Ceja, M. R., Goguitchaichvili, A., Morales, J., Ostrooumov, M., Manzanilla, L. R., Reyes, B. A., Urrutia-Fucugauchi, J., 2009. Integrated archeomagnetic and micro-Raman spectroscopy study of pre-Columbian ceramics from the Mesoamerican formative village of Cuanalan, Teotihuacan Valley, Mexico. *Science* 114, doi :10.1029/2008JB006106.
- Chauvin, A., Garcia, Y., Lanos, P., Laubenheimer, F., 2000. Paleointensity of the geomagnetic field recovered on archeomagnetic sites from France. *Phys. Earth Planet. Int.* 120, 111–136.
- Clement, B., 2004. Dependence of the duration of geomagnetic polarity reversals on site latitude. *Nature* 428, 37–40.
- Clement, B. M., 1991. Geographical distribution of transitional VGPs : evidence for non-zonal equatorial symmetry during the Matuyama-Brunhes geomagnetic reversal. *Earth and Plan. Sci. Lett.* 104, 48–58.

- Coe, R. S., 1967. Paleointensities of the Earth's magnetic field determined from Tertiary and Quaternary rocks. *J. Geophys. Res.* 72, 3247–3272.
- Coe, R. S., Grommé, S., Mankinen, A., 1978. Geomagnetic paleointensities from radiocarbon-dated lava flows on Hawaii and the question of the Pacific nondipole low. *J. Geophys. Res.* 83, 1740–1756.
- Coe, R. S., Hongre, L., Glaztmaier, G. A., 2000. Numerical models of the geodynamo and observational constraints. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A.* 358, 1141–1170.
- Coe, R. S., Singer, B. S., Pringle, M. S., Zhao, X., 2004. Matuyama-Brunhes reversal and Kamikatsura event on Maui : paleomagnetic directions, $^{40}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ ages and implications. *Earth Planet. Sci. Lett.* 222(2), 667 – 684.
- Coey, J. M. D., Bouchez, R., van Dang, N., 1979. Ancient techniques. *Journal of Applied Physics* 50, 7772–7777.
- Constable, C., Korte, M., 2006. Is Earth's magnetic field reversing? *Earth Planet. Sci. Lett.* 246(1 ?2), 1 ?16.
- Constable, C., McElhinny, M., 1985. Holocene geomagnetic secular variation records from north-eastern australian lake sediments. *Geophys. J. R. Astro. Soc.* 81, 103–120.
- Constable, C., Tauxe, L., 1990. The bootstrap for magnetic susceptibility tensor. *J. Geophys. Res.* 95, 83–95.
- Conte-Fasano, G., Urrutia-Fucugauchi, J., Goguitchaichvili, A., Morales-Contreras, J., 2006. Low-latitude paleosecular variation and the time-averaged field during the late Pliocene and Quaternary ? Paleomagnetic study of the Michoacan-Guanajuato volcanic field, Central Mexico. *Earth Planets Space* 58, 1359–1371.
- Coombs, D. S., 1963. Trends and affinities of basaltic magmas and pyroxenes as illustrated on the diopside-olivine-silica diagrams. *Spec. Pap. lin. Soc. Am.* 1, 227.
- Courtillot, V., Gallet, Y., Le Mouél, J., Fluteau, F., Genevey, A., 2007. Are there connections between the Earth's magnetic field and climate ? *Earth Planet. Sci. Lett.* 253, 328 ?339.
- Courtillot, V., Le Mouél, J., 2007. The study of Earth's magnetism (1269-1950) : A foundation by Peregrinus and subsequent development of geomagnetism and paleomagnetism. *Reviews of Geophysics* 45, RG3008, doi :10.1029/2006RG000198.
- Creagh, D., Bradley, D., 2000. *Radiation in art and archeometry*. Elsevier Science B.V.

BIBLIOGRAPHIE

- Cuevas-García, M., 2007. Los incensarios efigie de Palenque : deidades y rituales mayas. Universidad Nacional Autónoma de México, Instituto de Investigaciones Filológicas.
- Cultrone, G., and E. Sebastian, C. R.-N., Cazalla, O., DelaTorre, M. J., 2001. Carbonate and silicate phase reactions during ceramic firing. *Eur. J. Mineral.* 13, 621–634.
- Darcque, P., Koukouli-Chryssanthaki, H., Malamidou, D., Treuil, R., Tsirtsoni, Z., 2007. Recent researches at the Neolithic settlement of Dikili Tash, Eastern Macedonia, Greece? : an overview, in H. Todorova, M. Stefanovich, G. Ivanov (eds), *The Struma/Strymon River Valley in Prehistory. Proceedings of the International Symposium -Strymon Praehistoricus-*, Kjustendil-Blago evgrad (Bulgaria) and Serres-Amphipolis (Greece) 27.09-1.10.2004, Sofia, 247–256.
- Day, R., Fuller, M., Schmidt, V. A., 1977. Magnetic hysteresis properties of synthetic titanomagnetite. *Phys. Earth Planet. Int.* 15, 260–266.
- De Marco, E., 2007. Complete magnetic and archaeomagnetic measurements in archaeological sites : contribution to the SVC for Greece. PhD thesis, Aristotle University of Thessaloniki.
- De Marco, E., Spassov, S., Kondopoulou, D., Zananiri, T., Gerofoka, E., 2008b. Archaeomagnetic study and dating of a Hellenistic site in Katerini (N. Greece). *Phys. Chem. Earth* 33, 481–495.
- De Marco, E., Spatharas, V., Gomez-Paccar, M., Chauvin, A., Kondopoulou, D., 2008a. New archaeointensity results from archaeological sites and variation of the geomagnetic field intensity for the last 7 millennia in Greece. *Phys. Chem. Earth* 33, 578–595.
- Dekkers, M. J., 1990. Magnetic monitoring of pyrrhotite alteration during thermal demagnetization. *Geophys. Res. Lett.* 17, 779–782.
- Dekkers, M. J., Böhnell, H. N., 2006. Reliable absolute paleointensities independent of magnetic domain state. *Earth Planet. Sci. Lett.* 248, 508–517.
- Dingley, D., 1984. Diffraction from sub-micron areas using back scattered ing. in scanning electron microscope. *Scanning Electron Microscopy* 2, 569–574.
- Dodson, M. H., McClelland, E., 1980. Magnetic blocking temperatures of simple domain grains during slow cooling. *J. Geophys. Res.* 85, 2625–2637.
- Donadini, F., Korhonen, K., Riisager, P., Pesonen, L., 2006. Database for holocene geomagnetic intensity information. *EOS, Transactions, American Geophysical Union* 87(14), 137.

- Donadini, F., Korte, M., Constable, C., 2009. Geomagnetic field for 0-3 ka : 1. New data sets for global modeling. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 10(6), Q06007,doi :10.1029/2008GC002295.
- Donadini, F., Korte, M., Constable, C., 2010. Millennial variations of the geomagnetic field : from data recovery to field reconstruction. *Space Sci. Rev.* 155, 219-246.
- Dumberry, M., Bloxham, J., 2007. Azimuthal flows in the Earth's core and changes in the length of day at millennial timescales. *Geophys. J. Int.* 165, 32-46.
- Dumberry, M., Finlay, C., 2007. Eastward and westward drift of the Earth's magnetic field for the last three millennia. *Earth Planet. Sci. Lett.* 254, 146-157.
- Dunlop, D. J., 1981. The rock magnetism of fine particules. *Phys. Earth Planet. Int.* 26, 1-26.
- Dunlop, D. J., Özdemir, O., 1997. *Rock Magnetism : Fundamentals and frontiers*. Cambridge University Press.
- Dyar, M. D., G., D., Grant, M. W. S. C. A., Sklute, E. C., 2006. Mössbauer spectroscopy of Earth and planetary materials. *Annu. Rev. Earth Planet. Sci.* 34, 83-125.
- Evans, A. L., 1970. Geomagnetic polarity in a late Tertiary lava sequence from the Akaroa volcano, New Zeland. *Geophys. J. R.* 21, 163-183.
- Eymin, C., Hulot, G., 2005. On core surface flows inferred from satellite magnetic data. *Phys. Earth Planet. Int.* 152, 200-220.
- Fabian, K., 2001. A theoretical treatment of paleointensity determination experiments on rocks containing pseudo-single or multi domain magnetic particles. *Earth Planet. Sci. Lett.* 188, 45-58.
- Fabian, K., Leonhardt, R., 2010. Multiple-specimen absolute paleointensity determination : An optimal protocol including pTRM normalization, domain-state correction, and alteration test. *Earth Planet. Sci. Lett.* 207, 84-94.
- Fanjat, G., Camps, P., Shcherbakov, V., Barou, F., Sougrati, M. T., Perrin, M., 2012a. Magnetic interactions at the origin of abnormal magnetic fabrics in lava flows : A case study from Kerguelen flood basalts. *Geophys. J. Int.* 189, doi : 10.1111/j.1365-246X.2012.05421.x.
- Fanjat, G., Shcherbakov, V., Camps, P., 2012b. Influence of magnetic interactions on the anisotropy of magnetic susceptibility : The case of single domain cluster aggregation. *Stud. Geophys. Geod.* 56(2), DOI : 10.1007/s11200-010-9097-7.

BIBLIOGRAPHIE

- Fassbinder, J. W. E., Stanjek, H., 1994. Magnetic properties of biogenic soil greigite (Fe_3S_4). *Geophys. Res. Lett.* 21(22), 2349–2352.
- Fisher, N. I., Lewis, T., Embelton, B. J. J., 1987. *Statistical analysis of spherical data.* Cambridge University Press.
- Fournier, A., Hulot, G., Jault, D., Kuang, W., Tangborn, A., Gillet, N., Canet, E., Aubert, J., Lhuillier, F., 2010. An introduction to data assimilation and predictability in geomagnetism. *Space Sci. Rev.* 155, 247–291.
- Fox, J. M. W., Aitken, M. J., 1980. Cooling-rate dependence of thermoremanent magnetization. *Nature* 283, 462–463.
- Gailitis, . A., Lielausis, O., Platacis, E., Dementev, S., Cifersons, A., Gerbeth, G., Gundrum, T., Stefani, F., Christen, M., Will, G., 2001. Magnetic field saturation in the Riga dynamo experiment. *Phys. Rev. Lett.* 86, 3024.
- Gaillot, P., de Saint Blanquat, M., Nédélec, A., Bouchez, J. L., 2002. Numerical modelling of magnetic susceptibility in ferromagnetic rocks : The role of magnetic interactions. Geological Society of America Meeting, Denver, USA, 52 pp.
- Gallet, Y., Genevey, A., Fluteau, F., 2005. Does Earth's magnetic field secular variation control centennial climate change? *Earth Planet. Sci. Lett.* 236, 339–347.
- Gallet, Y., Genevey, A., Le Goff, M., 2002. Three millennia of directional variation of the Earth's magnetic field in western Europe as revealed by archeological artefacts. *Phys. Earth Planet. Int.* 131, 81–89.
- Gallet, Y., Genevey, A., Le Goff, M., Fluteau, F., Eshraghi, S., 2006. Possible impact of the Earth's magnetic field on the history of ancient civilizations. *Earth Planet. Sci. Lett.* 246, 17–26.
- Gallet, Y., Genevey, A., Le Goff, M., Warmé, N., Gran-Aymerich, J., Lefèvre, A., 2009. On the use of archaeology in geomagnetism, and vice-versa : Recent developments in archaeomagnetism. *C. R. Physique* 10, 630–648.
- Genevey, A., Gallet, Y., 2002. Intensity of the geomagnetic field in western Europe over the past 2000 years : New data from ancient French pottery. *J. Geophys. Res.* 107, 2285, doi :10.1029/2001JB000701.
- Genevey, A., Gallet, Y., Constable, C. G., Korte, M., Hulot, G., 2008. ArcheoInt : An upgraded compilation of geomagnetic field intensity data for the past ten millennia and its application to the recovery of the past dipole moment. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 9, doi :10.1029/2007GC001881.

- Genevey, A., Gallet, Y., Margueron, J. C., 2003. Eight thousand years of geomagnetic field intensity variations in the eastern Mediterranean. *J. Geophys. Res.* 108, 2228, doi :10.1029/2001JB001612.
- Gilbert, W., 1600. *De Magnete*. Chiswick Press, London.
- GN-MEBA, 2004. *L'analyse EBSD : Principes et applications*. Edité par Jean-Louis Pouchou, EDP Sciences.
- Goldstein, J., Newbury, D., Echlin, P., Joy, D., Romig, A., Lyman, C., Fiori, C., Lifshin, E., 1992. *Scanning electron microscopy and X-Ray microanalysis* (second edition). Plenum Press, New York.
- Gonzalez, S., Sherwood, G., H.Boehnel, Schnepf, E., 1997. Palaeosecular variation in central Mexico over the last 30 000 years; the record from lavas. *Geophys. J. Int.* 130, 201–219.
- Gosselain, O., 1992. Bonfire of the Enquiries. Pottery firing temperatures, in archaeology : What for ? *Journal of Archaeological Science* 19, 243–259.
- Gratton, M., Goguitchaichvili, A., Conte, G., Shaw, J., Urrutia-Fucugauchi, J., 2005. Microwave paleointensity study of Jorullo Volcano (Central Mexico). *Geophys. J. Int.* 161, 627–634.
- Gubbins, D., 1975. Can the Earth's magnetic field be sustained by core oscillations ? *Geophys. Res. Lett.* 2, 409–412.
- Gubbins, D., Bloxham, J., 1985. Geomagnetic field analysis III. Magnetic fields on the core-mantle boundary. *Geophys. J. R. Astron. Soc.* 80, 695–713.
- Gubbins, D., Willis, A. P., Sreenivasan, B., 2007. Correlation of Earth's magnetic field with lower mantle thermal and seismic structure. *Phys. Earth Planet. Int.* 256-260, 162.
- Gutenberg, B., 1913. Über die konstitution des erdinnern, erschlossen aus erdbebenbeobachtungen. *Physik. Zeitschr* 14, :1217.
- Haggerty, S., 1976. *Oxidation of opaque mineral oxides in basalts*. Vol. 3. Mineral Soc. Am., Washington D. C.
- Halgedahl, S. L., Day, R., Fuller, M., 1980. The effect of cooling rate on the intensity of weak-field TRM in single-domain magnetite. *J. Geophys. Res.* 85, 3690–3698.

BIBLIOGRAPHIE

- Hampton, S. J., Cole, J. W., 2009. Lyttelton volcano, Banks Peninsula, New Zealand : Primary volcanic landforms and eruptive centre identification. *Geomorphology* 104, 284–298.
- Hargraves, R., Johnson, D., Chan, C., 1991. Distribution anisotropy : the cause of AMS igneous rocks? *Geophys. Res. Lett.* 18, 2193–2196.
- Henry, B., Plenier, G., Camps, P., 2003. Post-emplacement tilting of lava flows inferred from magnetic fabric study : the example of Oligocene lavas in the Jeanne d’Arc Peninsula (Kerguelen Islands). *J. Volcan. Geotherm. Res.* 127, 153–164.
- Hext, G., 1963. The estimation of second order tensor, with related tests and design. *Biomatrika* 50, 153–173.
- Hoffman, A. K., 1986. Transitional field behavior from southern hemisphere lavas : Evidence for two-stage reversals of the geodynamo. *Nature* 320, 228–232.
- Hoffman, A. K., 1991. Long-lived transitional states of the geodynamic field and the two dynamo families. *Nature* 354, 273–277.
- Hoffman, K., Singer, B., Camps, P., Hansen, L., Johnson, K., Clipperton, S., Carvallo, C., 2008. Stability of mantle control over dynamo flux since the mid-Cenozoic. *Phys. Earth Planet. Int.* 169, 20–27.
- Hongre, L., Hulot, G., Khokhlov, A., 1998. An analysis of the geomagnetic field over the past 2000 years. *Phys. Earth Planet. Int.* 106, 311 – 335.
- Hrouda, F., 1982. Magnetic anisotropy of rocks and its application in geology and geophysics. *Geol. Surv.* 22, 50–62.
- Hulot, G., Eymin, C., Langlais, B., Mandea, M., Olsen, N., 2002. Small-scale structure of the geodynamo inferred from Oersted and Magsat satellite data. *Nature* 416, 620–623.
- Hulot, G., Lhuillier, F., Aubert, J., 2010. Earth’s dynamo limit of predictability. *Geophys. Res. Lett.* 37, L06305, doi :10.1029/2009GL041869.
- Hunt, C., Moskowitz, B., Barnejee, S., 1995. Magnetic properties of rock and minerals. In : *Rock physics and phase relations, A handbook of Physical constants*. American Physcal Union, washington, 189–204.
- Jackson, A., Finlay, C. C., 2007. *Geomagnetic Secular Variation and its Application to the core*. Vol. 6 : Geomagnetism. Elsevier Amsterdam.

- Jackson, A., Jonkers, A. R. T., Walker, M. R., 2000. Four centuries of geomagnetic secular variation from historical records. *Philos. Trans. R. Soc. London Ser. A* 358, 957–990.
- Jelinek, V., 1978. Statistical processing of magnetic susceptibility measured on groups of specimens. *J. Geomagn. Geoelectr.* 22, 50–62.
- Jelinek, V., 1981. Characterization of the magnetic fabric of rocks. *Tectonophysics* 79, 63–67.
- Jonkers, R. T., 2008. The pursuit of magnetic shadows : The formal-empirical dipole field of early-modern geomagnetism. *Centaurus* 50(3), 254–289.
- Jonkers, R. T., Jackson, A., Murray, A., 2003. Four centuries of geomagnetic data from historical records. *Rev. Geophys.* 41, 1006, doi :10.1029/2002RG000115.
- Josephson, B. D., 1962. Possible new effects in superconducting tunnelling. *Physics Letters* 1, 251–253.
- Kirschvink, J. L., 1980. The least-squares line and plane and the analysis of paleomagnetic data. *Géophys. J. R. Astr. Soc* 62, 699–718.
- Knight, M., Walker, G., 1988. Magma flow directions in dikes of the Koolau Complex, Oahu, determined from magnetic fabric studies. *J. Geophys. Res.* 93, 4301–4319.
- Kok, Y., Tauxe, L., 1996. Saw-toothed pattern of relative paleointensity records and cumulative viscous remanence. *Earth Planet. Sci. Lett.* 137, 95–99.
- Kono, M., 2007. *Geomagnetism in perspective. Vol. 7 : Geomagnetism.* Elsevier Amsterdam.
- Kontny, A., Vahle, C., Wall, H. D., 2003. Characteristic magnetic behavior of subaerial and submarine lava units from the Hawaiian Scientific Drilling Project (HSDP-2). *Geochem. Geophys. Geosyst.* 4(2), 8703, doi :10.1029/2002GC000304.
- Korhonen, K., Donadini, F., Riisager, P., Pesonen, L. J., 2008. GEOMAGIA50 : An archeointensity database with PHP and MySQL. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 9, Q04029, doi :10.1029/2007GC001893.
- Korte, M., Constable, C. G., 2003. Continuous global geomagnetic field models for the past 3000 yrs. *Phys. Earth Plan. Int.* 140, 75–89.
- Korte, M., Constable, C. G., 2005. Continuous geomagnetic field models for the past 7 millennia : 2. CALS7K. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 6, 4301–4319.

BIBLIOGRAPHIE

- Korte, M., Constable, C. G., 2008. Spatial and temporal resolution of millennial scale geomagnetic field models. *J. Adv. Space Res.* 41, 57–69.
- Korte, M., Constable, C. G., 2011. Improving geomagnetic field reconstructions for 0-3 ka. *Phys. Earth Plan. Int.* 188, 247–259.
- Korte, M., Constable, C. G., Donadini, F., Holme, R., 2011. Reconstructing the Holocene geomagnetic field. *Earth Plan Sci. Lett.* 312, 497–505.
- Korte, M., Genevey, A., Constable, C. G., Frank, U., Schnepp, E., 2005. Continuous geomagnetic field models for the past 7 millennia : 1. A new global data compilation. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 6, doi :10.1029/2004GC000800.
- Korte, M., Holme, R., 2010. On the persistence of geomagnetic flux lobes in global Holocene field models. *Phys. Earth Plan. Int.* 182, 179–186.
- Kovacheva, M., Boyadziev, Y., Kostadinova-Aramova, M., Jordanova, N., Donadini, F., 2009. Updated archeomagnetic data set of the past 8 millennia from the Sofia laboratory, Bulgaria. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 10, doi :10.1029/2008GC002347.
- Kovacheva, M., Jordanova, I. H. N., Kostadinova, M., Gigov, V., 2004. Archaeomagnetic dating of archaeological sites from Switzerland and Bulgaria. *J. Archeol. Sci.* 31, 1463–1479.
- Kovaltsov, G., Usoskin, I., 2007. Regional cosmic ray induced ionization and geomagnetic field changes. *Adv. Geosci.* 13, 31–35.
- Kutzner, G., Christensen, U. R., 2004. Simulated geomagnetic reversals and preferred virtual geomagnetic pole paths. *Geophys. J. Int.* 157, 1105–1018.
- Laj, C., Mazaud, A., Weeks, R., Fuller, M., Emilio-Bervera, E., 1991. Geomagnetic reversal paths. *Nature* 351, 447.
- Lanos, P., Le Goff, M., Kovacheva, M., Schepp, E., 2005. Hierarchical modelling of archaeomagnetic data and curve estimation by moving average technique. *Geophys. J. Int.* 160, 440–476.
- Le Roy Ladurie, E., 2004. Histoire humaine et comparée du climat. Canicules et glaciers XIIIe–XVIIIe siècles. Fayard ed.
- Lehmann, I., 1936. *P*? Bureau Central Sismologique International 14, 87–115.
- Leonhardt, R., Fabian, K., 2007. Paleomagnetic reconstruction of the global geomagnetic field evolution during the Matuyama/Brunhes transition : iterative Bayesian inversion and independent verification. *Earth Planet. Sci. Lett.* 253, 172–195.

- Leonhardt, R., Heunemann, C., Krása, D., 2004. Analysing absolute paleointensity determinations : Acceptance criteria and the software Thelliertool 4.0. *Geochem. Geophys. Geosyst* 5, Q12016, doi :10.1029/2004GC000807.
- Leonhardt, R., Soffel, H. C., 2002. A reversal of the Earth's magnetic field recorded in mid-Miocene lava flows of Gran Canaria : Paleointensities. *Geochem. Geophys. Geosyst* 107(B11), doi :10.1029/2001JB000949.
- Lesur, V., Wardinski, I., Hamoudi, M., Rother, M., 2010. The second generation of the GFZ Reference Internal Magnetic Model-GRIMM-2. *Earth Planets and Space* 62(10), 765–773.
- Lesur, V., Wardinski, I., Rother, M., Mandeau, M., 2008. GRIMM : the GFZ Reference Internal Magnetic Model based on vector satellite and observatory data. *Geophys. J. Int.* 173(2), 382–394.
- Lienert, B., 1991. Monte Carlo simulation on errors in the anisotropy of magnetic susceptibility : a second-rank symmetric tensor. *J. Geophys. Res.* 96, 19539–19544.
- Lifton, N., Smart, D., Shea, M., 2008. Scaling time-integrated in situ cosmogenic nuclide production rates using a continuous geomagnetic model. *Earth Planet. Sci. Lett.* 268, 90–201.
- Liritzis, Y., 1989. Greek archaeointensities ; some aspects of reliability and geophysical implications. *Earth, Moon, Planets* 47, 1–13.
- Lodge, A., Holme, R., 2008. Towards a new approach to archeomagnetic dating in Europe using geomagnetic field modeling. *Archaeometry* 50, 309–322.
- López-Téllez, J. M., Aguilar-Reyes, B., Morales, J., Goguitchaichvili, A., Calvo-Rathert, M., Urrutia-Fucugauchi, J., 2008. Magnetic characteristics and archeointensity determination on Mesoamerican Pre-Columbian pottery from Quiahuiztlan, Veracruz, Mexico. *Geofísica Internacional* 47(4), 329–340.
- Lowrie, W., 1990. Identification of ferromagnetic minerals in a rock by coercivity and unblocking temperature properties. *Geophys. Res. Lett.* 17, 159–162.
- Lowrie, W., Fuller, M., 1971. On the alternating field demagnetization characteristics of multidomain thermoremanent magnetization in magnetite. *J. Geophys. Res* 76, 6339–6349.
- Loyd, G., 1985. Review of instrumentation , techniques and applications of SEM in mineralogy. Application of electron microscopy in Earth Sciences. Mineralogical Association of Canada short courses 11, 151–188.

BIBLIOGRAPHIE

- Maggetti, M., 1981. Composition of roman pottery from Lousonna (Switzerland). In : Hughes, M.J. (Ed.), *Scientific Studies in Ancient Ceramic*. British Museum Occasional Papers 19, 33–49.
- Mandea, M., Holme, R., Pais, A., Pinheiro, K., Jackson, A., Verbanac, G., 2010. Geomagnetic jerks : Rapid core field variations and core dynamics. *Space Sci. Rev.*, DOI 10.1007/s11214-010-9663-x.
- Maritan, L., Nodari, L., Mazzoli, C., Milano, A., Russo, U., 2006. Influence of firing conditions on ceramic products : experimental study on clay rich in organic matter. *Applied Clay Science* 31, 1–15.
- Marsh, N., Svensmark, H., 2000. Low cloud properties influenced by cosmic ray. *Phys. Rev. Lett.* 85, 5004–5007.
- McCammion, C. A., 1995. Mössbauer spectroscopy of minerals. In : *Mineral Physics and Crystallography*. Amer. Geophysical Union : Washington (D.C).
- McClelland-Brown, E., 1984. Experiments on trm intensity dependence on cooling rate. *J. Geophys. Res. Lett.* 11, 205–208.
- McFadden, P. L., Merrill, R. T., 1996. Sawtooth paleointensity and reversals of the geomagnetic field. *Phys. Earth Planet. Int.* 103, 247–252.
- Merle, O., 1998. Internal strain within lava flows from analogue modelling. *J. Volcan. Geotherm. Res.* 81, 189–206.
- Merrill, R. T., McFadden, P. T., 1999. Geomagnetic polarity transitions. *Rev. Geophys.* 37, 201–226.
- Meynadier, L., Valet, J., Bassinot, F., Shackleton, N., Guyodo, Y., 1994. Asymmetrical saw-tooth pattern of the geomagnetic field intensity from equatorial sediments in the Pacific and the Indian oceans. *Earth Planet. Sci. Lett.* 126, 109–127.
- Michalk, D. M., Biggin, A. J., Knudsen, M. F., Bönhnel, H. N., Nowaczyk, N. R., Ownby, S., Lopez-Martinez, M., 2010. Application of the multispecimen paleointensity method : Pleistocene lava flows from the Trans-Mexican Volcanic Belt. *Phys. Earth Planet. Int.* 179, 139–156.
- Michalk, D. M., Muxworthy, A., Bönhnel, H. N., Maclennan, J., Nowaczyk, N., 2008. Evaluation of the multispecimen parallel differential ptrm method : A test on historical lavas from Iceland and Mexico. *Geophys. J. Int.* 173, 409–420.

- Morales, J., Goguitchaichvili, A., Acosta, G., González-Moràn, T., Alva-Valdivia, L., Robles-Camacho, J., Hernández-Bernal, M., 2009. Magnetic properties and archeointensity determination on Pre-Colombian pottery from Chiapas, Mesoamerica. *Earth Planet Space Special issue "Magnetism of Volcanic Materials, Tribute to Works of Michel Prévot*, doi :10.19EPS2364.10.29.
- Morales, J., Goguitchaichvili, A., Urritia-Fucucgauchi, J., 2001. A rock magnetic and paleointensity study of some Mexican volcanic lava flows during the Latest Pleistocene to the Holocene. *Earth Planets Space* 53, 893–902.
- Moroni, B., Conti, C., 2006. Technological features of Renaissance pottery from Deruta (Umbria, Italy) : An experimental study. *Applied Clay Science* 33, 230–246.
- Murad, E., Wagner, U., 1989. Pure and impure clays and their firing products. *Hyperfine Interactions* 45, 161–177.
- Murad, E., Wagner, U., 1998. Clays and clay minerals : The firing process. *Hyperfine Interactions* 117, 337–356.
- Muxworthy, A. R., Ji, X., Ridley, V., Pan, Y., Chang, L., Wang, L., Roberts, A. P., 2011. Multi-protocol paleointensity determination from middle Brunhes Chron volcanics, Datong Volcanic Province, China. *Phys. Earth Planet. Int.* 187, 188–198.
- Nagata, T., Arai, Y., Momose, K., 1963. Secular variation of the geomagnetic total force during the last 5000 years. *J. Geophys. Res* 68, 5277–5282.
- Nagata, T., Kobayashi, K., Schwartz, E., 1965. Archeomagnetic intensity studies of South and Central America. *J. Geomagn. Geoelectr.* 17, 399–405.
- Néel, L., 1955. Some theoretical aspects in rock magnetism. *Adv. Phys.*, 191–243.
- Néel, L., 1949. Théorie du trainage magnétique des ferromagnétiques en grains fins avec application aux terres cuites. *Ann. Géophys.* 5, 99–136.
- Ogg, J. G., Smith, G., 2004. The geomagnetic time scale. In : *A Geologic time scale*. Cambridge University Press, Cambridge.
- Oldham, R. D., 1906. The constitution of the interior of the Earth as revealed by earthquakes. *Quaternary Journal of Geological Society of London* 62, 456.
- Olsen, N., Holme, R., Hulot, G., Sabaka, T., Neubert, T., Tofner-Clausen, L., Primdahl, F., Jorgensen, J., Léger, J.-M., Barraclough, D., Bloxham, J., Cain, J., Constable, C., Golovkov, V., Jackson, A., Kotzé, P., Langlais, B., Macmillan, S., Manda, M., Merayo, J., Newitt, L., Purucker, M., Risbo, T., M. Stampé A. Thomson, C. V., 2000. Orsted initial field model. *Geophys. Resear. Lett.* 27, 3607–3610.

BIBLIOGRAPHIE

- Olsen, N., Luhr, H., Sabaka, T. J., Mandea, M., Rother, M., Toffner-Clausen, L., Choi, S., 2006. CHAOS : a model of the Earth's magnetic field derived from CHAMP, Orsted, and SAC-C magnetic satellite data. *Geophys. J. Int.* 166, 67–75.
- Olsen, N., Mandea, M., Sabaka, T. J., Toffner-Clausen, L., 2009. CHAOS-2 : A magnetic field model derived from one decade of continuous satellite data. *Geophys. J. Int.* 179 (3), 1477–1487.
- Olson, P., Amit, H., 2006. Changes in Earth's dipole. *Naturwissenschaften* 93 :519–542, doi.org/10.1007/s00114-006-0138-6.
- Olson, P., Coe, R. S., Driscoll, P., Glatzmaier, G., Roberts, P., 2010. Geodynamo reversal frequency and heterogeneous core-mantle boundary heat flow. *Phys. Earth. Planet. Int.* 180, 66–79.
- Olson, P., Driscoll, P., Amit, H., 2009. Dipole collapse and reversal precursors in a numerical dynamo. *Phys. Earth Planet. Int.* 173, 121 – 140.
- Olson, P., Glatzmaier, G. A., Coe, R. S., 2011. Complex polarity reversals in a geodynamo model. *Earth Planet. Sci. Lett.* 304, 168 – 179.
- O'Reilly, W., 1984. *Rock and mineral magnetism*. Blackie.
- Pavlov, V., Gallet, Y., 2005. A third superchron during the early Paleozoic. *Episodes* 28, 1–7.
- Pavón-Carrasco, F. J., Osete, M. L., Torta, J. M., 2010. Regional modelling of the geomagnetic field in Europe from 6000 to 1000 B.C. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 11, Q11008, doi :10.1029/2010GC003197.
- Pavón-Carrasco, F. J., Osete, M. L., Torta, J. M., Gaya-Piqué, L., 2009. A regional archaeomagnetic model for Europe for the last 3000 years, SCHA.DIF.3K : applications to archaeomagnetic dating. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 10(3), Q03013, doi :10.1029/2008GC002244.
- Pike, R. P., Roberts, A. P., Verosun, K. L., 1999. Characterizing interactions in fine magnetic particle systems using first order reversal curves. *J. Appl. Phys.* 85, 6660–6667.
- Pineda-Durán, M., Goguitchaichvili, A., Morales, J., Reyes, B. A., Alva-Valdivia, L. M., Oliveros-Morales, A., Calvo-Rathert, M., Moran, T. G., Robles-Camacho, J., 2010. Magnetic properties and archeointensity of Earth's magnetic field recovered from el opeño, earliest funeral architecture known in western Mesoamerica. *Stud. Geophys. Geod.* 54, 575–593.

- Pineda-Durán, M., Morales, J., , and A. Goguitchaichvili, B. A. R., 2011. Determinacion de arqueointensidades sobre vestigios de cerámica del sitio arqueológico de Capacha (occidente de Mexico) : en busca de afinidad con otras culturas mesoamericanas. *Latinmag Letters* 1, Special Issue, 1–5.
- Plenier, G., Camps, P., Henry, B., Ildefonse, B., 2005. Determination of flow directions by combining ams and thin-section analyses : implications for Oligocene volcanism in the Kerguelen Archipelago (southern Indian Ocean). *Geophys. J. Int.* 160, 63–78.
- Plenier, G., Camps, P., Henry, B., Nicolaysen, K., 1994. Paleomagnetic study of Oligocene (24–30 Ma) lava flows from the Kerguelen Archipelago (southern Indian Ocean) : directional analysis and magnetostratigraphy. *Geophys. J. Int.* 79, 668–674.
- Potter, D., Stephenson, A., 1988. Single-domains particles in rocks and magnetic fabric analysis. *Geophys. Res. Lett.* 15, 1097–1100.
- Prévost-Dermarkar, S., 2002. Les foyers domestiques en Égée au Néolithique et à l'Age du Bronze. *Civilisations* 49 (1-2), 223–237.
- Prior, D., Boyle, A., Brenker, F., Cheadle, M., Day, A., Lopez, G., Peruzzo, L., Potts, G., Reddy, S., Spiess, R., Timms, N., Trimby, P., Wheeler, J., Zetterström, L., 1999. The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the sem to textural problems in rocks. *Am. Miner.* 84, 1741–1759.
- Prévot, M., 1981. Some aspects of magnetic viscosity on subaerial and submarine volcanic rocks. *Geophys. J. R. Astr. Soc.* 66, 169–192.
- Prévot, M., Camps, P., 1993. Absence of preferred longitude sectors for pole from volcanic records of geomagnetic reversals. *Nature* 366, 53–57.
- Prévot, M., Coe, R. S., Grommé, S., 1985. The Steen Mountain (Oregon) geomagnetic polarity transition ; 2. Field intensity variations and discussion of reversal models. *J. Geophys. Res.* 90, 10 417–10448.
- Rands, R., 2007. Chronological chart and overview of development of ceramics at Palenque. AltaMira Press.
- Rathossi, C., Pontikes, Y., 2010. Effect of firing temperature and atmosphere on ceramics made of NW Peloponnese clay sediments. Part i : Reaction paths, crystalline phases, microstructure and colour. *Journal of the European Ceramic Society* 30, 1841–1851.
- Rathossi, C., Tsolis-Katagas, P., Katagas, C., 2011. Thermal behaviour of "Metamorphic Vermiculite" in Ca-rich ancient ceramic sherds and experimental ceramics. *Mineralogical Magazine* 74(4), 747–771.

BIBLIOGRAPHIE

- Ricciardi, P., Nodari, L., Gualtieri, S., DeSimone, D., Fabbri, B., Russo, U., 2008. Firing techniques of black slipped pottery from Nepal (12th-3rd century BC) : The role of Mössbauer spectroscopy. *J. Cult. Herit* 9(3), 261–268.
- Rice, P. M., 1999. Rethinking classic lowland Maya pottery censers. Vol. 10. Cambridge University Press.
- Rivas-Sanchez, M., Alva-Valdivia, L., Arenas-Alatorre, J., Urrutia-Fucugauchi, J., Perrin, M., Goguitchaichvilin, A., Ruiz-Sandoval, M., Molina, M. A. R., 2009. Natural magnetite nanoparticles from an iron-ore deposit : size dependence on magnetic properties. *Earth Planets Space* 61, 151–160.
- Roberts, A. P., Pike, R. P., Verosun, K. L., 2000. First order reversal curve diagrams : a new tool for characterizing the magnetic properties of natural sample. *J. Geophys. Res.* 105, 28461–28475.
- Rochette, P., Aubourg, C., Perrin, M., 1999. Is this magnetic fabric normal ? a review and case studies in volcanic formations. *Tectonophysics* 307, 219–234.
- Roggwiller, P., Kundig, W., 1973. Mossbauer spectra of superparamagnetic Fe_3O_4 . *Solid State Communications* 12, 901–903.
- Román, M. E. S., 2005. El Clásico Temprano en Palenque a través de su cerámica. *Lakamhá Museo de sitio y zona Arqueologica de Palenque, Chiapas, Mexico*, 3–8.
- Roque, C., Guibert, P., Vartanian, E., Bechtel, F., Treuil, R., Darcque, P., Koukoulis-Chryssanthaki, H., D., D. M., 2002. The chronology of the Neolithic sequence at Dikili Tash, Macedonia, Greece : TL dating of domestic ovens. *Archaeometry* 44(4), 613–633.
- Runcorn, S. K., 1992. Polar path in geomagnetic reversal. *Nature* 356, 654–656.
- Sabaka, T. J., Olsen, N., Purucker, M. E., 2004. Extending comprehensive models of the Earth's magnetic field with Orsted and CHAMP data. *Geophys. J. Int.* 152, 200–220.
- Schmidt, N., Olesen, N., 1989. Computer-aided determination of crystal-lattice orientation from electron-channeling patterns in the sem. *Canadian Mineralogist* 27, 15–22.
- Schneider, G., Knoll, H., Gallis, K., Demoule, J., 1991. Transition entre les cultures néolithiques de Sesklo et Dimini : recherches minéralogiques, chimiques, et technologiques sur la céramique et les argiles. *Bulletin de Correspondance Helléniques* 115, 1–64.
- Selkin, P., Tauxe, L., 2000. Long term variations in palaeointensity. *Philos. Trans. R. Soc. A : Math. Phys. Eng. Sci.* 358 (1768), 1065–1088.

- Senanayake, W., McElhinny, M., 1982. The effects of heating on low-temperature susceptibility and hysteresis properties of basalts. *Phys. Earth Planet. Int.* 30, 317–321.
- Shaw, J., 1974. A new method of determining the magnitude of the paleomagnetic field application to 5 historic lavas and five archeological samples. *Geophys. J. R. astr. Soc.* 99, 133– 141.
- Shcherbakov, V. P., McClelland, E., Shcherbakova, V., 1993. A model of multidomain thermoremanent magnetization incorporating temperature-variable domain structure. *J. Geophys. Res.* 98, 6201– 6216.
- Shcherbakov, V. P., Shcherbakova, V., 2003. On the suitability of the Thellier method of paleointensity determinations on pseudo-single-domain and multidomain grains. *Geophys. J. Int.* 146, 20– 30.
- Sherwood, G. J., Shaw, J., 1986. Paleointensity determinations on the Miocen of New Zeland. *J. Geomag. Geoelectr.* 38, 1331–1338.
- Singer, B., Hoffman, K. S., Coe, R. A., Brown, L. S., Jicha, B. L., Pringle, M. R., Chauvin, A., 2005. Structural and temporal requirements for geomagnetic field reversal deduced from lava flows. *Nature* 434, 633 – 636.
- Spasov, S., Valet, J., Kondopoulou, D., Zananiri, I., Casas, L., Goff, M. L., 2010. Rock magnetic property and paleointensity determination on historical santorini lava flows. *Geoch. Geophys. Geosyst.* 11, Q07006, doi :10.1029/2009GC003006.
- Spatharas, V., Kondopoulou, D., Aidona, E., Efthimiadis, K. G., 2011. New magnetic mineralogy and archaeointensity results from Greek kilns and baked clays. *Stud. Geophys. Geod.* 55, 132–157.
- Speight, R., 1924. The basic volcanic rocks of Banks Peninsula. *Res. Canterbury Mus.* 2, 239–267.
- Stephenson, A., 1994. Distribution anisotropy : two simple models for magnetic lineation and foliation. *Phys. Earth Planet. Int.* 25, 49–53.
- Stieglitz, R., Müller, U., 2001. Experimental demonstration of a homogeneous two-scale dynamo. *Physics of fluid* 13, 561.
- Stipp, J. J., McDougall, I., 1968. Geochronology of the Banks peninsula volcanoes, New Zeland. *NZ J Geol. Geophy.* 11, 1239–1260.
- Stratouli, G., Bekiaris, G., 2008. Avgi Kastorias : Data from the biography of the Neolithic settlement. *Proceedings of the 22nd AEMTH* in press.

BIBLIOGRAPHIE

- Tarling, D. H., Hrouda, F., 1993. The magnetic anistropy of rocks. Chapman and Hall, London.
- Tauxe, L., 2008. Paleomagnetic Principles and Practice. Kluwer Academic Publisher.
- Tema, E., Goguitchaichvili, A., Camps, P., 2010. Archaeointensity determinations from Italy : new data and the Earth's magnetic field strength variation over the past three millennia. *Geophys. J. Int.* 180, 596–608.
- Tema, E., Kondopoulou, D., 2011. Secular variation of the Earth's magnetic field in the Balkan region during the last eight millenia based on archeomagnetic data. *Geophys. J. Int.*, doi : 10.1111/j.1365-246X.2011.05088.x.
- Thellier, E., Thellier, O., 1944. Recherches géomagnétiques sur les coulées volcaniques d'Auvergne. *Ann. Géophys.* 1, 37–52.
- Thellier, E., Thellier, O., 1959. Sur l'intensité du champ magnétique terrestre dans le passé historique et géologique. *Ann. Géophys.* 15, 285–376.
- Thomas, R., 1981. Archaeomagnetism of Greek pottery and Cretan kilns. PhD thesis, University of Edinburgh.
- Thomas, R., 1983. Summary of prehistoric archaeointensity data from Greece and Eastern Europe, in *Geomagnetism of Baked Clays and Recent Sediments*. eds Creer, K.M., Tucholka, P. Barton, C.E., Elsevier, Amsterdam.
- Timm, C., Hoernle, K., den Bogaard, P. V., Bindeman, I., Weaver, S., 2009. Geochemical evolution of intraplate volcanism at Banks Peninsula, New Zealand : Interaction between asthenospheric and lithospheric melts. *Journal of Petrology* 50, 989–1023.
- Treuil, R., 1992. La stratigraphie et la chronologie : II. les datations par le C14, in Treuil R. (éd.), *Dikili Tash, village préhistorique de Macédoine orientale, I. Fouilles de Jean Deshayes (1961-1975)*, vol.1. *Bulletin de Correspondance Hellénique Supplément XXIV*, Athènes, 33–37.
- Turner, G. M., Rasson, J. L., Reeves, C. V., 2007. Observation and measurement techniques. Vol. 6 : *Geomagnetism*. Elsevier Amsterdam.
- Usoskin, I., Korte, M., Kovaltsov, G., 2008. Role of centennial geomagnetic changes in local atmospheric ionization. *Geophys. Res. Lett.* 35, L05811. doi :10.1029/2007GL033040.
- Valet, J. P., Meynadier, L., Guyodo, Y., 2005. Geomagnetic dipole strength and reversal rate during the past two million years. *Nature* 435, 802–805.

- Valet, J. P., Tucholka, P., Courtillot, V., Meynadier, L., 1992. Paleomagnetic constraints on the geometry of the geomagnetic field during reversals. *Nature* 356, 400–407.
- Veitch, R. J., Hedley, I. G., Wagner, J. J., 1984. An investigation of the intensity of the geomagnetic field during roman times using magnetically anisotropic bricks and tiles. *Arch. Sc. Genève* 37, 359–373.
- Wagner, U., Gebhard, R., G.Grosse, T.Hutzelmann, Riederer, E. J., Shimada, I., Wagner, F., 1998a. Clay : An important raw material for prehistoric man. *Hyperfine Interactions* 117, 323–335.
- Wagner, U., Gebhard, R., Murad, E., Grosse, G., Riederer, J., Shimada, I., Wagner, F., 1998b. Fromative ceramics from the Andes and their production : A Mössbauer study. *Hyperfine Interactions* 110, 165–176.
- Walton, D., 1980. Time-temperature relations in the magnetization of assemblies of single domain grains. *Nature* 286, 245–247.
- Walton, D., Share, J., Rolph, T., Shaw, J., 1993. Microwave magnetisation. *Geophys. Res. Lett.* 20, 109–111.
- Wardinski, I., Korte, M., 2008. The evolution of the core-surface flow over the last seven thousand years. *J. Geophys. Res.* 113, B05101, doi :10.1029/2008JB005024.
- Weaver, S. D., Smith, I. E. M., 1989. *New Zealand Intraplate Volcanism*. Cambridge University Press.
- Wicht, J., Tilgner, A., 2010. Theory and modeling of planetary dynamos. *Space Sci. Rev.* 152, 501–542.
- Wood, B. J., Walter, M. J., Wade, J., 2006. Accretion of the Earth and segregation of its core. *Nature* 441, 825–833.
- Xu, S., Dunlop, D. J., 1995. Toward a better understanding of the Lowrie Fuller test. *J. Geophys. Res.* 100, 22533–22542.
- Zijderveld, J. D. A., 1967. *A.C. demagnetization of rocks : analysis of results, Method in paleomagnetism*. Chapman and Hall.

Annexe

A Méthodologie, de l'échantillonnage à la mesure de l'aimantation rémanente

A.1 L'échantillonnage

Prélèvement des échantillons

L'échantillonnage consiste à prélever plusieurs échantillons orientés sur un affleurement ou site archéologique sous forme de carottes ou blocs orientés. Malgré la plus grande attention portée, l'erreur sur l'orientation de la carotte est de l'ordre d'un degré. Ceci implique le prélèvement de N échantillons afin d'augmenter la précision (en \sqrt{N}). Dans notre cas, N est de 7 au minimum si possible par unité, ce qui constitue un compromis entre la précision et le temps de travail. Les carottes sont prélevées à l'aide d'une foreuse à essence ou électrique, munit d'un foret aimantique afin d'éviter toute perturbation sur l'aimantation naturelle.

Orientation des carottes

Après avoir foré les carottes, l'étape suivante consiste à les orienter. Pour cela on place la boussole horizontalement et on mesure l'azimut de la carotte par rapport au nord magnétique ainsi que l'inclinaison. Cette mesure doit ensuite être corrigée de l'anomalie magnétique régionale prédite par l'IGRF. Néanmoins, il existe également des anomalies locales qui viennent s'ajouter. Par conséquent, une visée par rapport à un point géographique remarquable (et localisable sur une carte topographique) et/ou une visée du soleil (Fig. A1) s'avèrent beaucoup plus précises lors de l'échantillonnage. Ces visées permettent ensuite de corriger l'azimut magnétique afin d'obtenir un azimut géographique précis. Grâce à un vernier on relève également l'inclinaison de la carotte par rapport à l'horizontale.

On fixe ensuite un repère orthogonal 'carotte' (x, y, z) . L'orientation sur le terrain de la carotte permet ensuite de passer du repère carotte au repère géographique comme l'illustre la figure A2. La carotte est ensuite divisée en plusieurs spécimens de 1 inch de diamètre et 2,2 cm de hauteur. Les données que nous obtenons en laboratoire sont dans le système de coordonnées de l'échantillon. Il faut donc ensuite transformer ces résultats

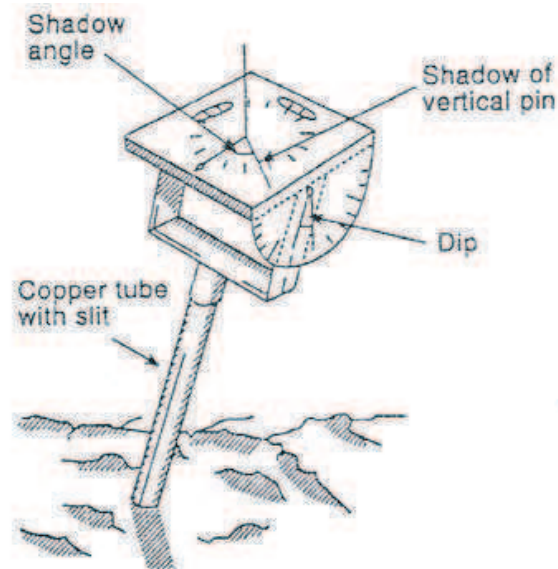


FIGURE A1 – Méthode d'orientation de la carotte prélevée en utilisant une boussole et un outil orienteur. La visée solaire permet ensuite de corriger l'orientation de la carotte des anomalies magnétiques locales et de travailler dans un repère géographique. (Tauxe, 2008)

dans le système de coordonnées géographiques.

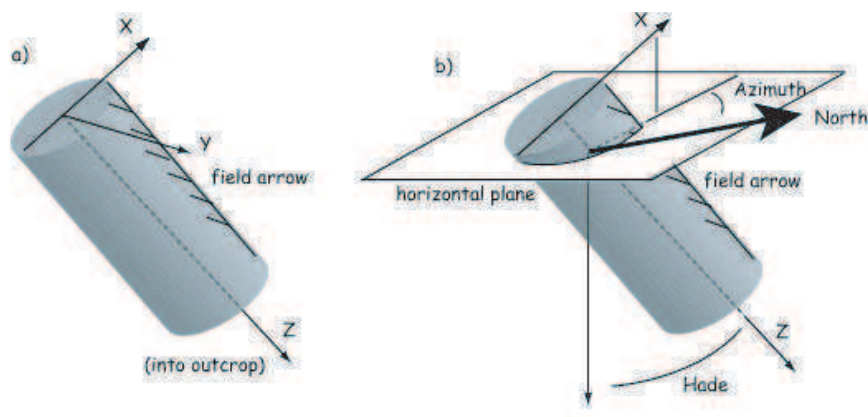


FIGURE A2 – Orientation des coordonnées carotte (x,y,z) par rapport aux coordonnées géographiques. (Tauxe, 2008)

A.2 Susceptibilité magnétique à haute et basse température

La première expérience réalisée avant toute étude paléomagnétique consiste à mesurer l'évolution de la susceptibilité magnétique en champ faible en fonction de la température (-195°C à 600). Ces mesures sont réalisées en routine au moins pour un échantillon par unité. Elles permettent une identification sommaire de la minéralogie magnétique et de mettre en évidence les modifications éventuelles des propriétés magnétiques au cours de la chauffe. Pour cela, j'ai utilisé un cryostat (CS-L) à basses températures et à hautes températures un four CS-3 sous Argon (pour minimiser l'oxydation), le tout couplé à un

A.3 Détermination des paléodirections

susceptibilité Kappabridge KLY-3 (Agico, Czech Republic). Les basses températures sont atteintes par azote liquide. Senanayake and McElhinny (1982); Camps et al. (2011) ont montré que la forme de la courbe de la termosusceptibilité permet de déterminer à la fois la chimie mais permet aussi d'avoir une idée sur la taille des grains appartenant à la série des titanomagnétites.

A.3 Détermination des paléodirections

Il faut ensuite mesurer les différentes composantes du champ magnétique enregistrées par les roches. Pour cela, on utilise différents types de magnétomètre.

Mesure de l'aimantation rémanente

Inductomètre à rotation L'appareil le plus courant est le magnétomètre de type *spinner* (JR-5A) ainsi nommé car l'échantillon aimanté est soumis à une forte rotation (100-400 Hz) au sein d'une bobine, ce qui engendre une force électromotrice directement proportionnelle à l'aimantation. Celle-ci est mesurée dans les trois axes (x, y, z) du spécimen, ce qui permet d'obtenir le moment magnétique. En général on mesure 5 positions ($x, -x, y, -y$ et 4 fois z) pour augmenter la précision des mesures, avec une résolution maximale de 10^{-9}Am^2 .

Magnétomètre cryogénique J'ai également utilisé un magnétomètre cryogénique 2G, dont le fonctionnement est basé sur la technologie des SQUID (Superconducting Quantum Interference Device). Pour comprendre comment fonctionne ce magnétomètre, il faut tout d'abord s'appuyer sur un peu de théorie.

Fonctionnement théorique des SQUID

Pour aborder le sujet commençons par le SQUID : supraconductivité et quantification du flux magnétique. Certains matériaux, lorsqu'ils sont refroidis au-dessous d'une température critique T_k , deviennent capables de conduire le courant sans aucune résistance : c'est la supraconductivité. Elle fut observée pour la première fois sur du Mercure par Heike Kamerling Onnes, découverte qui lui a valu le prix Nobel en 1911. Mais ce n'est qu'en 1957 que le phénomène fut expliqué. Dans les matériaux 'classiques', la résistance provient de l'interaction entre les électrons et le réseau cristallin. Dans les matériaux supraconducteurs, à $T < T_k$, les vibrations du réseau cristallins disparaissent et deux électrons de spins et moments opposés (paire de Cooper) peuvent se déplacer dans le réseau sans aucune résistance. En plus de la température, il existe un champ magnétique critique \mathbf{B}_k et une intensité critique \mathbf{I}_k pour lesquels les matériaux passent

Méthodologie, de l'échantillonnage à la mesure de l'aimantation rémanente

de l'état supraconducteur à l'état normal. Une autre propriété de l'état supraconducteur réside dans le fait que le flux magnétique est exclu de la totalité du matériel. Si un champ magnétique externe existe autour d'un anneau supraconducteur, quand celui-ci est refroidi sous la température critique, un courant supraconducteur est généré pour annuler le champ. Si ce courant excède le courant critique, la supraconductivité est perdue. A ce moment là, le courant diminue et le flux entre dans l'anneau jusqu'à ce que le courant soit suffisamment faible pour que la supraconductivité soit restaurée. Les variations de flux se font par quanta discrets. Le nombre de sauts du flux magnétique est utilisé pour mesurer le champ magnétique. C'est cet effet qui est utilisé dans les SQUID. Josephson (1962) prédit qu'un supra-courant est capable de passer au travers d'une fine couche diélectrique comprise entre deux supraconducteurs. Les SQUIDs dérivent de cette jonction. Le premier magnétomètre supraconducteur à vocation géophysique a été élaboré par Goree et Fuller en 1976.

Fonctionnement général du magnétomètre

Le magnétomètre est constitué de plusieurs parties : d'un porte échantillon mobile grâce à deux moteurs (translation horizontale et rotation), deux paires de bobines et la partie de mesure constituée par les SQUIDs. Afin d'atteindre la température critique pour laquelle fonctionne les SQUIDs, le magnétomètre nécessite de l'hélium liquide. La particularité de magnétomètre cryogénique 2G de Montpellier est de posséder un circuit fermé pour l'hélium, ce qui lui confère deux avantages. Le premier est écologique, puisque l'hélium est recyclé. Le second est technique car il n'y a pas de cryo-cooler, appareil présent sur les autres magnétomètres cryogéniques afin de recondenser une partie de l'hélium qui s'évapore. L'absence de cet appareil diminue le bruit magnétique et augmente par conséquent la qualité des mesures, avec une sensibilité qui peut atteindre 10^{-12}A.m^2 . L'instrument est composé également de 3 bobines permettant de désaimanter par champ alternatif à hauteur de 170 mT dans les trois directions x , y et z de la carotte. L'échantillon (un spécimen ou demi spécimen) entre dans le magnétomètre où il est soumis à la désaimantation par l'intermédiaire de bobines sur les trois axes. Les trois axes du spécimen sont ensuite mesurés au niveau des SQUIDs. Pour séparer les différentes composantes, il faut désaimanter progressivement les échantillons soit par champ alternatif, soit par désaimantation thermique.

Méthodes de désaimantation

L'aimantation acquise par les roches au cours du temps n'est pas simple, elle est constituée par une superposition de vecteurs : l'aimantation primaire est souvent "pol-

A.3 Détermination des paléodirections

luée" par des aimantations secondaires (chimique, visqueuse...). L'ensemble de ces aimantations constituent l'aimantation rémanente naturelle de la roche (ARN). Afin de remonter à la composante primaire, il est nécessaire de désaimanter par paliers successifs, température croissante ou pic d'intensité de champ alternatif croissant, afin de séparer ces différentes composantes (Fig. A3). Une des composantes secondaire importante est la composante visqueuse, souvent présente. Plus le temps de relaxation des grains magnétiques est faible et plus cette composante est importante.

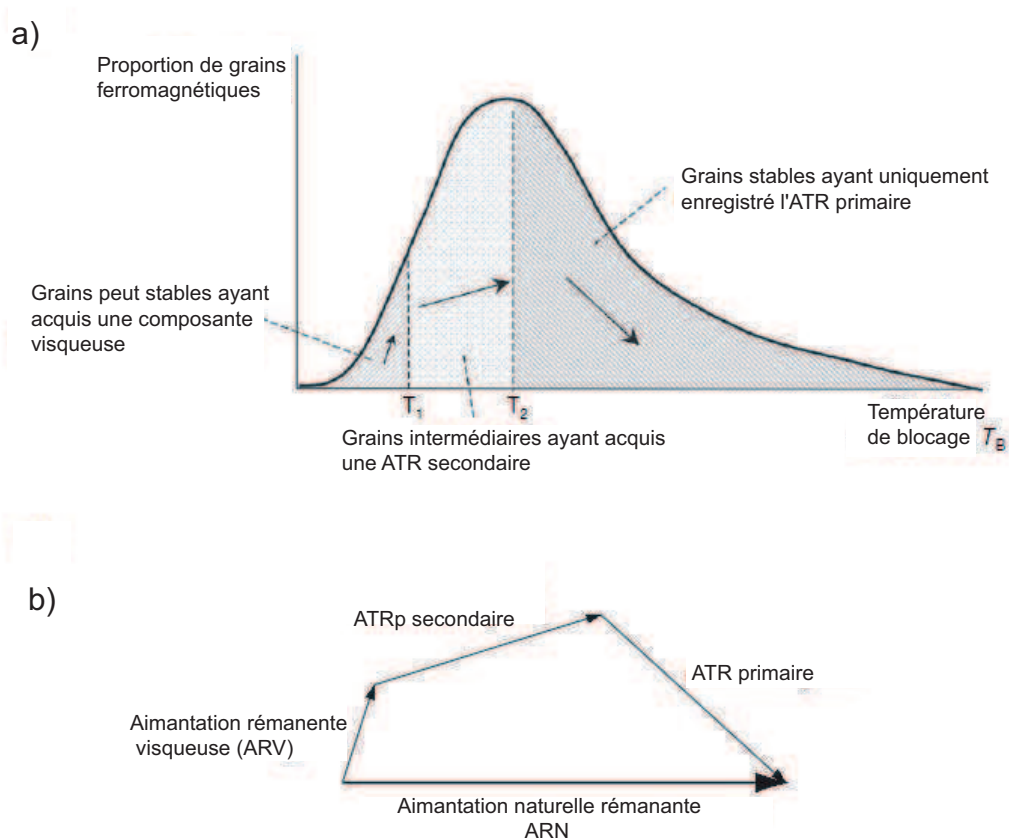


FIGURE A3 – a) Schéma du spectre de température de débloccage pour des grains ferromagnétiques dans un échantillon de roche, montrant des parties du spectre portant l'aimantation primaire (ATP), secondaire (ATRp), et visqueuse (ARV) de l'aimantation rémanente naturelle (ARN). b) Diagramme vectoriel montrant la décomposition des différentes composantes de l'aimantation rémanente naturelle.

Désaimantation thermique Les échantillons fortement visqueux présentent en général des températures de blocages relativement faibles, d'où l'intérêt de la désaimantation thermique. Cette méthode est basée sur la dépendance du temps de relaxation τ avec la température. Lorsqu'on chauffe, il existe une température de débloccage T_b , inférieure à la température de Curie T_c , pour laquelle les moments magnétiques se réorientent rapidement ($t < 100$ s). Si le champ extérieur est nul, alors ces moments présentent une réorientation aléatoire et par conséquent l'aimantation totale est nulle. Les minéraux au

Méthodologie, de l'échantillonnage à la mesure de l'aimantation rémanente

sein d'un spécimen ne possèdent pas tous des températures de déblocage homogènes, mais celles-ci forment un spectre étendu sur plusieurs dizaines de degrés (Fig. A3). En se basant sur ce principe, on chauffe par paliers successifs jusqu'à éliminer les composantes secondaires et désaimanter progressivement l'ATR (150 à 600°C classiquement, Fig. A4, a).

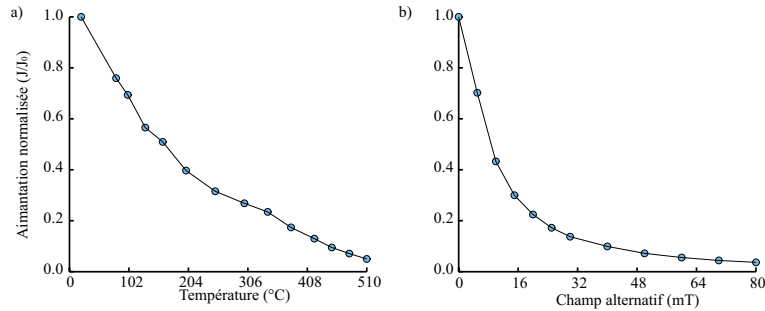


FIGURE A4 – Séquences de désaimantation a) thermique et b) par champ alternatif, de deux spécimens de nature basaltique.

Pour cela j'ai utilisé un four dont la partie interne est en champ nul grâce à une protection apportée par des écrans μ -métal. Une partie du four est dédiée à la chauffe, l'autre partie au refroidissement. Il est possible de désaimanter entre 30 et 40 échantillons simultanément. Le désavantage majeur de ce type de désaimantation est l'altération thermique des échantillons conduisant à des modifications des propriétés chimiques et magnétiques engendrées par chauffes répétées à des températures de plus en plus élevées. Pour suivre les possibles modifications des propriétés magnétiques, la mesure de la susceptibilité magnétique après chaque palier est un bon outils. Afin de diminuer ce risque, il est possible d'utiliser un autre processus de désaimantation : la désaimantation par champ alternatif.

Désaimantation par champ alternatif De la même manière que la méthode précédente, il s'agit d'un processus progressif durant lequel le pic d'intensité du champ alternatif appliqué est augmenté à chaque palier. La forme de l'onde du champ alternatif appliqué est une sinusoïde qui présente une décroissance linéaire de l'amplitude au cours du temps (Fig. A5). Pour chaque intensité appliquée, seuls les grains magnétiques possédant des champs coercitifs inférieurs à cette valeur sont touchés. Les moments magnétiques sont orientés statistiquement pour une moitié dans la direction du champ et pour l'autre moitié dans la direction opposée. Il y a de ce fait une polarisation sur les trois axes des moments magnétiques. La figure A4, b illustre une séquence de désaimantation par champ alternatif.

La désaimantation sur trois axes par le magnétomètre 2G est limitée à une intensité maximale de 170 mT, ce qui permet généralement de désaimanter les échantillons en dessous de 10% de leur aimantation initiale (ce qui dépend de leur minéralogie magné-

A.3 Détermination des paléodirections

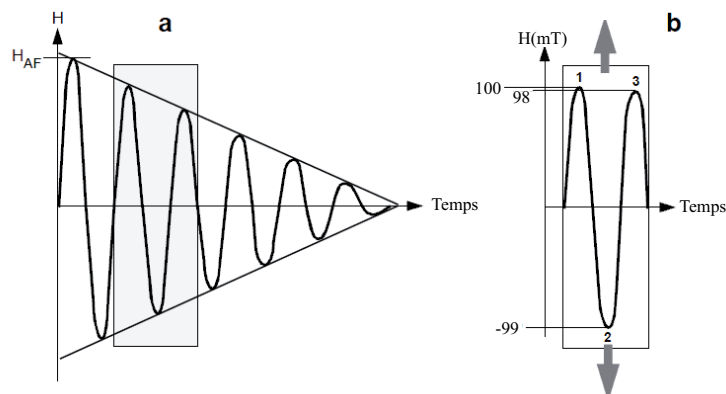


FIGURE A5 – Représentation schématique du principe de désaimantation par champ alternatif. (a) Forme du champ magnétique utilisé en fonction du temps ; la forme de l'onde est une sinusoïde avec décroissance linéaire de l'amplitude ; l'amplitude maximale du champ magnétique (= champ de crête) est H_{AF} ; la région grisée est amplifiée dans la partie (b). (b) Détail du champ alternatif. Deux pics successifs sont représentés en fonction du temps ; le domaine de crête au point 1 est de 100 mT ; le domaine de pointe au point 2 est -99 mT ; le domaine de pointe au point 3 est de 98 mT etc.

tique). Le désavantage majeur réside en l'acquisition par les échantillons d'aimantations secondaires artificielles telle que l'ARA.

Le moment magnétique porté par un échantillon est un vecteur, dont l'orientation dans l'espace est susceptible d'évoluer au cours de la désaimantation, ce qui rend difficile sa visualisation. Pour visualiser en trois dimensions ce vecteur, on peut utiliser deux types de représentation : la projection sur deux plans orthogonaux ou les projections stéréographiques.

Représentation des directions dans l'espace

Diagramme de Zijderveld Pour visualiser le vecteur aimantation dans l'espace au cours d'une désaimantation, le diagramme de Zijderveld est couramment utilisé (Zijderveld, 1967). Il consiste à projeter l'extrémité du vecteur restant au cours de la désaimantation sur deux plans : une projection dans le plan horizontal et une projection dans le plan vertical (Fig. A6, a). Pour la première projection, la composante Nord est représentée en fonction de la composante Est (symboles noirs) (ou x, y) en coordonnées géographiques (coordonnées carotte) alors que pour la seconde projection, le Nord (x) est placé en fonction du bas (symboles ouverts) (z). Il faut donc considérer la projection comme une carte pour les symboles noirs et comme une projection verticale pour les symboles blancs. Dans l'exemple de la figure A6, la composante visqueuse est également bien visible. Une fois celle-ci éliminée, la déclinaison (noir) et l'inclinaison (blanc) forment une ligne droite passant par l'origine. Elles permettent d'obtenir l'orientation de l'aimantation primaire, interprétée comme la paléodirection du champ magnétique. Une

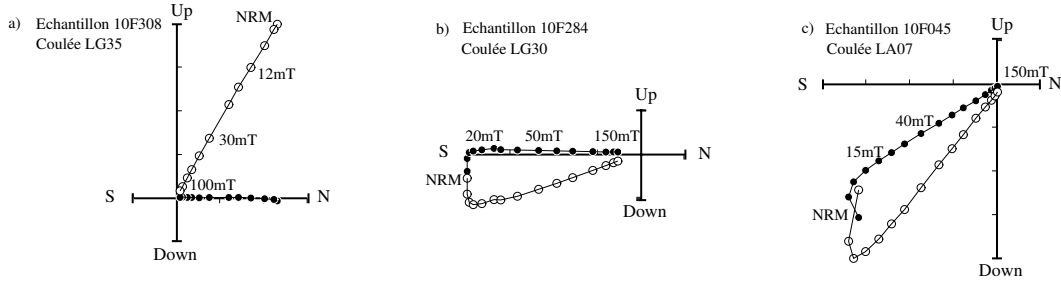


FIGURE A6 – Représentation de la séquence de désaimantation pour les échantillons a) 10F308, b) 10F284 et c) 10F045, provenant d'Akaroa. Chacun de ces diagrammes correspond respectivement à une polarité normale, transitionnelle et inverse. La composante Nord est représentée en fonction de la composante Est (symboles noirs) et le Nord (x) est représenté en fonction du bas pour la deuxième projection (symboles ouverts).

fois la composante stable déterminée, elle est traitée par analyse en composante principale (Kirschvink, 1980). Ceci permet d'obtenir la meilleure direction statistique par rapport aux point de mesure. Pour chaque échantillon, on analyse par cette méthode la direction des aimantations primaires. Ensuite, afin de visualiser pour un site l'ensemble des directions obtenuss et déterminer une direction moyenne, on utilise une projection stéréographique.

Projection stéréographique égale surface La représentation par projection stéréographique égale surface permet aussi de visualiser l'évolution de la direction de l'aimantation au cours de la désaimantation. Ce type de diagramme est en particulier utile lorsque la composante primaire n'a pas été totalement isolée (analyse des grands cercles). Néanmoins, dans la majorité des cas j'ai utilisé la projection orthogonale. A partir des directions obtenues pour chaque échantillon d'un même site, il est possible de calculer la direction moyenne du site (cf. fig. A7).

Analyse statistique des données Une fonction de densité de probabilité applicable aux directions paléomagnétiques a été développée par le statisticien britannique R. A. Fisher et est connue comme la distribution de Fisher (Fisher et al., 1987). Chaque direction est représentée par un point sur une projection stéréographique en fonction de sa déclinaison et de son inclinaison. A chaque point est attribué un poids statistique. La fonction de distribution de Fisher donne la probabilité, pour une unité de surface angulaire, de trouver une direction dans une surface angulaire donnée dA , centrée à un angle q de la moyenne réelle. La surface angulaire dA est exprimée en stéradians, la surface angulaire totale d'une sphère étant 4π stéradians. Les directions sont distribuées conformément à la fonction de densité de probabilité P :

$$P(\theta) = \frac{\kappa}{4\pi \sinh \kappa} \exp(\kappa \cos \theta) \quad (4.11)$$

A.4 Détermination des paléointensités

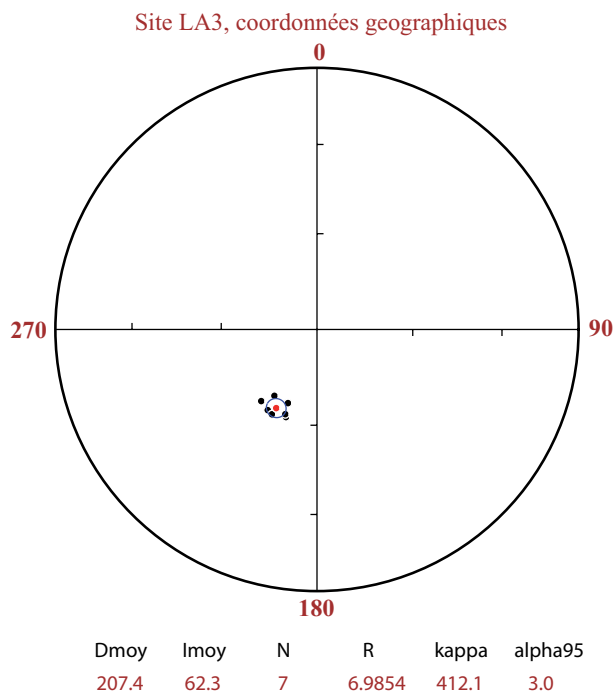


FIGURE A7 – Direction moyenne pour un site. La déclinaison et l'inclinaison moyennes sont calculées. N est le nombre de spécimens, R , κ et α sont des paramètres statistiques.

La répartition azimutale des directions est symétrique par rapport à la vraie moyenne. κ est une mesure de la concentration de la distribution de la direction moyenne vraie. κ est nul pour une distribution de directions qui est uniforme sur la sphère et tend vers l'infini pour des directions concentrées en un point. Nous avons besoin également d'une méthode pour déterminer une limite de confiance de la direction moyenne calculée. Pour les statistiques de Fisher, la limite de confiance est exprimée comme un rayon angulaire de la direction moyenne calculée. L'intervalle de confiance α_{95} est une mesure de la précision avec laquelle la vraie direction a été estimée. Il y a une probabilité de 5% que la vraie moyenne.

A.4 Détermination des paléointensités

Nous venons de voir la méthode pour déterminer une paléodirection du champ magnétique. Mais comment déterminer sa paléointensité ?

Théorie

En théorie, il est possible de déterminer l'intensité du champ magnétique lorsque celui-ci a été enregistré par les roches. En effet, l'aimantation naturelle rémanente est supposée proportionnelle au champ ambiant pour des champs magnétiques de faible intensité tel que le champ terrestre (eq. 4.12) où les champs artificiels utilisés en laboratoire

Méthodologie, de l'échantillonnage à la mesure de l'aimantation rémanente

pour ce type d'expérience (eq. 4.13).

$$M_{ATR} \approx \alpha_{mag} H_{mag} \quad (4.12)$$

et

$$M_{lab} \approx \alpha_{lab} H_{lab}, \quad (4.13)$$

où α_{mag} et α_{lab} sont des constantes de proportionnalité sans dimension, M_{ARN} et M_{lab} sont respectivement les rémanences naturelle et acquise en laboratoire et H_{mag} et H_{lab} sont les intensités des champs magnétiques lors de l'acquisition de l'ATR sur le lieu de mise en place de la roche et en laboratoire. Si α_{mag} et α_{lab} sont identiques, alors les équations (4.12) et (4.13) se combinent de la manière suivante :

$$H_{mag} = \frac{M_{NRM}}{M_{lab}} H_{lab}. \quad (4.14)$$

De ce fait, il faut mesurer M_{ARN} et ensuite donner une ATR artificielle à l'échantillon en appliquant un champ d'une intensité connue H_{lab} en laboratoire. Néanmoins, obtenir une paléointensité n'est pas si simple. En effet, les coefficients de proportionnalité peuvent différer à cause de l'altération thermique au cours des expériences, ou par mise en jeu de processus d'aimantation différents par exemple. Afin de mesurer expérimentalement cette paléointensité, plusieurs protocoles ont été développés.

Méthode de Thellier et dérivées

Il existe plusieurs approches expérimentales visant à déterminer les paléointensités. La méthode généralement utilisée est celle de Thellier and Thellier (1959), basée sur la théorie des grains monodomains (Néel, 1949). La méthode consiste à chauffer le spécimen à une température T_1 et à le refroidir dans le champ contrôlé du laboratoire H_{lab} . La mesure de rémanence correspond à ce qu'il reste de l'ARN initiale plus la composante d'aimantation partielle acquise en laboratoire (ATR_p) :

$$M_1 = M_{ARN} + M_{pATR} \quad (4.15)$$

Ensuite l'échantillon est chauffé une seconde fois et refroidi dans un champ $-H_{lab}$. La seconde rémanence mesurée est donc :

$$M_2 = M_{ARN} - M_{pATR} \quad (4.16)$$

La soustraction vectorielle permet de déterminer l'ARN restante à chaque étape ainsi que l'ATR partielle acquise. Ce résultat est tracé dans un diagramme d'Arai (Nagata et al. (1963), Fig. A8). Dans un tel diagramme, la méthode de Thellier donne un diagramme d'Arai parfaitement linéaire pour des grains monodomains. Cette méthode a ensuite été modifiée (Coe, 1967). Lors de la première chauffe, le refroidissement a lieu en champ nul,

A.4 Détermination des paléointensités

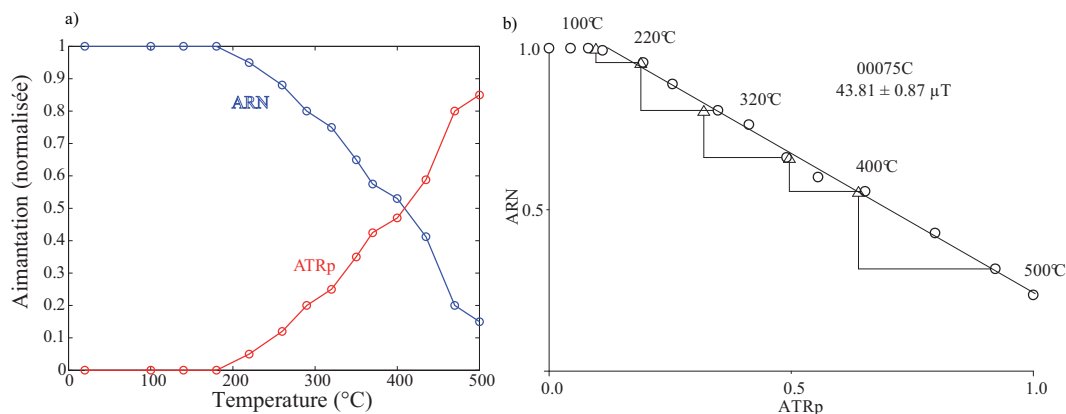


FIGURE A8 – a) Désaimantation de l'ARN et acquisition de l'ATR dans le laboratoire en fonction de la température. b) ARN restante en fonction de l'ATRp acquise pour chaque palier de température (diagramme d'Arai). Les contrôles d'ATRp sont indiqués par des flèches.

ce qui permet d'avoir directement l'ARN restante à chaque étape. Les deux équations deviennent donc :

$$M_1 = M_{ARN} \quad (4.17)$$

$$M_2 = M_{ARN} + M_{ATRp} \quad (4.18)$$

Plusieurs paramètres statistiques établis par Coe et al. (1978), puis modifiés par Prévot et al. (1985), permettent de valider d'un point de vue technique la qualité des mesures de paléointensité effectuées. Les différents paramètres importants dans l'obtention d'une paléointensité techniquement valable sont :

- N , le nombre de points de mesure obtenus dans l'intervalle de température $[T_1, T_2]$.
- b , la pente du diagramme d'Arai déterminée par la méthode des moindres carrés :

$$b = -\sqrt{\frac{\sum_i (y_i - \bar{y})^2}{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}}, \quad (4.19)$$

où y_i et x_i sont les point de mesures à T_i et \bar{y} et \bar{x} sont les valeurs moyennes.

- L'erreur standard σ de la pente est :

$$\sigma = -\sqrt{\frac{2\sum_i (y_i - \bar{y})^2 - 2b\sum_i (y_i - \bar{y})(x_i - \bar{x})}{(N - 2)\sum_i (x_i - \bar{x})^2}}, \quad (4.20)$$

- Le paramètre $\beta = \sigma/|b|$ est une mesure de l'incertitude de la pente due à la dispersion des points autour de la droite moyenne.
- La fraction rémanente f est définie par

$$f = \Delta y_T / y_0, \quad (4.21)$$

Méthodologie, de l'échantillonnage à la mesure de l'aimantation rémanente

où Δy_T est la longueur du segment ARN/ATR utilisée pour le calcul de la pente.

- Le facteur 'gap' g pénalise la distribution des points le long de la droite de la manière suivante

$$g = 1 - \overline{\Delta y_T} / \Delta y_T, \quad (4.22)$$

où $\overline{\Delta y_T}$ est donné par :

$$\overline{\Delta y_T} = \frac{1}{\Delta y_T} \sum_{i=1}^{N-1} \Delta y_i^2 \quad (4.23)$$

Lorsque l'espacement des données n'est pas uniforme, g est faible.

- Le facteur de qualité $q = \beta f g$.
- Les contrôles d'ATR_p permettent de vérifier la reproductibilité des mesures. Les différences entre la mesure et la différence entre le premier point et le test pour une température donnée T_i est notée δ_i . La somme des δ_i est ensuite réalisée et normalisée par l'ATR_p acquise au palier de température maximum. Ce paramètre, exprimé en pourcentage, est appelé DRATS (Difference RATio Sum, Selkin and Tauxe (2000)).

Toutes les révisions et contrôles apportés à la méthode initiale font de cette méthode une méthode fiable d'un point de vue théorique et technique. Néanmoins, elle requiert de nombreuses chauffes à différentes températures (jusqu'à la désaimantation complète de l'échantillon) ce qui fait de cette méthode une méthode très gourmande en temps et qui de plus n'offre au final qu'un faible taux de réussite. Elle ne permet qu'un contrôle statistique très limité des résultats obtenus. Thellier and Thellier (1959) ont montré que les échantillons doivent suivre trois lois afin de pouvoir fournir une paléointensité fiable :

- **Loi de réciprocité** : La température de blocage et la température de déblocage doivent être identiques. Ainsi une aimantation partielle acquise entre les températures T_1 et T_2 sera totalement désaimantée par chauffage en champ nul dans cet intervalle.
- **Loi d'indépendance** : Une ATR_p acquise est totalement indépendante de toute ATR_p acquise en dehors de cet intervalle.
- **Loi d'additivité** : l'ATR totale est obtenue par la somme des ATR_p.

L'ensemble de ces critères est respecté uniquement par les grains monodomaines. Malheureusement, pour la plupart des roches, la rémanence est portée par des grains polydomaines, pour lesquels les lois de réciprocité et d'indépendance ne sont pas vérifiées. Les travaux expérimentaux et théoriques sur les grains polydomaines (Shcherbakov et al., 1993; Fabian, 2001; Shcherbakov and Shcherbakova, 2003) montrent que la méthode de Thellier ne leur est pas applicable. De plus, seulement peu de roches sont susceptibles de

A.4 Détermination des paléointensités

rester stables au cours des étapes de chauffes successives. En effet, les chauffes répétées à hautes températures peuvent entraîner des transformations chimiques importantes.

Pour limiter ces transformations, le chauffage par micro-onde a été développé (Walton et al., 1993). Le principe du micro-onde est bien connu dans toutes les cuisines. Il s'agit d'exciter uniquement certaines particules (l'eau en l'occurrence) en utilisant une fréquence donnée. Ici, le principe est identique : en utilisant des fréquences adaptées (environ 14 GHz), il est possible de chauffer uniquement les minéraux ferromagnétiques, le reste de la matrice restant froid. Ainsi, la possibilité d'altération s'en trouve réduite. Plusieurs études portant sur des laves ou du matériel géologiques ont été menées avec succès (Gratton et al., 2005; Boehnel et al., 2003) et Casas et al. (2005) ont montré le bon accord entre les mesures micro-ondes de briques contemporaines et les observations directes.

Autres méthodes

Méthode de Shaw La méthode de Shaw (Shaw, 1974) est basée sur l'analogie entre l'ATR et l'ARA. Elle consiste en un premier temps à mesurer l'ARN. Ensuite les échantillons sont progressivement désaimantés par champ alternatif afin de déterminer leur spectre de coercivité. Tout d'abord une première rémanance anhystérétique est acquise (ARA_1) en soumettant l'échantillon à un champ alternatif en présence d'un faible champ résiduel. L' ARA_1 est ensuite désaimantée par AF pour établir la relation entre les spectres de l'ARN et de l'ARA. Une ATR est acquise par le spécimen par une chauffe $T > T_c$ puis par refroidissement dans un champ magnétique constant connu. Cette ATR est par la suite désaimantée par AF. Enfin, l'échantillon acquiert une seconde ARA (ARA_2) qui est acquise dans les mêmes conditions que l' ARA_1 et désaimantée par AF. Si les deux ARA ont le même spectre de coercivité, alors aucune altération n'est survenue au cours de la chauffe et la paléointensité peut être déterminée comme la pente ARN/ATR . L'avantage de cette méthode est sa relative rapidité. Néanmoins, elle ne fonctionne que dans certains cas particuliers et n'a pas de fondement théorique

Méthode multispecimen La méthode-multispécimens, développée par Dekkers and Böhnelt (2006) puis améliorée par Fabian and Leonhardt (2010); Muxworthy et al. (2011), s'appuie sur le fait que l'acquisition de l'ATR est proportionnelle au champ magnétique, propriété qui est indépendante du nombre de domaines magnétiques des grains. Ici, les échantillons sont tous soumis à la même température mais sont soumis à des champs magnétiques d'intensité différente. L'aimantation thermique partielle doit être donnée le long de l'ARN). Si une ATRp est induite le long de l'ARN dans un champ magnétique de laboratoire plus faible que le paléochamp, le résultat sera une aimantation plus faible

que l'ARN. Inversement, si le champ appliqué est plus fort, alors l'aimantation finale sera plus importante que l'ARN. Ainsi la paléointensité correspond à l'intensité du champ pour laquelle la différence entre l'ATR_p et l'ARN est nulle. Cette méthode fait l'objet du chapitre 4, où le principe et la méthodologie sont développés.

B Anisotropie de susceptibilité magnétique : orientation des fabriques et rôle des interactions

Pour toute étude paléo- ou archéomagnétique, il est important de connaître les modalités de mise en place et l'évolution tectonique des roches échantillonnées. Par exemple lorsqu'une coulée de lave présente une pente, il est nécessaire de savoir si celle-ci est d'origine topographique ou tectonique. Les indices sur le terrain ne permettent pas toujours de pouvoir trancher entre ces deux hypothèses. Or il s'agit là d'un point crucial s'il l'on cherche à déterminer une direction paléomagnétique. L'étude des fabriques cristallographiques et magnétiques des roches peut souvent apporter un élément de réponse.

B.1 Les fabriques : quelles origines ?

Les fabriques pétrographiques

Les structures pétrologiques telles que la linéation (alignement des minéraux dans une direction préférentielle) ou la foliation (alignement des minéraux dans un plan privilégié) sont mises en place lors de l'écoulement de la lave. Pour des contraintes de cisaillement relativement élevées, des modèles d'écoulement expérimentaux montrent que des particules allongées tels que des plagioclases tendent à s'aligner dans la direction d'écoulement avec un angle faible (Arbaret et al., 1996). Ainsi la comparaison entre les fabriques pétrologiques engendrées par l'écoulement et la pente permet de déterminer si un basculement post-dépôt s'est produit (Henry et al., 2003). Une différence significative entre les deux directions témoigne d'un événement tectonique. Au contraire si les deux directions sont identiques, c'est que probablement aucun basculement n'a eu lieu, excepté si celui-ci s'est produit le long de la pente. Malheureusement ces analyses de pétrofabriques sont souvent difficiles à mettre en oeuvre car la texture de la roche est microlithique (partiellement cristallisée) et la taille des minéraux est souvent inférieure à 50 μm . Les minéraux magnétiques possèdent également une forme ellipsoïdale et dont la distribution et l'orientation peuvent également être influencées par l'écoulement. Quel lien existe-t-il alors entre la fabrique magnétique et la fabrique cristallographique ?

Relation entre la fabrique magnétique et la fabrique cristallographique

La fabrique magnétique est matérialisée par une anisotropie de susceptibilité ou de rémanence (thermique ou anhystérétique) magnétique. Les mesures donnent un tenseur

B.1 Les fabriques : quelles origines ?

dont les axes principaux $K_1 > K_2 > K_3$ sont ceux d'une ellipse (Tarling and Hrouda, 1993). La forme de l'ellipse dépend de leurs rapports respectifs (Jelinek, 1981). Plusieurs approches statistiques permettent de calculer l'orientation de ces axes : l'approche de Jelinek (Hext, 1963; Jelinek, 1978; Lienert, 1991) ou celle du bootstrap (Constable and Tauxe, 1990). Trois paramètres sont définis pour décrire le tenseur :

$$L = \frac{K_1}{K_2}, \quad F = \frac{K_2}{K_3}, \quad P = \frac{K_1}{K_3} \quad (4.24)$$

qui sont respectivement la linéation magnétique (L), la foliation magnétique (F) et le degré d'anisotropie (P).

On peut également définir un paramètre permettant de décrire de façon qualitative l'anisotropie, c'est à dire la forme de l'ellipsoïde. Pour cela on définit le facteur de forme T :

$$T = \frac{\ln F - \ln L}{\ln F + \ln L} = \frac{2\eta_2 - \eta_1 - \eta_3}{\eta_1 - \eta_3} \quad (4.25)$$

Ce facteur T est largement utilisé car il reflète uniquement la forme de l'ellipsoïde qui peut être oblate (galet, $K_1 = K_2$), prolata (cigare, $K_2 = K_3$) ou neutre., en fonction de la valeur du paramètre T comme l'illustre la figure B1.

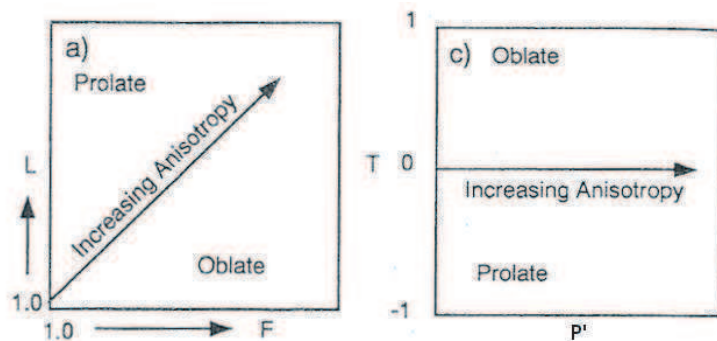


FIGURE B1 – Diagrammes de Flin et de Jelinek.

La mesure la plus communément réalisée est celle de l'anisotropie de susceptibilité magnétique (ASM) car elle repose sur une technique rapide et non destructive (mesure de la susceptibilité le long d'au moins 9 positions différentes pour reconstruire le tenseur). L'ASM peut être contrôlée par une seule phase présente au sein d'une roche. Borradaile (1988) montre qu'une faible quantité de minéraux ferromagnétiques (1% en volume) est suffisante pour dominer les propriétés magnétiques de la roche. Si $K_{moyen} > 5.10^{-3}$ SI, alors la contribution des minéraux para- et diamagnétiques est négligeable devant celle des minéraux ferromagnétiques (ce qui est communément le cas pour les titanomagnétites dans les coulées volcaniques). S'il existe plusieurs générations (altération de ferrosilicates..) de minéraux ferromagnétiques, l'ASM sera une moyenne des différentes générations. Cependant il semblerait que même si une phase ferromagnétique tardivement

crystallisée domine la susceptibilité totale, l'anisotropie mesurée semble restée déterminée par la fabrique des silicates (Hargraves et al., 1991; Borradaile and Gauthier, 2003). La relation classique qualifiée de 'fabrique magnétique normale' correspond à la situation où K_3 est perpendiculaire à la foliation et K_1 parallèle à la linéation (Rochette et al., 1999), comme l'illustre la figure B2.

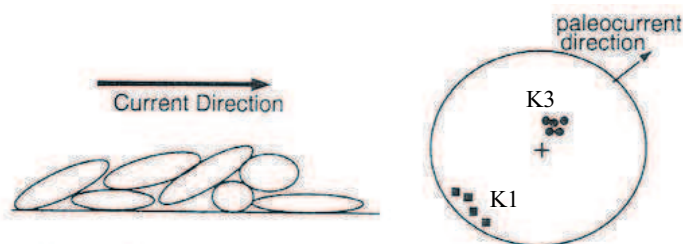


FIGURE B2 – Relation entre la fabrique magnétique en projection stéréographique (K_1 = vecteur maximal et K_3 vecteur propre minimal de l'ASM) et la direction d'écoulement par imbrication des minéraux magnétiques.

L'imbrication des plans de foliation des minéraux magnétiques permet de définir le sens d'écoulement de la coulée lors de sa mise en place (Knight and Walker, 1988). Néanmoins l'origine de l'ASM peut être de diverses natures, portée par la forme des grains (anisotropie de forme) ou par leur distribution dans l'espace (anisotropie de distribution). En effet, Hargraves et al. (1991) suggèrent que la distribution non isotrope des grains peut engendrer une ASM basée sur l'interaction entre grains de magnétite voisins. Plusieurs modèles théoriques ont été développés (Stephenson (1994), Cañón-Tapia (1996), Gaillot et al. (2002)), mais l'influence des interactions magnétiques sur l'AMS reste en grande partie incomprise. Toutefois, Merle (1998) a montré à partir d'une analyse mathématique et de modélisations analogiques 3-D que le maximum de susceptibilité peut dans certaines circonstances être perpendiculaire au plan d'écoulement. En effet, en fonction des conditions limites et des contraintes, la fabrique magnétique peut ne pas correspondre à la direction d'écoulement. En outre, la relation entre l'ASM et pétrofabrique peut être compliquée par différentes configurations. Potter and Stephenson (1988); Rochette et al. (1999) ont montré des situations où les fabriques magnétiques sont inverses en raison d'une prédominance de grains monodomaines (K_1 perpendiculaire au plan d'écoulement et K_3 parallèle à la direction d'écoulement). De plus Rochette et al. (1999) ont donné d'autres exemples pour lesquels la fabrique magnétique est intermédiaire entre les modèles normal et inverse. Ces différentes observations dépendent du processus physique à l'origine de l'ASM.

J'ai consacré une partie de ma thèse à étudier les fabriques magnétiques d'une séquence volcanique particulière provenant de Kerguelen. Une vaste étude sur la fabrique magnétique a été réalisée sur les séquences volcaniques de Kerguelen (Plenier et al., 1994; Henry et al., 2003; Plenier et al., 2005) dans le cadre d'une étude paléomagnétique

B.2 L'orientation préférentielle des réseaux cristallins par l'EBSD

(Camps et al., 2007). Toutes les séquences ont montré des résultats en accord avec les observations géologiques ; exceptées une séquence présentant des fabriques magnétiques anormales. En effet, pour la section du mont Rabouillère, plus de 70% des échantillons ont donné une fabrique qui ne semble pas être liée à la mise en place des laves. La relation entre la fabrique cristallographique et la fabrique magnétique n'étant pas toujours simple, l'analyse conjointe des fabriques magnétique et cristallographique permet parfois d'apporter des réponses dans des cas particulièrement complexes. En particulier, Bascou et al. (2005) ont montré que la fabrique cristallographique portée par les plans (010) des plagioclases caractérise le plan de foliation. Ainsi les axes K_3 de l'AMS et l'axe [010] des plagioclases possèdent la même orientation dans le cas des fabriques magnétiques normales. Pour mieux comprendre l'origine des fabriques magnétiques anormales de Kerguelen, j'ai utilisé, en plus des analyses classiques de magnétisme des roches, la diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScattered Diffraction, EBSD) pour caractériser l'orientation de la microstructure des échantillons. La partie suivante présente les grands principes de cette méthode.

B.2 L'orientation préférentielle des réseaux cristallins par l'EBSD

L'observation pétrographique d'un échantillon se trouve à l'interface de plusieurs domaines des Sciences de la Terre. En effet, il faut déterminer la distribution spatiale, la taille et la forme des différentes phases présentes. Il s'agit ensuite de déterminer leurs compositions chimiques, leur orientation cristallographique ainsi que la structure des joints de grain. Pour réaliser ces différentes observations, les microscopes optiques à lumière réfléchie ou transmise permettent d'avoir un certain nombre de données. L'imagerie basée sur la rétrodiffusion des électrons (Back Scattered Electron, BSE, Loyd (1985)) couplée à la microanalyse X (Goldstein et al., 1992) au sein d'un microscope à balayage (Scanning electron microscope, SEM) a été largement développée ces dernières années pour analyser les textures des roches (Dingley, 1984; Prior et al., 1999). En effet, elles permettent d'obtenir une image de résolution sub-micrométrique (jusqu'à $0.05 \mu\text{m}$) et sont basées sur le contraste entre des matériaux de compositions différentes et sur l'orientation cristallographique des différentes structures. L'EBSD offre une analyse très locale mais permet d'obtenir à partir d'un grand nombre de mesures une information globale et statistique sur plusieurs mm^2 . Développée dans les années 70, la technique EBSD n'est que véritablement mise en place dans les années 90 (GN-MEBA, 2004)

L'EBSD (Electron Back Scattered Diffusion), également appelé EBSP (Electron BackScattered Patterns) ou diffusion rétrodiffusée de Kikuchi dans la littérature, est une méthode d'analyse cristallographique basée sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés. Ici l'EBSD fera référence à la méthode employée et l'EBSP aux diagrammes de diffraction obtenus. L'appareil est constitué de différentes parties

(Fig. B3) :

- Un canon à électron permettant de générer un faisceau d'électrons d'énergie de 15 à 30 keV.
- Un échantillon cristallin fortement incliné par rapport à l'incidence normale du faisceau
- Un détecteur EBSD spécifique constitué par un écran fluorescent (phosphore) et d'une caméra.

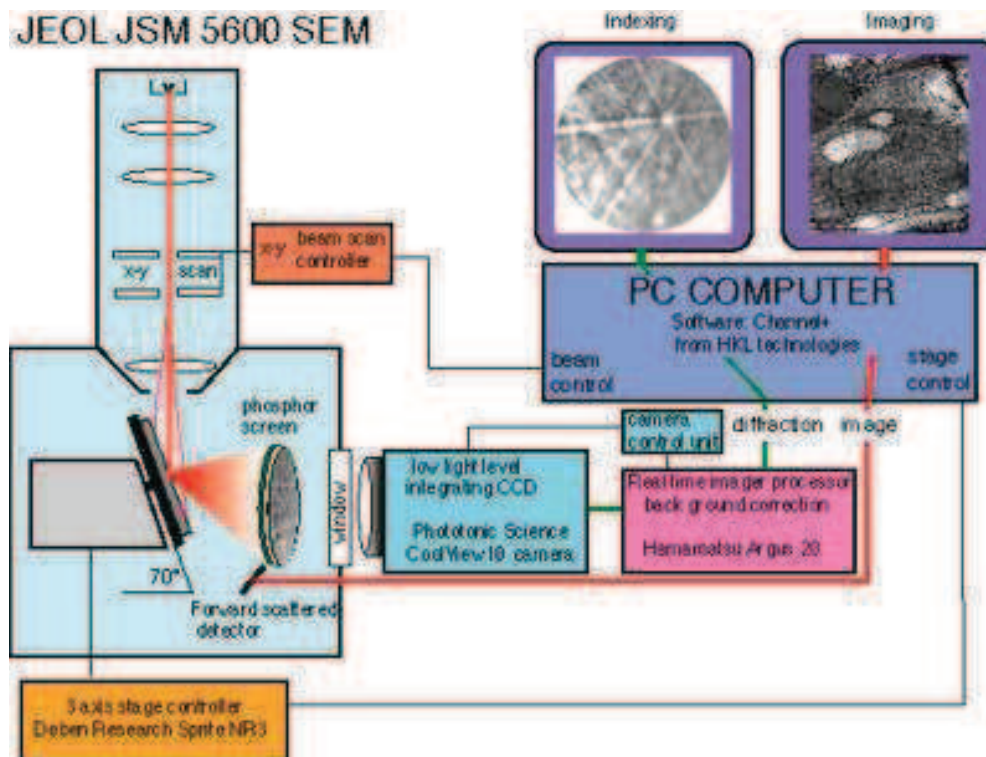


FIGURE B3 – Configuration de l'EBSD CamScan X500FE CrystalProbe de Géosciences Montpellier.

Quand un électron de haute énergie issu du faisceau vient percuter l'échantillon, une multitude d'interactions peuvent se produire. Le diamètre du faisceau d'électrons (environ 1 nm) est plus grand que la distance interatomique (0.1 à 0.3 nm). De ce fait, les électrons percutent l'échantillon à toutes les distances d'un noyau. Ainsi, toutes les trajectoires possibles sont obtenues. Les BSE sont les électrons qui quittent l'échantillon après une ou plusieurs diffractions et une fraction des électrons incidents retourne à la surface de l'échantillon. Si le matériau est un cristal, la diffraction des électrons jusqu'à la surface est guidée par les plans réticulaires du matériau par diffraction de Bragg : $n\lambda = 2d\sin\theta$. Les paramètres n , λ , d et θ correspondent respectivement à l'ordre de diffraction, à la longueur d'onde associée aux électrons et l'angle de Bragg. Les BSE sont ensuite capturés par l'écran fluorescent et donnent une image constituée d'un ensemble de bandes qui sont le résultat de l'interaction entre le faisceau d'électron et les

B.2 L'orientation préférentielle des réseaux cristallins par l'EBSD

plans réticulaires des cristaux. Ces figures (diagrammes EBSP) rendent compte de la géométrie et de l'orientation du matériau cristallin. La figure B4 présente des exemples diagrammes EBSP pour quatre minéraux : l'augite, l'ilménite la magnétite et la labradorite (plagioclase) que j'ai obtenu dans un échantillon de lave provenant de la section de Rabouillère. On peut facilement reconnaître certaines symétries comme la symétrie d'ordre 6 pour le système trigonal de l'ilménite ou la symétrie d'ordre 4 pour le système cubique de la magnétite. Pour obtenir des résultats satisfaisant, la surface de l'échantillon doit être parfaitement plate et ne contenir aucun défaut. Elle nécessite donc un polissage spécifique, notamment pour les lames minces issues de roches.

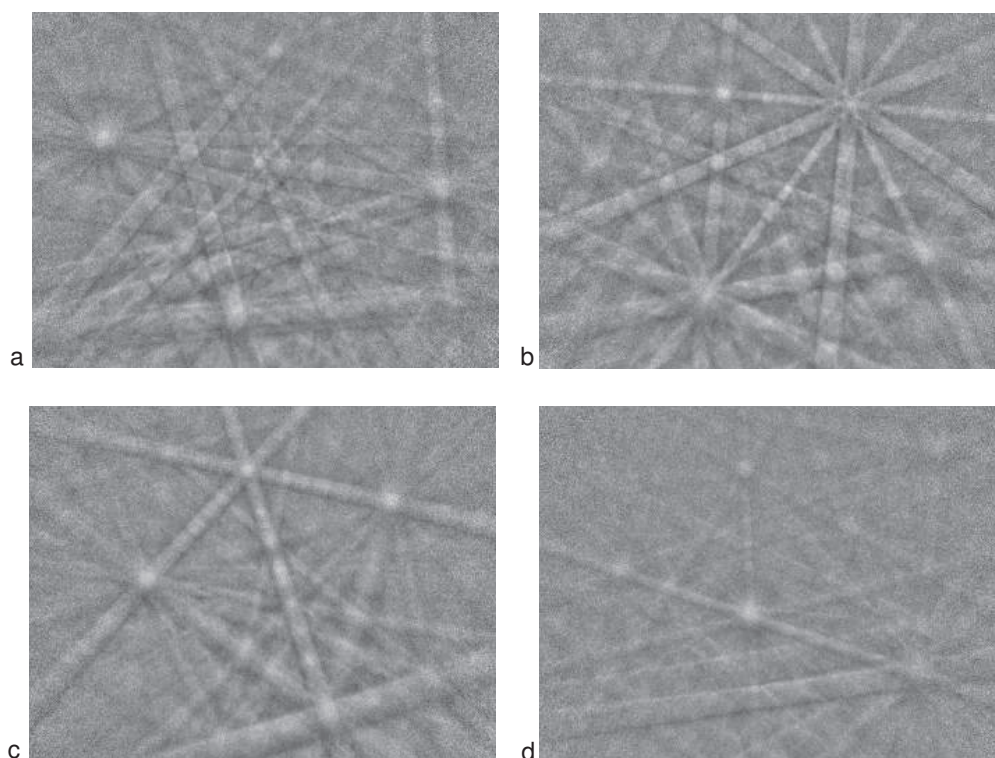


FIGURE B4 – Diagrammes EBSP pour quatre minéraux différents : a) Augite, b) Ilménite c) Magnétite et d) Plagioclase. Chaque bande correspond à la diffraction par un plan réticulaire du faisceau d'électron incident.

L'intérêt de l'EBSD est de pouvoir ensuite orienter et différencier les réseaux cristallins par comparaison de l'image ECP (Electron Channeling Pattern) avec des cartes ECP de différents minéraux. La détermination de manière visuelle s'avère très complexe. Pour cela nous avons utilisé le programme CHANNEL qui permet d'obtenir l'orientation des différents cristaux présents dans les échantillons (Schmidt and Olesen, 1989). L'EBSD peut être utilisé pour un nombre important de problématique en pétrologie. En effet, cette technique permet l'identification des phases, leur orientation, la détermination des grains et la géométrie des joints. Ceci permet d'étudier les mécanisme de déformation (métamorphisme...). Dans le cas de notre étude, l'EBSD permet d'apporter

des contraintes sur les processus magmatiques.

B.3 Résultats de l'étude

Afin de déterminer l'origine de la fabrique magnétique et pour la comparer à la fabrique cristallographique, je me suis appuyé sur une vaste gamme de méthodes couramment utilisées en magnétisme des roches afin de caractériser les minéraux responsables de l'ASM. Enfin, j'ai développé avec l'aide du professeur Valera Shcherbakov un modèle mathématique pour expliquer nos observations. Les deux papiers (Fanjat et al., 2012a,b) détaillent l'ensemble des aspects de cette étude.

Magnetic interactions at the origin of abnormal magnetic fabrics in lava flows: a case study from Kerguelen flood basalts

G. Fanjat,¹ P. Camps,¹ V. Shcherbakov,² F. Barou,¹ M. T. Sougrati³ and M. Perrin^{1,*}

¹Géosciences Montpellier, CNRS and Université Montpellier 2, 34095 Montpellier, France. E-mail: camps@gm.univ-montp2.fr

²Borok Geophysical Observatory, 152742 Borok, Nekouz, Yaroslavl region, RF, Russia

³Institut Charles Gerhardt, Laboratoire des Agrégats, Interfaces et Matériaux pour l'Énergie, 34095 Montpellier, France

Accepted 2012 February 13. Received 2012 February 12; in original form 2011 October 1

SUMMARY

Anisotropy of low-field magnetic susceptibility (AMS) of basaltic lava flows can give some clues about post-emplacement tilting occurring in volcanic sequences. Such a study has been carried out on a sequence of 19 successive lava flows from Kerguelen Archipelago. Surprisingly, two different patterns were observed. The first one—herein called normal fabric—is consistent with the lava-flow direction inferred from geological observations, whereas the second one observed for about 70 per cent of the analysed samples—herein called abnormal fabric—appears to be unrelated to the shear history of the lava flows during their emplacements. These abnormal fabrics are not strictly inverse fabric but seem to have a more complex origin. The unusual nature of these abnormal fabrics has been confirmed by lattice preferred orientation of plagioclases obtained from high-resolution electron backscattered diffraction measurements. The aim of this study is to propose a physical interpretation of these fabrics. A first step in our understanding was to clearly identify the nature and the magnetic properties of the Fe-Ti oxides assemblage. Thus, we present a comprehensive rock magnetic analysis relying on low- and high-temperature thermomagnetic curves (K–T), crossover diagrams, first-order reversal curves, ore-microscopy, Mössbauer measurements and electron backscattered images. We found that in the present case the abnormal fabrics are probably linked to a mixture of prevailing single domain (SD) strongly interacting grains population and a subsidiary multidomain grains population. SD grains are identified as small magnetite crystallized within the interstitial glass in globular aggregates along the silicate framework. Then a question arises: to what extent such SD interacting grains in globular aggregates can affect the magnetic susceptibility and its anisotropy? To answer this question, we developed a physical model in which the total energy density of an SD grain with an uniaxial anisotropy is minimized. In this model, the distribution function of the direction of the magnetic interaction field is comprised between two boundary states. It is either isotropic, which formally corresponds to the thermal demagnetized state, or it is ordered, which formally corresponds to the Alternative Field demagnetized state. We show that in both cases the degree of anisotropy decreases as the interaction field increases. Thus, we conclude that the abnormal fabric encountered in this study can be simply explained by strong magnetostatic interactions that would explain the large scattering of AMS often observed in basaltic lava flows.

Key words: Magnetic fabrics and anisotropy; Rock and mineral magnetism; Eruption mechanisms and flow emplacement; Indian Ocean.

1 INTRODUCTION

When volcanic sequences present a dip, it is always difficult to tell the difference between a topographic or a tectonic origin. Do the

palaeomagnetic directions have to be tilt-adjusted before their interpretation? Linder & Leonhardt (2009) proposed a method based on the analysis of the palaeosecular variation and mean field direction to calculate numerically the palaeoslope prior to the flow emplacement. However, as they showed when applied to some icelandic volcanic sequences, this method can give an unlikely high value for the palaeoslope. A more direct alternative solution is to assess the

*Now at: CEREGE, Europole de l'Arbois, 13545 Aix en Provence, France.

internal strain within the lava flowing over the palaeotopography from quantitative petrofabric experiments. Then, the comparison between the petrofabric-inferred flow direction and the present dip can give some indications on a possible post-emplacment tectonic tilting (Henry *et al.* 2003). A disagreement of these two directions indicates with certainty the occurrence of a significant tilting. If the two directions are similar, it is probable that no tilting occurred, keeping in mind that a tilt along the palaeoslope dip azimuth cannot be totally ruled out.

In experimental flow models, elongated particles such as laths of plagioclases interact and tend to be aligned along the flow direction (Arbaret *et al.* 1996). Nevertheless, optical microlite orientation can be tricky to observe and thus time-consuming to measure. Anisotropy of low-field magnetic susceptibility (AMS) is more commonly used as proxy for flow direction. Easy, rapid and inexpensive to implement, this method has been successfully calibrated in basaltic lava flows with both numerous experimental studies (e.g. Cañón-Tapia 1996; Cañón-Tapia *et al.* 1996; Bascou *et al.* 2005) and analogue modellings (Hargraves *et al.* 1991; Cañón-Tapia & Pinkerton 2000). An expected model is a normal AMS fabric corresponding to a preferred orientation of non-equant-shaped magnetic grain. In this basic model, the maximum axes \mathbf{K}_1 are aligned along the long axes of the grains and thus are parallel to the flow direction whereas the minimum axes \mathbf{K}_3 are perpendicular to the flow plane. The imbricated fabric fixes the flow sense (Knight & Walker 1988). Distribution anisotropy, ensemble of equant- or not-equant-shaped magnetic particles distributed anisotropically and close enough to interact, will yield the same relationship between AMS and petrofabric (Hargraves *et al.* 1991; Stephenson 1994). In this case, magnetic grains are assumed to be a late-crystallizing interstitial phase within a pre-existing silicate framework. AMS carried by interacting magnetic particles mimics the silicate fabric controlled by flow forces when the magmatic flow crystallized. Distribution anisotropy is a common, if not ubiquitous, source of AMS in basaltic lava flows (Hargraves *et al.* 1991). Since the pioneering survey by Khan (1962), normal fabrics have been observed in many basaltic flows. However, Merle (1998) has shown from a mathematical analysis of 3-D experimental analogue modellings that the maximum susceptibility may under certain circumstances be perpendicular to the flow plane. Indeed, depending on the boundary conditions and strain, flow can display a magnetic fabric that does not match the flow direction. Moreover, the relationship between AMS and petrofabric can be complicated by different magnetic configurations. Cañón-Tapia & Chávez-Álvarez (2004) pointed out from a numerical modelling that the quality of the AMS fabric depends on both particle elongation and the amount of shear that is sampled. They showed in particular that two sets of particles with different aspect ratios can lead also to abnormal fabrics. Potter & Stephenson (1988) and Rochette *et al.* (1999) have shown situations where magnetic fabrics are inverse because of a predominance of single domain (SD) grains (\mathbf{K}_1 perpendicular to the flow plane and \mathbf{K}_3 parallel to the flow direction) and Rochette *et al.* (1999) have given examples where the magnetic fabric is intermediate between the normal and inverse models. These different observations depend on the physical origin of the AMS. It is clear that interpretation of flow direction from fabric measurement is not as straightforward as usually assumed and should always be considered in the light of both good knowledge of the magnetic mineralogy, and different strain patterns resulting from varying boundary conditions (Merle 1998).

An extensive AMS study was carried out on Kerguelen volcanic sequences (Plenier *et al.* 2002; Henry *et al.* 2003; Plenier *et al.*

2005) to decipher if the palaeomagnetic directions have to be tilt-adjusted before to be used to characterize the past Earth's magnetic field (Camps *et al.* 2007). All the sequences but one yielded coherent AMS results. Actually, in the Mount Rabouillère section, more than 70 per cent of the samples yielded a fabric that seems to be unrelated to the shear history of the lava flows. The purpose of this paper is twofold. First, we present altogether with AMS results, anisotropy of anhysteretic remanent magnetization (A-ARM) and plagioclases lattice preferred orientation (LPO) to point out the abnormal nature of these magnetic fabrics in regards with the geological context. These unusual fabrics are then discussed in the light of a comprehensive magnetic mineralogy analysis relying on microscopic images, thermomagnetic curves (K-T), crossover diagrams, Mössbauer analysis and first-order reversal curves (FORCs). Second, we present a physical model that allows us to discuss the influence of SD interacting grains, closely packed in globular aggregates, on the magnetic susceptibility and its anisotropy.

2 SAMPLING AND PETROLOGY

In this study, we focused on a 400-m-high section that outcrops at Mount Rabouillère in Kerguelen Archipelago, southern Indian Ocean. Along the section 19 successive flows were clearly distinguished and sampled [see Plenier *et al.* (2002) for a detailed description] as part of a large survey aiming to statistically describe the palaeomagnetic field fluctuations recorded in Kerguelen flood basalts during the late Oligocene (Camps *et al.* 2007). Therefore, the sampling was not designed strictly for AMS analysis. Six to eight oriented cores were sampled exclusively in the bottom part of each lava flow to avoid thermal remagnetization due to baking by the overlying flows. The lateral extension of the sampling along each outcrop varies from several metres to, more commonly, tens of metres. Flows are usually thin and seldom exceed 10 m in thickness. They are named from Rab1 to Rab19 in a stratigraphic order from the base to the top. This flow-on-flow sequence is subhorizontal. We estimated a very weak dip of 2–4° towards the NNE in agreement with Nougier (1970a,b)'s observations. Even though, we were aware that such a sampling was not the best for AMS analysis and may even be unsuitable if a flow scale analysis is required. Nevertheless, reliable mean flow directions have already been obtained from similar samplings on Kerguelen flood basalts by merging AMS results from three to five immediately adjacent flows (Plenier *et al.* 2002; Henry *et al.* 2003; Plenier *et al.* 2005) to decrease the large uncertainties due to the low number of sample per flow.

Major and trace element compositions and isotopic ratios of Sr, Nd and Pb of these flood basalts have been studied by Yang *et al.* (1998) along a cross-section sampled almost at the same place. The (MgO < 6 per cent) composition is transitional between alkalic and tholeiitic basalts, and no systematic variation in composition with stratigraphic height have been observed. We completed their analysis by microscopic observations from polished thin sections cut in cylinder cores with a Leitz-Orthoplan microscope ($\times 1250$) in reflected and transmitted light. Lava flows are quite crystallized (about 50 per cent), with a majority of microcrysts of plagioclase and clinopyroxene. Plagioclases have a labradorite composition and a rectangular average shape of 10 over 30 μm . Clinopyroxenes have augite composition and present sometimes phenocrysts but on average have a prismatic shape of 20 over 30 μm . We did not observe magnetic inclusions in the augite phenocrysts. These samples contain also a few olivine phenocrysts or microcrysts partially reddish, a feature that reflects oxidation. The interstitial glass is more or

less palagonitized, indicating that a large amount of fluid played a key role in the glass formation. Opaque minerals content is usually 5–7 per cent, up to 15 per cent in some flows. In reflected-light images, large phenocrysts of ilmenite with very few large titanomagnetites as well as very small discrete opaque particles crystallized within the interstitial glass in globular aggregates can be seen. These globular aggregates have a conspicuous preferential distribution along the plagioclase laths (Fig. 1a) and their size ranges from 1 to less than 0.3 μm . Microphotography [scanning electron microscope (SEM) image in Fig. 1b] suggests that these globules are actually clusters of several smaller particles. Zhou *et al.* (1997) observed such clusters from mid-ocean ridge basalts and identified them as titanomagnetite grains in the SD range associated with residual glass. We performed quantitative chemical analyses with a CAMECA SX100 microprobe and found that the iron content is three times larger in the globular aggregate than it is in interstitial glass. Thus, we believe that the opaque globular aggregates are made of magnetic particles although we do not have direct evidences.

3 MAGNETIC FABRIC VERSUS CRYSTALLOGRAPHIC FABRIC

3.1 Magnetic fabric

The AMS is determined from the directional variability of the induced magnetization \mathbf{M} in an applied field \mathbf{H} where $\mathbf{M}_i = K_{ij} \cdot \mathbf{H}_j$. The susceptibility K_{ij} is described by a second-order tensor where the three eigenvalues $K_1 > K_2 > K_3$ are the magnitudes of the magnetic susceptibility along a set of three orthogonal axes (eigenvectors) \mathbf{K}_1 , \mathbf{K}_2 and \mathbf{K}_3 , respectively (see, e.g. Tarling & Hrouda 1993, for a detailed description). To describe AMS, we used the standard parameters proposed by Jelinek (1981).

$$K_m = \frac{K_1 + K_2 + K_3}{3} \quad (1)$$

is the mean susceptibility,

$$P' = \exp \sqrt{2[(\eta_1 - \eta)^2 + (\eta_2 - \eta)^2 + (\eta_3 - \eta)^2]} \quad (2)$$

is the corrected anisotropy degree, where $\eta = (\eta_1 + \eta_2 + \eta_3)/3$, $\eta_1 = \ln K_1$, $\eta_2 = \ln K_2$ and $\eta_3 = \ln K_3$, and

$$T = \frac{2\eta_2 - \eta_1 - \eta_3}{\eta_1 - \eta_3} \quad (3)$$

is the shape parameter. A negative value for T corresponds to a prolate shape whereas a positive value corresponds to an oblate shape. We measured AMS and mean susceptibility from one specimen per core with a susceptibility meter KLY-3S Kappabridge. A total of 109 non-demagnetized cylindrical specimens, 2.54 cm in diameter and 2.2 cm long, were analysed. Average eigenvectors were calculated for each lava flow (Table 1) by means of normalized tensors such as $K_1 + K_2 + K_3 = 1$, and confidence ellipses were calculated by means of both linear perturbation analysis (Hext 1963; Jelinek 1978) and bootstrap method (Constable & Tauxe 1990). Both statistics provided approximatively the same results, so only Jelinek's ellipses are displayed in Fig. 2 and listed in Table 1. A large scatter in the distribution axis is observed for almost all flows (Table 1). According to Cañón-Tapia *et al.* (1997), the large variability of the magnetic fabric within lava flows requires a minimum of 10 samples to define a reliable mean flow direction. To increase the statistical significance of our AMS directions, we grouped samples from successive units yielding similar fabrics as recommended by Plenier *et al.* (2002) and Henry *et al.* (2003), even when one or

two samples have a different fabric than the average one. We did not calculate statistics at the flow level for flows Rab14 and Rab17 because they have less than four samples each, but we included their data in the group analysis. We obtained two different patterns uncorrelated to the stratigraphic position of lava flows (Table 1 and Fig. 2). We merged in Group 1 samples from lava flows yielding a consistent pattern with the flow direction inferred from geological observations (Fig. 2a). Indeed, the mean minimum axis \mathbf{K}_3 presents a strong dip. The magnetic foliation plane defined by \mathbf{K}_1 and \mathbf{K}_2 axes is therefore close to the flow plane and the imbricated fabric fixes the flow sense northwards. Lava flows corresponding to Group 2 yield a less consistent pattern in which \mathbf{K}_1 is more or less vertical (Fig. 2b). This abnormal fabric does not seem to correspond to a rigorous inverse fabric as \mathbf{K}_1 and \mathbf{K}_3 are not strictly switched but rather show a global rotation of the tensor. The mean direction of the principal axes is well defined for each group. AMS ellipsoids from Group 1 have rather an oblate shape whereas those from Group 2 have either an oblate or prolate shape (Fig. 2). Note that samples from Group 1 have a slightly higher mean degree of anisotropy (1.029) than these from Group 2 (1.025).

To confirm the abnormal nature of Group 2 AMS fabric and to check unambiguously the hypothesis of an inverse fabric induced by SD grains (Potter & Stephenson 1988), we measured the A-ARM on 59 samples (normal and abnormal fabrics) among the 109 used to determine AMS. The difference in the number of analysed samples is explained by the long-lasting procedure in A-ARM measurement. A cryogenic magnetometer 2G-760R, equipped with the degausser system controller 2G-600 and the anhysteretic remanent magnetizer 2G-615, was used to acquire and measure the ARM. A-ARM measurements were carried out in three steps. The samples were first demagnetized with an alternative field (AF) along three perpendicular axes with a maximum magnetic field of 170 mT. In a second time, an ARM was acquired along a direction when possible at 90° from the last demagnetized axis with a bias field between 30 and 60 μT and AF peak values between 120 and 150 mT chosen depending on the coercivity fields of the samples. In the third step, the induced ARM was measured. These three steps were repeated for nine positions from the 15 measurements protocol of Jelinek (1976), with selected positions and the order of measurements as illustrated in Fig. 3. Similarly to AMS, A-ARM data are represented by a symmetric 3×3 tensor whose eigenvalues $A_1 > A_2 > A_3$ are the magnitude of the measured ARM in the three eigenvector directions, \mathbf{A}_1 , \mathbf{A}_2 and \mathbf{A}_3 , respectively. Measurements were grouped according to the two AMS patterns and orientations of the main axes and their mean directions were calculated (Table 2) as in AMS analysis. For the two groups, the \mathbf{A}_3 axis is well defined whereas the two other axes present a girdle distribution within the foliation plane (Fig. 4). Flow direction interpretations are almost similar to those done with AMS measurements: they underline a mean flow direction from south to north. We note that measurements from Group 2 samples display a larger scattering than those from Group 1. Moreover, the orientations of principal axes present a slight rotation between the two data subsets (Fig. 4).

3.2 Crystallographic fabric

We carried out measurements of LPO of plagioclases because a true inverse AMS fabric due to SD grains was not clearly identified as the cause of Group 2 abnormal fabric. Our objective was to check if some particular strain boundary conditions, as the ones pointed out in analogue modelling (Merle 1998), were present

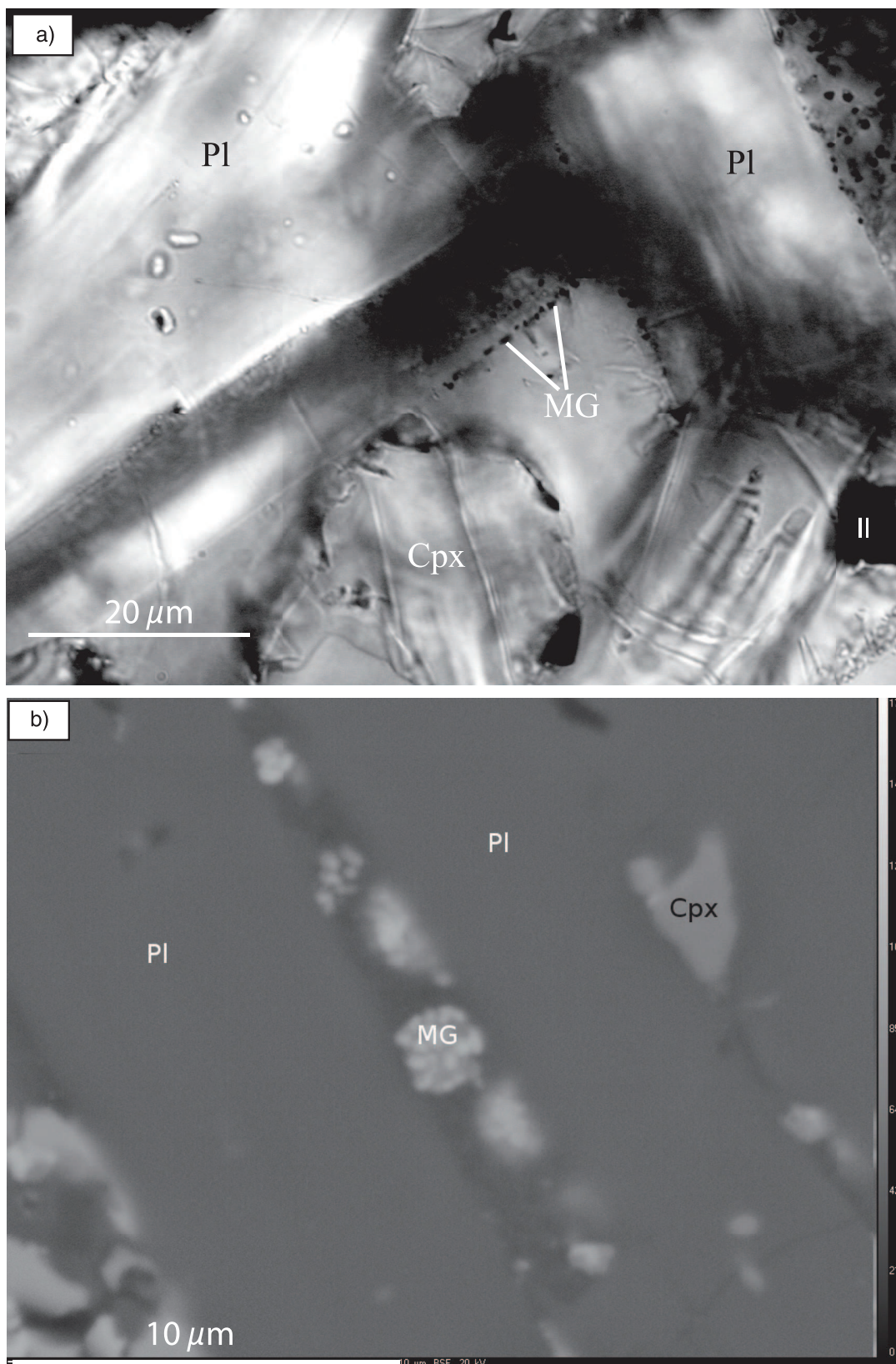


Figure 1. Photomicrograph of thin sections. (a) The picture of sample 00C549 (abnormal fabric) in transmitted light presents a fine microtexture with plagioclase (Pl), clinopyroxene (Cpx), titanomagnetite grains in black in interstitial glass (GI). (b) A 15-keV backscattered electron micrography from sample 00C624 (abnormal fabric) shows the same phases. Magnetite grains (MGs) are clusters of smaller particles.

Table 1. Mean AMS parameters. n is the number of samples per site, K_m is the mean susceptibility, K_1 , K_2 and K_3 are the principal axes with declination $D(^{\circ})$ and inclination $I(^{\circ})$, P' and T are the corrected degree of anisotropy and the shape parameters of the AMS ellipsoid, respectively. ϵ_{ij} represents major and minor semi-axes angles of the uncertainty ellipses along the axes defined by the eigenvectors. ν per cent is the geometric mean viscosity index. Lava flows marked with * yield an abnormal AMS fabric.

Sites	n	K_m (10^{-3} SI)	$K_1(D, I)$	$\epsilon_{13}/\epsilon_{12}$	$K_2(D, I)$	$\epsilon_{23}/\epsilon_{21}$	$K_3(D, I)$	$\epsilon_{31}/\epsilon_{32}$	Shape parameters		ν per cent
									P'	T	
Rab19*	7	38.8	179/77	20/16	84/1	44/16	355/14	44/20	1.0227	-0.701	8.8
Rab18*	7	05.8	332/26	60/44/	240/4	84/44	142/64	84/60	1.0009	-0.609	2.4
Rab17*	3	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	9.0
Rab16	7	29.1	112/28	46/3	15/12	46/33	264/69	33/3	1.0185	+0.407	9.3
Rab15*	4	38.3	153/85	56/37	258/1	56/39	359/5	39/37	1.0365	-0.128	13.8
Rab14*	1	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	10.7
Rab13	7	24.5	125/19	27/8	216/3	27/23	315/71	23/8	1.0226	+0.357	4.8
Rab12*	5	20.1	137/40	42/31	280/54	58/42	40/18	58/31	1.0115	-0.009	1.8
Rab11*	6	40.8	153/70	27/18	268/15	27/26	22/14	26/18	1.0277	-0.229	2.6
Rab10*	6	15.5	104/24	41/20	244/59	61/41	6/18	61/20	1.0215	-0.313	1.5
Rab9*	4	57.1	52/67	34/33	265/20	63/34	170/11	63/33	1.0281	-0.192	23.4
Rab8	7	34.2	181/38	61/8	271/0	61/14	1/52	13/8	1.0389	+0.855	18.3
Rab7*	7	16.4	252/83	34/17	95/16	34/29	4/3	28/16	1.0176	+0.167	11.2
Rab6*	7	45.6	135/50	19/12	252/21	48/19	356/32	48/12	1.0111	+0.050	4.9
Rab5*	6	41.6	279/81	21/16	157/5	85/21	66/7	85/16	1.0223	-0.926	9.9
Rab4*	7	36.9	161/47	56/28	240/43	58/56	67/3	58/28	1.0122	+0.021	5.7
Rab3	8	12.5	162/24	63/28	255/7	63/25	0/65	28/25	1.0124	+0.582	0.9
Rab2*	6	12.7	92/77	47/34	270/13	73/47	0/0	73/34	1.0105	-0.594	2.5
Rab1*	5	12.9	278/61	41/9	39/16	61/9	137/23	61/41	1.0241	-0.490	7.8
Group 1 = Normal fabric											
	28	25.1	129/24	16/5	225/13	16/14	343/63	16/5	1.0204	+0.497	
Group 2 = Abnormal fabric											
	81	28.8	178/79	13/7	283/3	14/13	13/11	14/7	1.0127	-0.176	

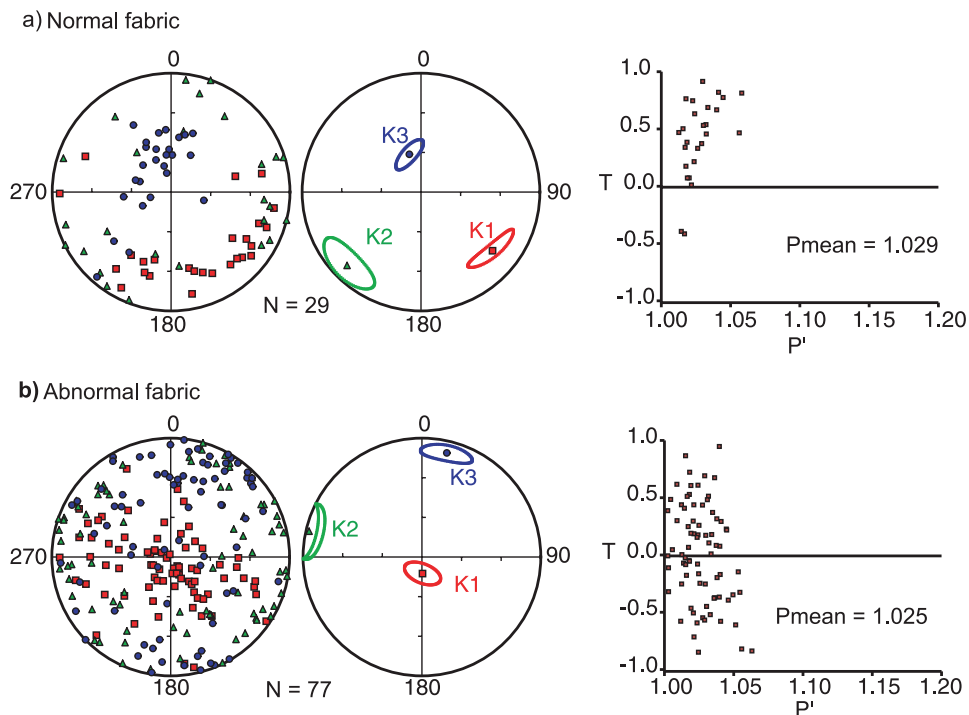


Figure 2. AMS fabrics, equal-area diagrams, lower hemisphere projections in geographical frame and Jelinek diagrams. (a) Samples from lava flows yielding a consistent pattern with the lava-flow direction inferred from geological observations (normal fabric). (b) Samples from lava flows yielding a less consistent pattern (abnormal fabric). In equal-area projections, squares are maximum susceptibility (K_1 axes), triangles are intermediate susceptibility (K_2 axes) and circles are minimum susceptibility (K_3 axes). Confidence ellipses were calculated by means of Jelinek's statistics.

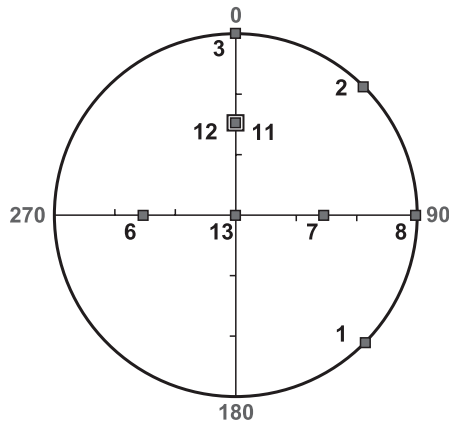


Figure 3. The nine measurement positions used for the acquisition of the ARM from the 15 measurement positions suggested by Jelinek (1976). Measurements are performed in the following order: 1-2-13-8-3-6-7-11-12.

during Group 2 lava flows emplacement. According to Bascou *et al.* (2005), the crystallographic fabric of plagioclases in lava flow is characterized by a strong concentration of [010] axes that defines the pole of the flow plane. Note that due to the triclinic lattice of plagioclases, [100], [010] and [001] axes do not form an orthogonal basis, whereas the axes K_1 , K_2 , K_3 of the AMS ellipsoid are orthogonal. Thus, a direct comparison between LPO and AMS can only be qualitative. Oriented thin polished sections were obtained from cylindrical cores from two flows, Rab1 and Rab6 (samples 00C549 and 00C589, respectively), yielding abnormal fabrics, and from one flow, Rab8 (sample 00C606), yielding a normal fabric. LPO of plagioclases has been measured by means of the Electron BackScattered Diffraction (EBSD) with the SEM CamScan X500FE CrystalProbe of Géosciences Montpellier. Diffraction patterns were collected using the CHANNEL5 software of IJK technology (Schmidt & Olesen 1989). At each point of measurement, the Euler angles were determined with a precision better than 1° (Krieger-Lassen 1996). According to the mineralogical composition, we chose to measure the orientation of labradorite with the parameters defined by Wenk *et al.* (1980). For sample 00C549, we tested manual and automatic measurements. Best results were obtained for automatic sampling with a step of 50 μm , chosen as a good compromise between the accuracy of the measurements and the surface of the analysed thin section. This sampling step did not

enable indexation of Fe-Ti oxides. We measured 18 acquisition maps (1.50 mm \times 1.20 mm) for sample 00C549 (test) and 63 acquisition maps (1.20 mm \times 0.9 mm) for samples 00C589 and 00C606. A good indexation quality was observed (about 40 per cent) and only measurements with a mean angular deviation (MAD) lower than 1° have been kept in data files. LPO statistic was analysed by Pf-ctf and ROT-ctf4 softwares. Results are displayed on equal area projection in geographical reference frame (Fig. 5). The fabric strength is expressed by the J index (Bunge 1958) which equals one for a random distribution and tends to infinity for a monocrystal. For each sample, LPO of plagioclases is characterized by a strong concentration of [010] axes (Fig. 5). The two other axes, [100] and [001], even though less concentrated, are still clustered and seem to define a plane perpendicular to the [010] direction. For the three samples, the mean [010] axis dips towards the north. Thus, whatever the magnetic fabric, the crystallographic fabric remains constant and is in agreement with the geological conclusions. The mean K_3 of normal AMS fabrics points towards the same direction than the best axis of [010] whereas there is no direct correlation between K_3 and [010] best axis in the case of abnormal fabrics.

4 MAGNETIC MINERALOGY

4.1 Nature of the Fe-Ti oxides

In addition to the microscopic observations, the magnetic carriers were clearly identified from K-T curves and Mössbauer spectra. First, we acquired K-T curves at low temperature with of a cryostat apparatus (CS-L) and at high temperature under Argon atmosphere with a furnace (CS-3) coupled to a KLY-3S Kappabridge instrument (Agico, Czech Republic). We analysed at least one sample per flow. Representative K-T curves obtained for samples 00C606 (flow Rab8, normal fabric), 00C579 and 00C682 (flows Rab5 and Rab19, respectively, abnormal fabric) are nearly reversible at high temperature (Fig. 6). The decrease of the magnetic susceptibility between 750 and 775 K and a Curie point near 800 K is typical of low-Ti content titanomagnetite. Low-temperature curves are not reproducible. During the first heating from liquid nitrogen temperature (78 K), the magnetic susceptibility increases with the temperature. This could indicate the presence of a mixture of multidomain (MD) and SD grains. After heating at high temperatures, the second heating from low temperatures shows a continuous decrease of the magnetic susceptibility. It is interpreted as SD grains (Senanayake & McElhinny 1982). We can infer that during heatings at high

Table 2. Mean A-ARA parameters. Same caption as in Table 1.

Sites	n	$A_1(D, I)$	$\epsilon_{13}/\epsilon_{12}$	$A_2(D, I)$	$\epsilon_{23}/\epsilon_{32}$	$A_3(D, I)$	$\epsilon_{31}/\epsilon_{13}$	Shape parameters	
								P'	T
Rab19*	6	250/20	47/15	150/28	47/40	13/556	42/15	1.0576	+0.570
Rab13	7	125/19	50/10	216/3	50/20	315/71	19/10	1.0226	+0.357
Rab11*	6	144/34	42/08	244/15	42/33	354/52	33/8	1.0825	+0.352
Rab10*	6	107/29	38/33	199/4	63/33	296/61	63/38	1.0414	-0.115
Rab8	7	218/29	22/9	117/18	22/16	1/54	16/9	1.0801	+0.487
Rab7*	7	186/86	22/17	292/0	37/22	13/4	37/17	1.0335	-0.044
Rab6*	7	164/52	27/20	275/16	51/27	16/34	51/20	1.0434	-0.056
Rab3	8	223/12	63/22	127/28	63/21	335/61	22/21	1.0289	+0.789
Rab1*	5	266/39	33/26	87/51	70/33	357/1	70/26	1.0674	-0.539
Group 1	22	212/24	63/8	114/18	63/7	350/59	8/7	1.0514	+0.8940
Group 2	37	121/34	66/15	247/41	66/18	8/130	18/15	1.0258	+0.7650

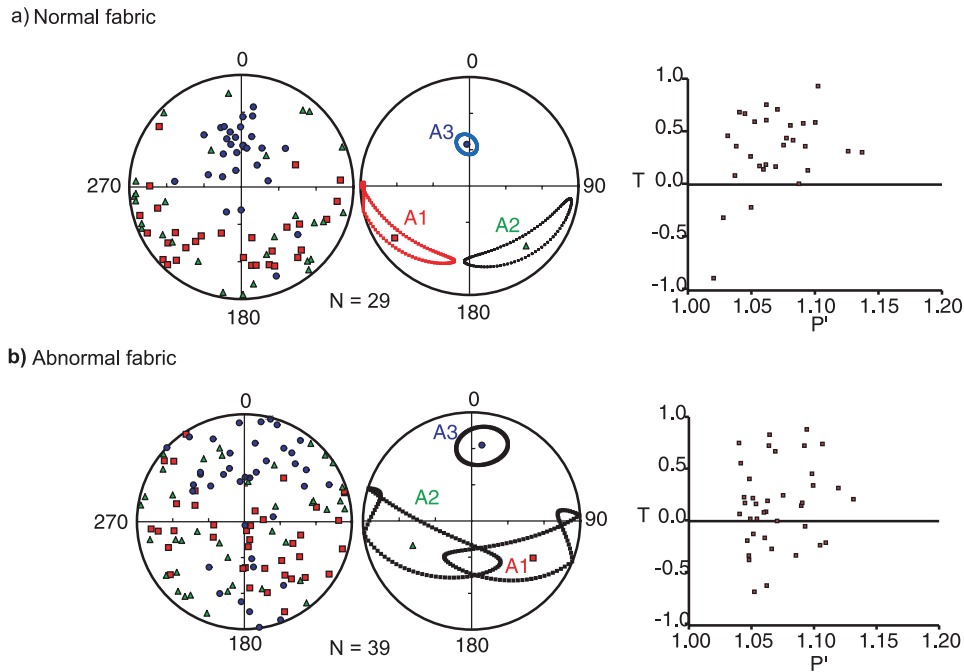


Figure 4. A-ARM fabrics, equal-area diagrams, lower hemisphere projections in geographical frame and Jelinek diagrams. (a) Samples from lava flows yielding a normal fabric. (b) Samples from lava flows yielding an abnormal fabric. In equal-area projections, squares are maximum ARM (A_1 axes), triangles are intermediate ARM (A_2 axes), and circles are minimum ARM (A_3 axes). Confidence ellipses were calculated by means of Jelinek's statistics.

temperatures, oxyexsolutions of ilmenite lamellae from titanomagnetite grains occurred or continued to develop if they were already present. Whatever the magnetic fabric, the thermomagnetic curves have roughly the same behaviour.

Then, Mössbauer spectrometry was done for samples 00C563 (flow Rab3, normal fabric) and 00C561 (flow Rab2, abnormal fabric) at the Institut Charles Gerhardt, Montpellier. The spectra were recorded in transmission geometry first at room temperature with a constant-acceleration spectrometer which used a rhodium matrix ^{57}Co source calibrated at 295 K with α -iron foil. For this experiment, bulk rock samples have been reduced to powder in an agate mortar and sieved to keep only the size fraction lower than 50 μm . The magnetic fraction have been concentrated from the silicate fraction in acetone by means of a magnet. The Mössbauer absorbers used in this work contained 80–100 mg cm^{-2} of magnetic fraction. Velocities and isomer shift are given relative to the centre of the room temperature spectrum of α -Fe foil. Spectra are displayed in Fig. 7 and the hyperfine parameters are gathered in Table 3. In spite of the magnetic separation, pyroxenes represent the most important phase in both samples. Ilmenite and magnetite spectra are also well defined in both samples even if in 00C563, ilmenite seems to have a stronger signal. According to the numerical values obtained from the fit of the Mössbauer spectra, our samples have low-Ti content ($x < 0.1$) and are slightly oxidized in titanomaghemite, according to the values obtained in the ternary diagram (Fig. 8). The presence of titanomaghemite is in agreement with the K–T curves. Mineralogically unspecific iron(3+) is also identified. This signal can be interpreted as iron(3+) in pyroxene or a nanophase ferric oxide alteration product (Gunnlaugsson *et al.* 2008) as well as a small fraction of superparamagnetic grains (Rivas-Sanchez *et al.* 2009; Roggwiller & Kundig 1973). Assuming a continuous distribution of the size of magnetic grains and knowing the exponential nature of SD relaxation times, temperature variations may affect the Mössbauer spectra. Mössbauer spectrum at 78 K does not show any

significant modification compared to the one recorded at room temperature. A normal increase of isomer shift (Greenwood & Gibb 1971), the quadrupole splitting (Vanalboom *et al.* 1994) and the hyperfine field (Florez *et al.* 2005) has been observed. The fitted hyperfine parameters are given in Table 3. The iron (3+) does not show a magnetic order at 78 K. Similar doublets have been reported for terrestrial and martian basalts but usually not assigned (Gunnlaugsson *et al.* 2006, 2008). Thompson *et al.* (2011) have recently reported the Mössbauer spectra of a basaltic soil subjected to a gradient in precipitation. In particular, the authors found that the spectra of carbon-rich samples are mainly composed of a doublet having Mössbauer parameters in the range of the iron(3+) reported in this work. We can conclude that paramagnetic phase is then attributed to organic-iron(3+) complexes certainly coming from impurities in the acetone used to prepare the samples.

4.2 Magnetite domain state and interaction field

We further checked the absence of a small population of SP grains by measuring the frequency-dependent susceptibility. Samples where SP grains are present will yield lower values of susceptibility when measured at high frequency. It is commonly accepted that frequency-dependent susceptibility values lower than 5 per cent are typical for samples in which non-SP grains dominate the assemblage. We measured the whole collection from Rabouillère with the Bartington MS2 susceptibility meter attached to the MS2B dual-frequency sensor and found that differences between values at low frequency (460 Hz) and high frequency (4600 Hz) never exceeds 3 per cent of the low-frequency value. These low values do not hold with the presence of a fraction of SP grains, and thus support our Mössbauer interpretation.

The magnetic viscosity, that is, the time dependence at a constant temperature of magnetization in a constant field, can also be

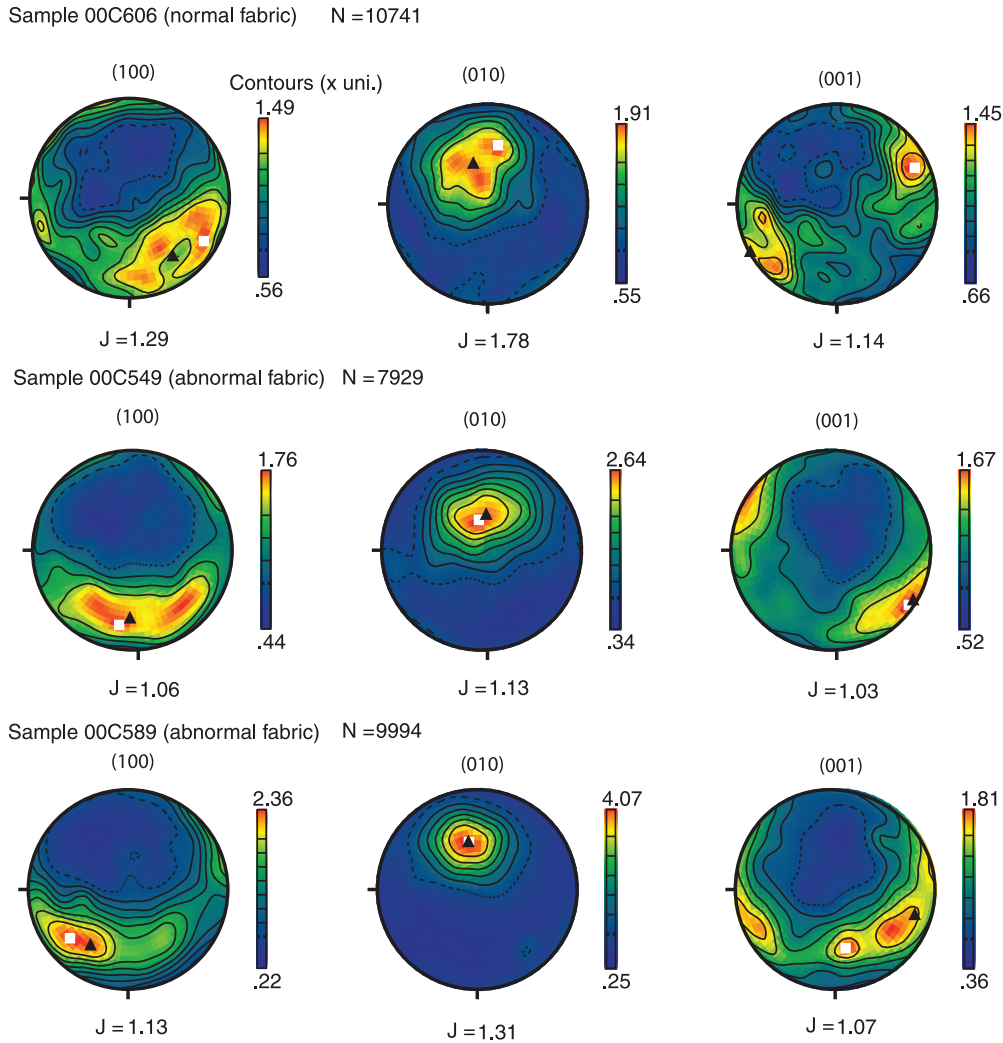


Figure 5. Lattice preferred orientation for samples 00C549 (Rab1), 00C589 (Rab6) and 00C606 (Rab8); Equal area projection on the lower hemisphere in geographical frame of the crystallographic axes of plagioclases. Contours are in multiples of uniform distribution. J is the texture index and N is the number of measurements for each sample. Maximum density and ‘Best Axis’ (maximum eigenvector) are represented by a square and a triangle, respectively. The dashed line is the lowest contour density.

indicative of the domain state. Dunlop (1983) showed that nearly SP grains as well as large MD grains of synthetic magnetite are exceptionally viscous. We estimated the magnetic viscosity with the Thellier & Thellier (1944)’s 2-week viscosity index (ν). In this test, room-temperature acquisition and decay of a small viscous magnetization are estimated by measuring the remanent magnetization first after 2 weeks of storage with the ambient field parallel to the positive z -axis of each specimen (\vec{M}_1), and then after another 2-week storage in zero-field (\vec{M}_2). This index is expressed in per cent by

$$\nu = \frac{|\vec{M}_1 - \vec{M}_2|}{|\vec{M}_2|} \times 100.$$

For all lava but two, Rab8 (normal fabric) and Rab9 (abnormal fabric), the viscosity indexes averaged by flow are more or less comparable to the mean value of 6.1 per cent found for some upper tertiary and pre-Bruhnes quaternary subaerial volcanic rocks (Prévoit 1981) (Table 1). The high values of 18.3 and 23.4 per cent found for Rab8 and Rab9 units, respectively, could reflect the pres-

ence of a significant fraction of very small SD or large MD grains in these two flows.

Crossover diagrams (Cisowski 1981), plot of acquisition and demagnetization of isothermal remanent magnetization (IRM), demonstrate the presence of SD interacting grains. Indeed, interaction fields between SD grains shift the coercivity spectrum to lower values for AF demagnetization and to higher values for IRM acquisition. The intersection point projected on the abscissa approximates the remanent coercive force H_{RC} . Wohlfarth (1958) showed that the R ratio ($R = IRM(H_{RC})/IRM(\max)$) is equal to 0.5 for non-interacting magnetic SD grains and is lower than 0.5 for interacting grains. We performed crossover diagrams (Fig. 9) on three samples from flows yielding an abnormal fabric, 00C549 (Rab1), 00C586 (Rab6) and 00C637 (Rab13), and on one sample from a normal fabric flow, 00C603 (Rab8). The acquisition curve has been obtained by measuring with the JR5 spinner magnetometer an IRM induced with the ASC Magnetizer from 0 to 250 mT along the z -axis of a mini-core (1 cm in diameter and 1 cm long). The demagnetization curve has been obtained by stepwise AF treatment with peak values in the same range than the acquisition curve. All

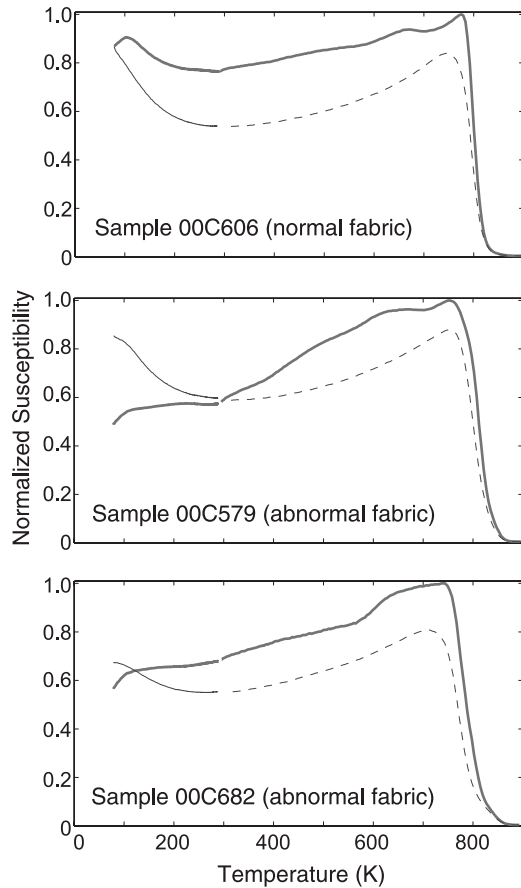


Figure 6. Thermomagnetic curves at low and high temperature. The first heating from liquid nitrogen temperature (78 K) is the thick black curve and the second heating is the fine grey curve. The dashed line is the cooling part of the experiment.

samples present an asymmetrical acquisition curve compared to the demagnetization curve: R values range between 0.2 and 0.35. These results substantiate the presence of SD interacting grains and/or MD grains, the R ratio being unfortunately unable to differentiate the two possibilities. However, samples dominated by MD grains can be distinguished from interacting SD grains in how fast they saturate. Indeed, samples with MD will show steeper IRM acquisition curves at low fields, as the sample 00C603 (normal fabric) which shows a steeper acquisition and a quicker demagnetization than the other samples. This observation, together with the high-viscosity index measured in this flow, supports the presence of a significant fraction of MD grains in flow Rab8 (normal fabric).

FORC diagrams will bring more precise information about the origin of the magnetic interactions. They are constructed by measuring a large number of partial magnetic hysteresis curves known as first-order reversal curves or FORCs, and they are represented by contour plot of 2-D distribution functions (H_c, H_b) (Pike *et al.* 1999) where H_c provides indirect information about the magnetic domain structure and H_b gives information about magnetostatic interactions. A first interpretative framework of FORC diagrams in terms of magnetic domain states was given by Roberts *et al.* (2000). We measured FORCs for one sample from each flow with the Micro Vibrating Sample Magnetometer of the CEREGE institute (Aix en Provence, France). Fig. 10 shows representative FORCs diagrams obtained from normal and abnormal fabric flows, respectively. The

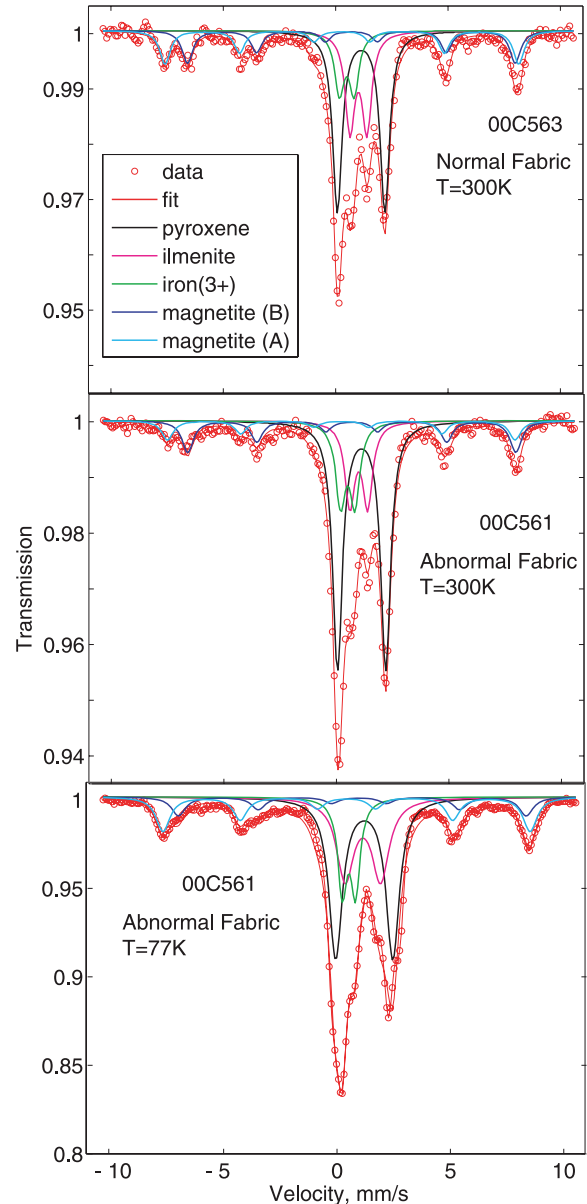
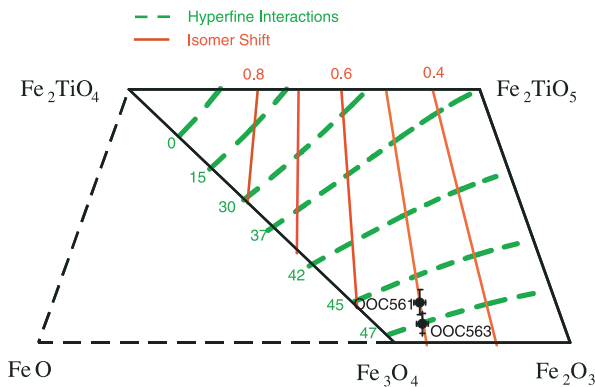


Figure 7. Room temperature Mössbauer spectra for samples 00C563 (normal fabric) and 00C561 (abnormal fabric). Fittings components for pyroxene, ilmenite, magnetite site A and B and unspecific iron(3+) are displayed.

large-scale FORC diagrams (Figs 10a and c) of the 00C606 and 00C626 samples share more similarities than can be seen from the zoomed diagrams (Figs 10b and d). Yet, there are important differences: Compared to 00C626, sample 00C606 has a more pronounced reversible ridge and a less distinct coercivity maximum at 10 mT and therefore is a ‘softer’ Pseudo-Single Domain (PSD) sample, that is, a PSD that is closer to MD, which is consistent with a normal fabric. Sample 00C626 does have a nicely isolated coercivity maximum at 10 mT, which is consistent with strongly interacting magnetite particles. However, viscous SD particles that have a relaxation time of the order of the measurement timescale, that is, 0.1–1 s, may seem similar to MD behaviour on FORCs spectra. However, according to our previous observations and conclusions from Mössbauer spectra, frequency-dependent susceptibility and viscosity index, Figs 10a and b are interpreted as MD grains. On

Table 3. Parameters obtained from the analysis of Mössbauer spectra of samples 00C563 and 00C561. IS is the isomer shift, QS is the quadrupole splitting, LW is the line width and HF is the hyperfine field.

	IS (mm s ⁻¹)	QS (mm s ⁻¹)	LW (mm s ⁻¹)	HF (T)	Contribution (per cent)
00C561 (Normal fabric), Room temperature					
Pyroxene	1.12 ± 0.01	2.14 ± 0.01	0.53 ± 0.01	0.00	47 ± 4
Ilmenite	0.99 ± 0.01	0.79 ± 0.03	0.53 ± 0.01	0.00	16 ± 1
unspecified Fe(III)	0.50 ± 0.02	0.64 ± 0.03	0.53 ± 0.01	0.00	15 ± 1
Magnetite (A)	0.22 ± 0.06	0.00	0.61 ± 0.08	47.93 ± 0.46	9 ± 1
Magnetite (B)	0.68 ± 0.04	0.00	0.61 ± 0.08	45.23 ± 0.29	14 ± 1
00C561 (Normal fabric), 77 K					
Pyroxene	1.20 ± 0.00	2.52 ± 0.01	0.72 ± 0.01	0.00	37 ± 3
Ilmenite	1.14 ± 0.01	1.56 ± 0.03	0.91 ± 0.01	0.00	24 ± 1
unspecified Fe(III)	0.53 ± 0.00	0.58 ± 0.01	0.49 ± 0.01	0.00	16 ± 1
Magnetite (A)	0.22 ± 0.06	0.00	0.61 ± 0.08	50.23 ± 0.08	16 ± 1
Magnetite (B)	0.68 ± 0.04	0.00	0.61 ± 0.08	47.58 ± 0.15	9 ± 1
00C563 (Abnormal fabric), Room temperature					
Pyroxene	1.13 ± 0.01	2.11 ± 0.03	0.51 ± 0.02	0.00	37 ± 6
Ilmenite	1.01 ± 0.01	0.75 ± 0.03	0.51 ± 0.02	0.00	20 ± 1
unspecified Fe(III)	0.49 ± 0.05	0.65 ± 0.08	0.51 ± 0.02	0.00	12 ± 1
Magnetite (A)	0.28 ± 0.04	0.00	0.57 ± 0.07	48.83 ± 0.26	15 ± 2
Magnetite (B)	0.70 ± 0.04	0.010	0.57 ± 0.07	45.25 ± 0.28	15 ± 2

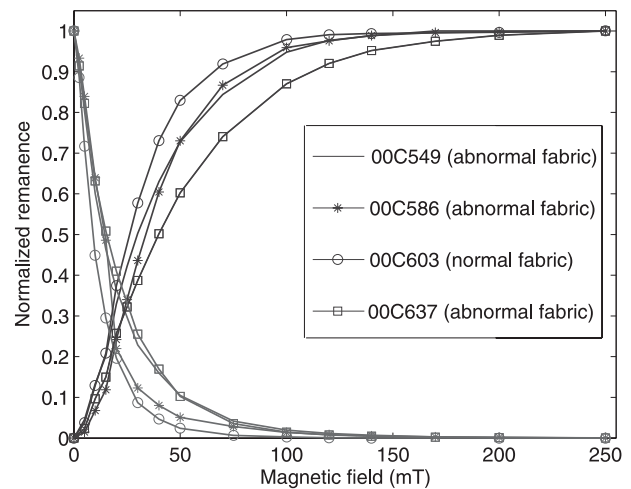
**Figure 8.** Contours of constant average magnetic hyperfine field and average isomer shift as determined by room-temperature Mössbauer spectroscopy in the FeO-TiO₂-Fe₂O₃ ternary system (Gunnlaugsson *et al.* 2008) for the samples 00C561 and 00C563.

the contrary, closed curves (Fig. 10d) obtained for samples yielding an abnormal fabric are related to SD grains (Roberts *et al.* 2000), the large dispersion along H_b being interpreted as strongly interacting SD grains (Pike *et al.* 1999; Egli 2006b; Evans *et al.* 2006).

5 DISCUSSION

To sum up the experimental study, we demonstrated that the abnormal magnetic fabrics measured in the Mount Rabouillère volcanic sequence is not simply an inverse fabric due to SD grain population, but is rather related to a mixture of prevailing SD interacting grains population and a subsidiary MD grains population. SD grains were clearly identified as small titanomagnetite crystallized within the interstitial glass in globular aggregates, not uniformly distributed within the matrix but aligned along the plagioclase laths. Now the question is: to what extent such SD interacting grains can affect the magnetic susceptibility and its anisotropy?

An important parameter controlling the interaction field intensity is the packing parameter p . Indeed, the closer the SD particles

**Figure 9.** Crossover diagrams for the samples 00C549, 00C586, 00C637 (abnormal fabric) and 00C607 (normal fabric): magnetization and demagnetization curves (normalized to the maximal magnetization) as a function of the applied alternative field (mT).

are, the stronger the interaction field is. The mean size of these clusters is about 0.3–0.5 μm . The size for SD magnetite grains is 0.03–0.05 μm (Dunlop & Özdemir 1997). Considering an ensemble of spheres, for example, SD magnetite grains, which are packed, the packing parameter or the relative volume p of the magnetic particles is defined by the ratio between the total volume of the cluster and the volume occupied by the particles. Numerical simulations show that the maximal packing parameter for random close packing spheres is 0.636 (Torquato *et al.* 2000). According to the size of the cluster and the size of the SD particles, we suggest two scales of packing: SD particles packed in small clusters of about 0.1 μm , further packed in a bigger cluster. Thus, we evaluated for the globular aggregates observed a maximum packing parameter between 0.20 and 0.40. The presence of strongly interacting SD particles in abnormal fabrics

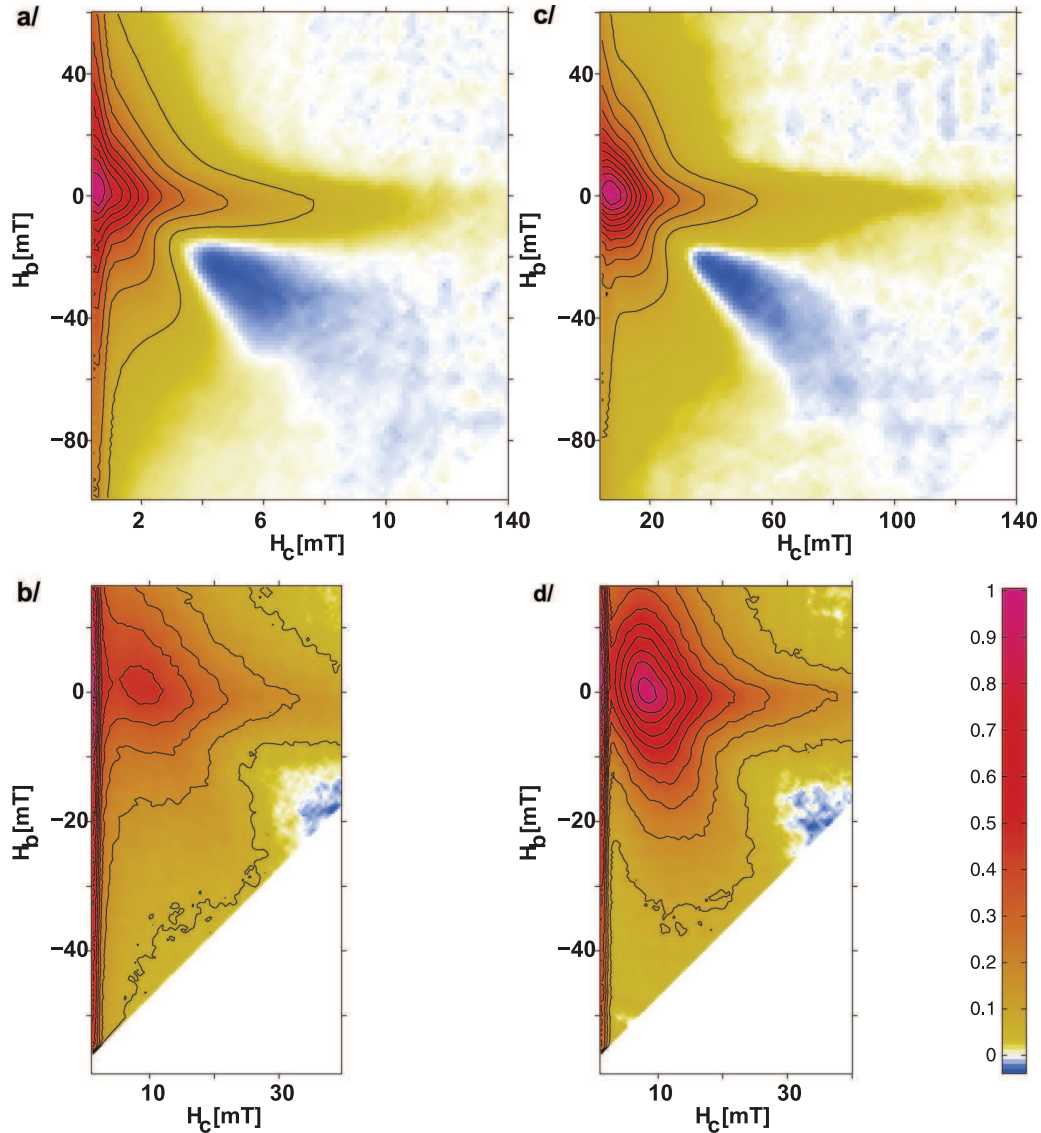


Figure 10. FORC diagrams processed by the Winklhofer & Zimany (2006)'s Matlab code. (a) large-scale and (b) zoomed FORCs diagrams for sample 00C606 yielding a normal fabric; (c) large-scale and (d) zoomed FORCs diagrams for sample 00C626 yielding an abnormal fabric. Smoothing factor (SF) = 3 for all plots.

samples will likely alter the AMS signal. To check this hypothesis, we developed a physical model to test the influence of magnetic interactions on magnetic susceptibility and its anisotropy.

The theoretical study of role of magnetostatic interactions on magnetic susceptibility has been initiated by Stephenson (1994) who showed that magnetically isotropic particles with linear or planar regular arrangements give rise to the AMS. Cañón-Tapia (1996) and Gaillot *et al.* (2006) generalized this model by studying the effects of individual-particle anisotropy in the AMS. However, the main drawback of these models is that they always suggest a regular arrangement of magnetic particles in a sample. Obviously, in reality it is not true that the grains are actually randomly distributed over the volume of a specimen. As a consequence, the magnetic fields generated by these grains are also random and therefore their effect on AMS can be drastically different from those of regularly ordered interaction fields generated by regularly arranged particles. The purpose of the last part of the study is to develop an appro-

priate theoretical model accounting for the random character of the interaction fields.

5.1 Numerical approach

The natural way to model systems of interacting particles is to introduce the local interaction field H_{int} . For a given grain, this field is produced by all the other grains in the cluster. As the grains are randomly distributed over the volume of the cluster, the intensity of the local interaction fields is also random and can be described statistically with a probability density function $W(H_{\text{int}})$. For the densely packed cluster, this function can be approximated by a Gaussian distribution (Shcherbakov & Shcherbakova 1975; Egli 2006b).

$$W(H_{\text{int}}) = \frac{1}{\sigma_0 \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{H^2}{2\sigma_0^2}\right) \quad (4)$$

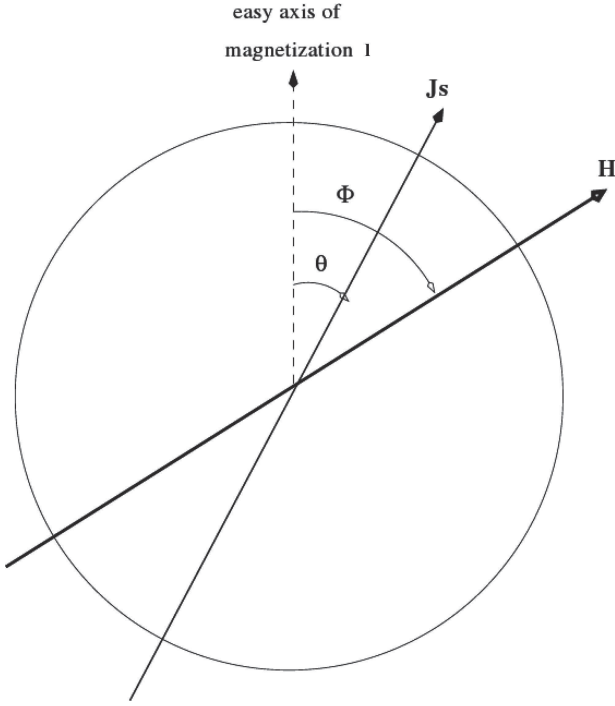


Figure 11. Sketch of a possible influence of magnetostatic interactions on an uniaxial SD particle. \mathbf{J}_s is the spontaneous magnetization, \mathbf{H} is the interaction field and ϕ the angle between \mathbf{H} and \mathbf{I} .

with the dispersion $\sigma_0 = 0.3J_s\sqrt{p}$, and J_s is the saturation magnetization of grains. For $J_s \approx 480 \text{ kA m}^{-1}$ (magnetite) at $p \approx (0.2-0.4)$, the dispersion σ_0 reaches values on the order of 100 mT. That means that the local fields can be really strong in accordance with the results inferred from the FORCs diagrams and the Cisowski's test.

5.1.1 Magnetic energies for SD particles with uniaxial anisotropy

Consider an SD particle with an uniaxial anisotropy and a spontaneous magnetization \mathbf{J}_s and let be θ the angle between \mathbf{J}_s and the easy axis of magnetization \mathbf{I} . If magnetostatic interactions are neglected and no external magnetic field is applied, the magnetic moment is aligned with \mathbf{I} . However, under the influence of magnetostatic interactions \mathbf{H} , \mathbf{J}_s is deflected from the easy axis with an angle θ (Fig. 11).

The total energy E_{tot} of the grain is (see e.g. O'Reilly 1984)

$$E_{\text{tot}} = E_{\text{an}} + E_{\text{int}}, \quad (5)$$

where

$$E_{\text{an}} = K \sin^2 \theta \quad (6)$$

is the anisotropy energy and

$$E_{\text{int}} = -\mathbf{J}_s \cdot \mathbf{H}_{\text{int}} \quad (7)$$

is the magnetostatic interaction energy. Here, the dimensionless non-perturbed energy density is

$$E_0 = \sin^2 \theta - H \cos(\phi - \theta), \quad (8)$$

where H is a dimensionless interaction magnetic field ($H = J_s H_{\text{int}}/K$). For the following study, the interaction magnetic field H is a proxy of the packing parameter, as stated earlier by eq. (4), and can be estimated in natural samples by microscopic observations.

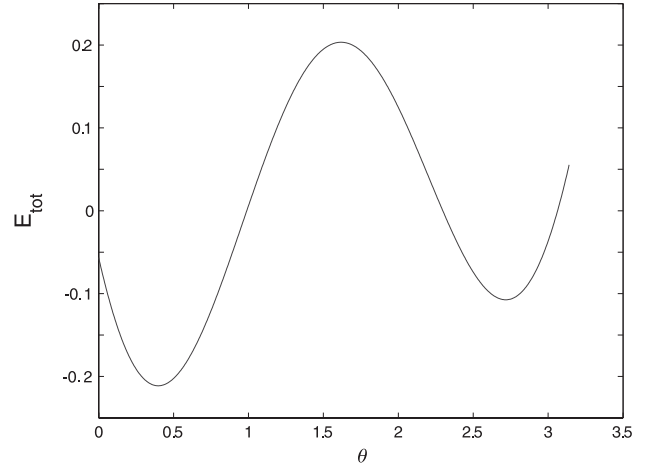


Figure 12. The total energy density E_{tot} as a function of the angle θ for $H = 0.8$ and $\psi = 1.5$ (cf. eq. 10).

The position of equilibrium θ_0 of the magnetic moment corresponds to the minimum of E_0 . This position is found by solving

$$\frac{\partial E_0}{\partial \theta} = \sin(2\theta) - H \sin(\phi - \theta) = 0. \quad (9)$$

The roots θ_0 depend on the value of ϕ , $\phi \in [-\pi; \pi]$. For $H < 1$, there are always two minima states of the energy: θ_0^1 and θ_0^2 , where θ_0^1 , corresponding to $\phi < \pi/2$, is the deep potential well whereas θ_0^2 , corresponding to $\pi/2 < \phi < \pi$, is the shallow potential well (Fig. 12).

In this geometry, consider that the SD particle is submitted to a small external field h_{small} as $h_{\text{small}} \ll H_{\text{int}}$ (susceptibility measurement for example). The total energy density E_{tot} becomes

$$E_{\text{tot}} = E_0 - \Delta E = \sin^2(\theta) - H \cos(\theta - \phi) - h \cos(\theta - \psi), \quad (10)$$

where $\psi \in [-\pi; \pi]$ is the angle between small field \mathbf{h} and the axis of easy magnetization and $h = J_s h_{\text{small}}/K$ is dimensionless magnetic field. For simplicity, consider here the 2-D arrangement when the easy axis and the fields H and h lay in the same plane. The generalization for the 3-D case is straightforward but bulky and is presented elsewhere (Fanjat *et al.* 2012). In this case, the position of equilibrium is slightly deflected from its initial position by a small angle y . So $\theta'_0 = \theta_0 + y$ where $y \ll 1$. The development of E_{tot} in Taylor's series at θ'_0 (eq. 11) gives an expression of E_{tot} in terms of F , the second derivative of E_0 (eq. 12).

$$E_{\text{tot}}(\theta_0 + y) \approx F \frac{y^2}{2} - h \cos(\psi - \theta_0 - y) + cst, \quad (11)$$

$$F = \frac{\partial^2 E_0}{\partial \theta^2} = 2 \cos(2\theta) + H \cos(\phi - \theta). \quad (12)$$

The expression of the induced magnetic moment m_{ind} is obtained by the projection of this equation on \mathbf{h} when ϕ and ψ are given

$$\begin{aligned} m_{\text{ind}}(\psi) &= J_s \cos(y + \theta_0 - \psi) \\ &= J_s \cos(\theta_0 - \psi) + \frac{J_s}{F} h \sin^2(\theta_0 - \psi). \end{aligned} \quad (13)$$

The total induced magnetic moment is obtained by the integration of eq. (13) over ϕ and ψ . As is seen from eq. (13), the intensity of the induced magnetization is inversely proportional to the value of the second derivative F , which means that the susceptibility increases with the increase of the interaction field H for the shallow potential well $\pi/2 < \phi < \pi$ and decreases inside the deep potential

well $0 < \phi < \pi/2$. The following scenario depends on the initial magnetization state of the sample. Whatever is the nature of the remanent magnetization in a natural sample, the distribution function of the interaction field is comprised between two boundary states: either isotropic, which formally corresponds to the thermal demagnetized state, or strongly ordered, which formally corresponds to the AF-demagnetized state.

5.1.2 Isotropic distribution for the easy axes

Thermodemagnetized state. Let us consider now that we have a sample for which the distribution function for \mathbf{H} is isotropic. Then, introducing the blocking temperature T_b of a grain, the probability that θ_0 belongs to either θ_0^1 or θ_0^2 is described by the Boltzman's distribution

$$P[\theta_0^i(\phi)] = \frac{1}{C} e^{\left(-\frac{E_0[\theta_0^i(\phi)]}{k_B T_b}\right)} \quad \text{for } i = (1,2), \quad (14)$$

where

$$C = e^{\left(-\frac{E_0[\theta_0^1(\phi)]}{k_B T_b}\right)} + e^{\left(-\frac{E_0[\theta_0^2(\phi)]}{k_B T_b}\right)} \quad (15)$$

and k_B is the Boltzman's constant. The total magnetic moment can be found by averaging eq. (13) over ϕ and ψ .

$$\begin{aligned} M = & \frac{1}{2C\pi^2} \left(\int_{-\pi/2}^{\pi/2} \int_{-\pi}^{\pi} (\cos(\theta_0 - \psi)) \right. \\ & + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F} \left. \right) f(\phi, \psi) d\psi e^{\left(-\frac{E_0^1(\phi)}{k_B T_b}\right)} d\phi \\ & + \int_{\pi/2}^{\pi} \int_{-\pi}^{\pi} (\cos(\theta_0 - \psi)) \\ & + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F} \left. \right) f(\phi, \psi) d\psi e^{\left(-\frac{E_0^2(\phi)}{k_B T_b}\right)} d\phi \\ & + \int_{-\pi}^{-\pi/2} \int_{-\pi}^{\pi} (\cos(\theta_0 - \psi)) \\ & + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F} \left. \right) f(\phi, \psi) d\psi e^{\left(-\frac{E_0^2(\phi)}{k_B T_b}\right)} d\phi, \quad (16) \end{aligned}$$

where $f(\phi, \psi)$ is the distribution function of the angles ϕ and ψ . If there is no magnetic fabric, then ϕ has a uniform distribution over $[0, \pi]$. Neglecting a possible correlation between the directions of magnetic moments of the grains, the angle ψ is also distributed uniformly over $[0, \pi]$. As a consequence, for further estimations, we will assume that $f(\phi, \psi) = 1$.

To estimate the susceptibility measured from the thermodemagnetized state, consider the extreme case when the thermodemagnetization completely randomizes the direction of the interaction field in relation to the position of the grain easy axis. Physically, this happens when at blocking temperature T_b the interactions are weak, so the ratio $\frac{E_0(\phi)}{k_B T_b} \ll 1$. Then from eq. (16) and integrating over ψ , we obtain the expression of the magnetic susceptibility

$$\chi_T(H) = \frac{1}{2\pi} \int_0^\pi \frac{1}{2 \cos[2\theta_0(\phi)] + H \cos[\theta_0(\phi) - \phi]} d\phi. \quad (17)$$

The susceptibility of the completely thermodemagnetized state increases notably when the interaction field increases (Fig. 13a). The physical explanation to this increase lies in the fact mentioned earlier that the susceptibility increases with the increase of the interaction field H for the shallow potential well $\pi/2 < \phi < \pi$. Though for the

deep potential well $0 < \phi < \pi/2$, the susceptibility decreases, the overall effect favours the general increase of $\chi_T(H)$.

AF-demagnetized state. The application of AF forces the magnetic moment of a grain to switch from one direction to the other along its easy axis. In the absence of external or interaction fields, it leads to a total randomization of the magnetic moments for an SD ensemble when half of them falls in one direction and the second half falls in the opposite one. However, any magnetic field will break the symmetry making these states not equivalent. With the gradual decrease of the AF amplitude, the moment of the grain will finally be trapped in the biggest critical field state, that is, in the deepest potential well. Thus, even if the location of the magnetic moment before the AF treatment was in the shallow minimum $\theta_0 = \theta_0^2$, it will occupy eventually the deep potential well $\theta_0 = \theta_0^1$. Hence

$$\chi_{AF}(H) = \frac{1}{\pi} \int_0^{\pi/2} \frac{1}{2 \cos[2\theta_0(\phi)] + H \cos[\theta_0(\phi) - \phi]} d\phi. \quad (18)$$

The magnetic susceptibility of particles in AF-demagnetized state decreases when the interaction field increases (Fig. 13a). Physically, the decrease of χ_{AF} is conditioned by the deepening of the potential well of the states with $\theta_0 = \theta_0^1(\phi)$ when $\phi < \pi/2$, that is, when the direction of the interaction field is close to the direction of the magnetic moment. Such state interaction fields always decrease the magnetic susceptibility. Actually, the susceptibility increases sharply when a magnetic moment occupies the state $\theta_0 = \theta_0^2(\phi)$. So, the increase of χ_T is secured namely by the occupation of this kind of states because of potential wells become shallower when $\pi/2 < \phi < \pi$, that is, when the direction of the interaction field is more or less opposite to the easy axis.

We measured the magnetic susceptibility after thermal demagnetization (560°C) and AF-demagnetization (200 mT along the core z -axis) for abnormal- and normal-fabric samples. Unfortunately, experimental Th-demagnetized state was difficult to obtain due to explosion of many samples during heating. Only 27 samples, 17 yielding abnormal fabrics and 10 yielding normal fabrics, were available at the end of experiments. As expected by the calculations, it can be seen in Fig. 13(b) that the susceptibility is stronger in the thermodemagnetized state than in AF-demagnetized state. We also note that normal-fabric samples yield a K -ratio in average lower than the abnormal-fabric samples.

5.1.3 Anisotropic distribution for the easy axes

If there is a magnetic fabric, then the easy axes are distributed non-homogeneously over the angles ψ , hence the distribution function $f(\psi, \phi)$ is not constant. Let us suggest for simplicity that the distribution of interaction field vector is totally random so that $f(\phi, \psi) = f(\psi)$. We can formally decompose $f(\psi)$ into Fourier series. Let us retain only the first two terms, so f becomes

$$f(\phi, \psi) = 1 + a \cos(2\psi), \quad (19)$$

where a is a coefficient. With this choice, the maximum susceptibility axis lies along $\psi = 0$.

Thermodemagnetized state. Using eq. (19), eq. (16) becomes

$$M = \frac{h}{8\pi} \int_{-\pi}^{\pi} \frac{2 - a \cos(2\theta_0(\phi))}{F} d\phi. \quad (20)$$

From here the susceptibility along $\psi = 0$ direction is

$$K_1 = \frac{1}{4\pi} \int_0^\pi \frac{2 - a \cos(2\theta_0(\phi))}{F} d\phi \quad (21)$$

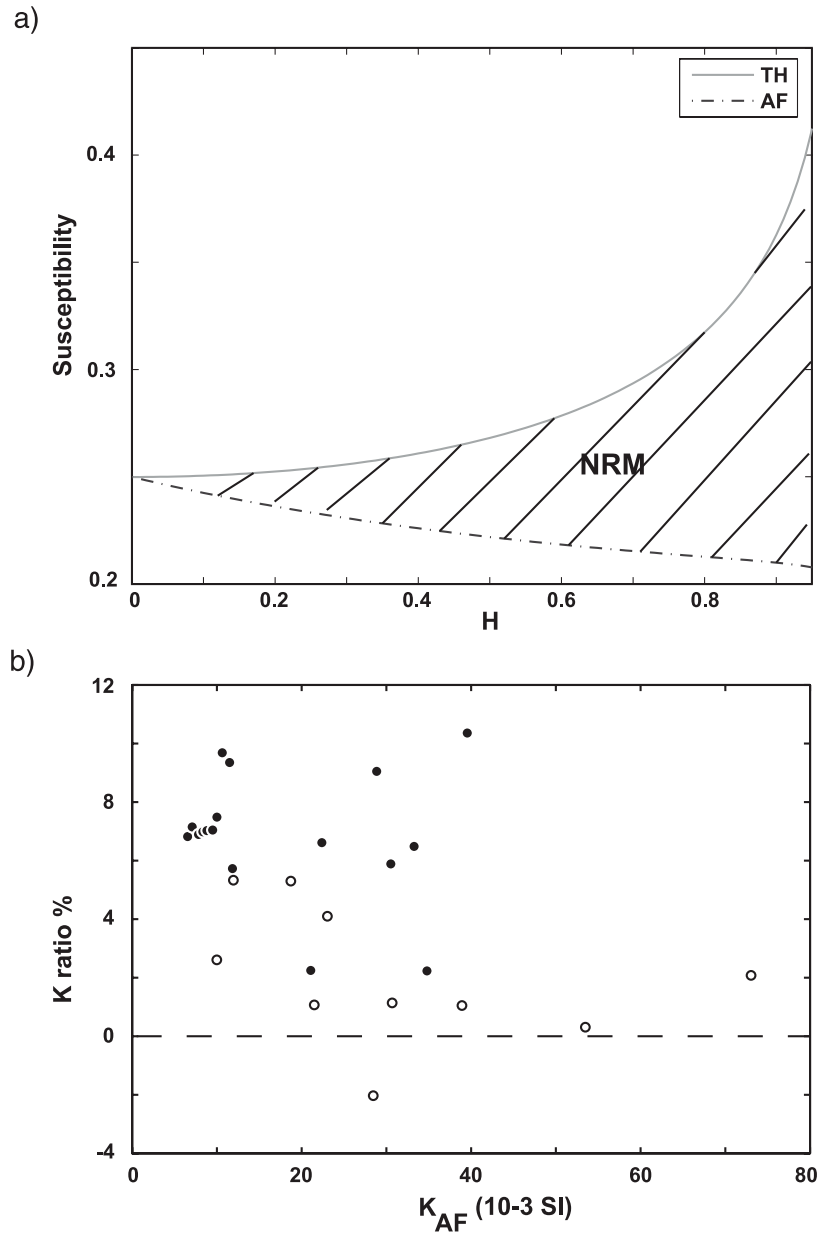


Figure 13. Influence of the interaction field on the bulk susceptibility. (a) Theoretical magnetic susceptibility of AF-demagnetized (K_{af}) and thermodemagnetized (K_{th}) globule cluster of SD grains as a function of the interaction field H . (b) Experimental value of bulk susceptibility for 17 abnormal-fabric samples (black circles) and 10 normal-fabric samples (white circles). K_{ratio} is the normalized difference in per cent between the bulk susceptibility after thermal demagnetization (K_{th}) and after AF demagnetization (K_{af}) such as $K_{ratio} = [K_{th} - K_{af}]/K_{af} \times 100$. As predicted by the model, K_{th} is always greater than K_{af} for all samples but one. K_{ratio} for the normal-fabric samples seems to be lower than those for the abnormal-fabric samples.

and along perpendicular axis

$$K_3 = \frac{1}{4\pi} \int_0^\pi \frac{2 + a \cos(2\theta_0(\phi))}{F} d\phi. \quad (22)$$

AF-demagnetized state. Using the same development, we calculate the minimal and maximal susceptibility for the AF-demagnetized particle.

$$K_1 = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{2 - a \cos(2\theta_0(\phi))}{F} d\phi \quad (23)$$

and along perpendicular axis

$$K_3 = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{2 + a \cos(2\theta_0(\phi))}{F} d\phi. \quad (24)$$

The anisotropy degree $P = \chi_{max}/\chi_{min}$ decreases as the interaction field increases (Fig. 14a). Experimental value of the degree of anisotropy P have been measured for the same samples used in Fig. 13(b). Fig. 14(b) illustrates the comparison of the degree of anisotropy after thermal demagnetization and after AF demagnetization. The degree of anisotropy is, for all samples but two, stronger after AF demagnetization, in agreement with the outcome

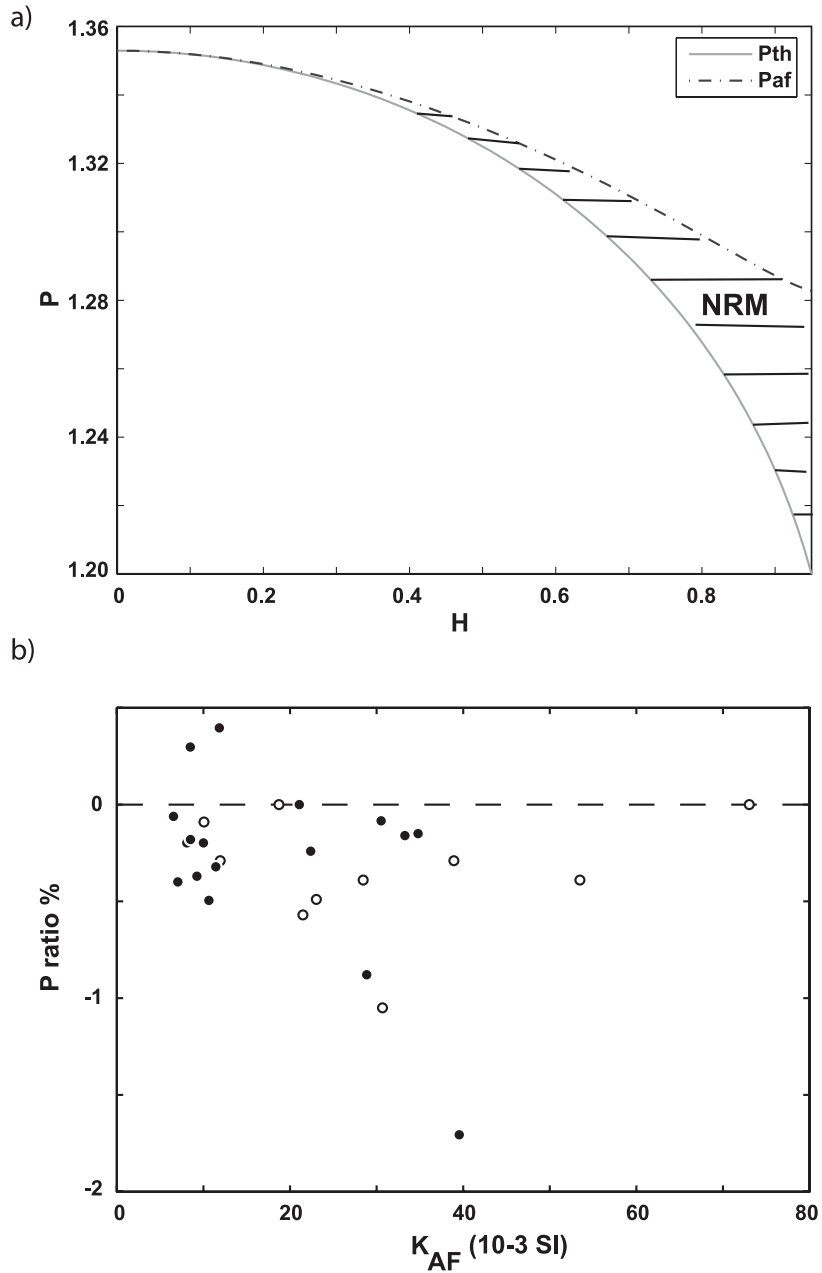


Figure 14. Influence of the interaction field on AMS anisotropy degree. (a) Theoretical AMS anisotropy degree $P = K_1/K_3$ of AF-demagnetized and thermodemagnetized globule cluster of SD grains as a function of the interaction field H . The coefficient a of eq. (19) was taken as $a = 1$. (b) Experimental value of P for 17 abnormal-fabric samples (black circles) and 10 normal-fabric samples (white circles). P_{ratio} is the normalized difference in per cent between P measured after thermal demagnetization (P_{th}) and after AF demagnetization (P_{af}) such as $P_{ratio} = [P_{th} - P_{af}]/P_{af} \times 100$. K_{af} is the bulk susceptibility after AF demagnetization (SI unit). For most of the samples, P_{th} is always lower than P_{af} as predicted by the model. No different trends between P_{ratio} from abnormal- and normal-fabric samples are observed.

of the model. This model clearly shows that when interactions are relatively strong the anisotropy ellipsoid is approaching a sphere introducing noise in measurements. This can lead to abnormal fabrics.

5.2 Magnetic interactions at the origin of abnormal magnetic fabrics?

Several theoretical models have been developed to understand the effects of magnetic interactions on magnetic fabrics (Stephenson

1994; Cañón-Tapia 1996; Muxworthy & Williams 2004; Gaillot *et al.* 2006). All these models rely on a non-uniform distribution (lineation or foliation) of magnetic particles with uniaxial anisotropy. They predict that the degree of anisotropy is increased by magnetic interactions induced by the distribution anisotropy. On the contrary, the model by Cañón-Tapia (2001), which explores the influence of interacting and non-interacting magnetic fractions coexisting in the same sample, can predict in some particular cases a decrease of the degree of anisotropy for a significant interacting fraction. The present case is different as the non-uniform

distribution of the clusters corresponds to a lineation along plagioclase laths, but these clusters are built by SD particles with uniaxial anisotropy randomly distributed. The distance between two consecutive clusters is a few micrometres whereas magnetic particles building up these clusters are much closer. In this particular geometry, magnetic interactions are stronger within the cluster than between the clusters. If the lineation geometry was dominant, the AMS signal should increase along the flow direction but we observe the contrary: the AMS signal is noised in samples with abnormal fabrics, assuming an important part of interactions in spherical clusters.

Egli (2006a) have shown that densely packed interacting particles with uniaxial anisotropy also interfere with the remanent magnetization. In our study, the A-ARM is well defined for lava flows yielding normal AMS fabric, which seems to be the case when interactions are small. On the contrary, the A-ARM is less well defined for lava flows with abnormal AMS fabric. Principal axes seem to be rotated with respect to samples yielding a normal fabric. Magnetostatic interactions may also explain this difference on magnetic remanence between the two groups.

5.3 Alternative interpretations

Borradaile & Gauthier (2001) have shown that AMS fabric might be complicated by the mixture of inverse and normal AMS fabrics from SD and MD titanomagnetite. To avoid this kind of complication, they recommend to remove samples with high susceptibility. In our study, samples yielding normal or abnormal fabrics do not present a significant difference on bulk susceptibility (Table 1), therefore this is not the explanation in our case. An other alternative interpretation calls for a particular strain pattern in which the main force would be horizontal yielding a vertical lineation. Such pattern can be encountered at the flow front, for straight or divergent flow producing a discrepancy between flow direction and magnetic fabrics (Merle 1998), or at the last stage of flow emplacement when the lava is quite viscous and thus resists to the flow. Such horizontal stress is able to produce abnormal AMS fabric with regard to the mean flow but normal fabric in agreement with the local strain. The local flow direction deduced from the LPO analyses on plagioclases show a good agreement with the mean flow direction in cases of normal and abnormal AMS fabrics. Furthermore, the analyses of the remanent fabric tallies with the LPO of plagioclases in both cases. So this direct relation which exists between the magnetic fabric and the crystallographic fabrics tends to rule out this hypothesis.

Other abnormal orientations can be found far from the flow boundaries as the result of the cyclic movement of particles (Cañón-Tapia & Chávez-Álvarez 2004). From a simple numerical modelling, these authors showed that the abnormal orientations would depend on both the elongation ratio of the particles and the amount of shear that is sampled. Such dependence on particle shape is important in the present context because it indicates that, at least theoretically, two sets of particles with different aspect ratios may have their abnormal orientation at different places in the flow. The possibility of having subfabrics could explain why the plagioclases have a normal crystallographic fabric while AMS fabric is abnormal. Unfortunately, a check of this model requires a particular sampling along several different profiles, which is not the case in this study. However, we do not believe that this model can account for our measurements because we observed trains of globular aggregates along the silicate microlite framework that suggest strong magnetic interactions. We have shown that the magnetic interaction

fields induced by these globular aggregates could introduce noise in the AMS measurement by decreasing the degree of anisotropy.

Finally, particle clusters identified in abnormal fabrics (Fig. 1) seem to result from a late crystallization in the lava of Fe-Ti oxides, by destabilization of the interstitial glass. Two cases have to be distinguished. Horizontal strain would deform the magnetic clusters and alter the orientation of plagioclases if the late crystallization occurred during the phase where the lava is viscous. We did not observe however such deformation. The second case corresponds to the crystallization of magnetic clusters just after the lava stopped to flow. Hargraves *et al.* (1991) has shown that, even when no early microphenocrysts of titanomagnetites were formed, AMS is an indirect reflection of the pre-existing silicate fabric by distribution anisotropy of late crystallized particles along the silicate fabric in absence of stress. This is the case in our study where the clusters are aligned along the plagioclase framework and yet, abnormal AMS fabrics are uncorrelated with LPO of plagioclases. This process of late crystallization is also not suitable to explain the observed abnormal fabrics.

6 CONCLUSIONS

This study brings us to the following conclusions:

(1) A multiscale approach is recommended to determine the flow direction of the Kerguelen flood basalts. We have shown that the flow direction can be retrieved from AMS analysis with the help of EBSD analyses on plagioclases LPO, these later can be performed from a single sample by flow. In this study, the analysis of the magnetic fabric at the flow scale allows to distinguish between normal and abnormal fabrics. Then, analysis at the whole-section-scale is important to strengthen the conclusions. We found that the flow direction obtained from the stack of all normal magnetic fabrics is consistent with the geological observations. This supports Henry *et al.* (2003) and Plenier *et al.* (2005)'s conclusions that, at least for the volcanism encountered in Kerguelen, several successive lava flows emplaced under similar conditions have to be analysed altogether.

(2) Experimental evidences show that our samples yielding abnormal fabrics seem to be linked to a predominance of SD interacting grains (low-Ti titanomagnetite) associated in micrometric globules and crystallized in the interstitial glass along the plagioclase laths.

(3) Our preferred interpretation to account for abnormal fabrics in these lavas relies on the influence of magnetic interactions. Our model predicts that the degree of anisotropy decreases as the magnetic interactions increase. Thus, we think that a large scattering in magnetic fabric, which led in the present case to abnormal mean fabrics, could be explained by strong magnetic interactions in a particular arrangement of densely packed magnetic particles.

ACKNOWLEDGMENTS

We are grateful to the 'Institut Polaire Paul Emile Victor' for providing transport facilities and support for this project. We thank Alain Vauchez for scientific discussions, Guillaume Plenier for his help during the preliminary AMS measurements and Thierry Poidras and Patrick Nicol for technical help during laboratory experiments. We thank Christophe Nevado for preparing the thin polished sections. FORCs analyses have been performed at the CEREGE laboratory, Aix en Provence (France). Pierre Rochette is gratefully acknowledged. We are grateful to M. Winklhofer and an anonymous referee whose valuable comments and remarks significantly helped

improving the text and the data presentation. The editorial work of E. Apple is also appreciated.

REFERENCES

- Arbaret, L., Diot, H. & Bouchez, J.L., 1996. Shape fabrics of particles in low concentration suspensions: 2D analogue experiments and application to tilting in magma, *J. Struct. Geol.*, **18**, 941–950.
- Bascou, J., Camps, P. & Dautria, J.M., 2005. Magnetic versus crystallographic fabrics in a basaltic lava flow, *J. Volc. Geotherm. Res.*, **145**, 119–135.
- Borradaile, G.J. & Gauthier, D., 2001. AMS-detection of inverse fabrics without AARM in ophiolite dikes, *J. geophys. Res.*, **28**, 3517–3520.
- Bunge, H.J., 1958. *Texture Analysis in Material Sciences*, Butterworths, London.
- Camps, P., Henry, B., Nicolaysen, K. & Plenier, G., 2007. Statistical properties of paleomagnetic directions in Kerguelen lava flows: implications for the late Oligocene paleomagnetic field, *J. geophys. Res.*, **112**, B06102, doi:10.1029/2006JB004648.
- Cañón-Tapia, E., 1996. Single-grain distribution anisotropy: a simple three-dimensional model, *Phys. Earth planet. Inter.*, **94**, 117–131.
- Cañón-Tapia, E., 2001. Factors affecting the relative importance of shape and distribution anisotropy in rocks: theory and experiments, *Tectonophysics*, **340**, 117–131.
- Cañón-Tapia, E. & Chávez-Álvarez, M.J., 2004. Theoretical aspects of particle movement in flowing magma: implication for the anisotropy of magnetic susceptibility of dykes and lava flows, *Geol. Soc. Lond. Spec. Pub.*, **238**, 227–249, doi:10.1144/GSL.SP.2004.238.01.15.
- Cañón-Tapia, E. & Pinkerton, H., 2000. The anisotropy of magnetic susceptibility of lava flows: an experimental approach, *J. Volc. Geotherm. Res.*, **98**, 219–233.
- Cañón-Tapia, E., Walker, G.P.L. & Herrero-Bervera, E., 1996. The internal structure of lava flows—insights from AMS measurements: I. Near-vent a’ā, *J. Volc. Geotherm. Res.*, **70**, 21–36.
- Cañón-Tapia, E., Walker, G.P.L. & Herrero-Bervera, E., 1997. The internal structure of lava flows—insights from AMS measurements: II. Hawaiian pahoehoe, toothpaste lava and ‘a’ā, *J. Volc. Geotherm. Res.*, **76**(1–2), 19–46.
- Cisowski, S., 1981. Interacting vs. non-interacting single domain behavior in natural and synthetic samples, *Phys. Earth planet. Inter.*, **26**, 56–62.
- Constable, C. & Tauxe, L., 1990. The bootstrap for magnetic susceptibility tensor, *J. geophys. Res.*, **95**, 83–95.
- Dunlop, D., 1983. Viscous magnetization of 0.04–100 μm magnetites, *Geophys. J. R. astr. Soc.*, **74**, 667–687.
- Dunlop, D.J. & Özdemir, O., 1997. *Rock Magnetism: Fundamentals and Frontiers*, Cambridge University Press, Cambridge.
- Egli, R., 2006a. Theoretical considerations on the anhysteretic remanent magnetization of interacting particles with uniaxial anisotropy, *J. geophys. Res.*, **111**, B12S18, doi:10.1029/2006JB004577.
- Egli, R., 2006b. Theoretical aspects of dipolar interactions and their appearance in first-order reversal curves of thermally activated single-domain particles, *J. geophys. Res.*, **111**, B12S17, doi:10.1029/2006JB004567.
- Evans, M.E., Krása, D., Williams, W. & Winklhofer, M., 2006. Magnetostatic interactions in a natural magnetite-ulvöspinel system, *J. geophys. Res.*, **111**, B12S16, doi:10.1029/2006JB004454.
- Fanjat, G., Shcherbakov, V. & Camps, P., 2012. Influence of magnetic interactions on the anisotropy of magnetic susceptibility: the case of single domain cluster aggregation, *Stud. Geophys. Geod.*, **56**(2), in press.
- Florez, J., Mazo-Zuluaga, J. & Restrepo, J., 2005. Ferrimagnetic to paramagnetic transition in magnetite: Mössbauer versus monte carlo, *Hyperfine Interact.*, **161**(1), 161–169.
- Gaillot, P., de Saint Blanquat, M. & Bouchez, J.L., 2006. Effects of magnetic interactions in anisotropy of magnetic susceptibility: models, experiments and implications for igneous rock fabrics quantification, *Tectonophysics*, **418**, 3–19.
- Greenwood, N.N. & Gibb, T.C., 1971. *Mössbauer Spectroscopy*, Chapman and Hall, London.
- Gunnlaugsson, H.P., Helgason, Ö., Kristjánsson, L., Nørnberg, P., Rasmussen, H., Steinthorsson, S. & Weyer, G., 2006. Magnetic properties of olivine basalt: application to Mars., *Phys. Earth planet. Inter.*, **154**(3–4), 276–289.
- Gunnlaugsson, H.P., Rasmussen, H., Kristjánsson, L., Steinthorsson, S., Helgason, Ö., Nørnberg, P., Madsen, M.B. & Mørup, S., 2008. Mössbauer spectroscopy of magnetic minerals in basalt on earth and mars, *Hyperfine Interact.*, **182**, 87–101.
- Hargraves, R.B., Johnson, D. & Chan, C., 1991. Distribution anisotropy: the cause of AMS in igneous rocks? *Geophys. Res. Lett.*, **18**, 2193–2196.
- Henry, B., Plenier, G. & Camps, P., 2003. Post-emplacement tilting of lava flows inferred from magnetic fabric study: the exemple of Oligocene lavas in the Jeanne d’Arc Peninsula (Kerguelen Islands), *J. Volc. Geotherm. Res.*, **127**, 153–164.
- Hext, G., 1963. The estimation of second order tensor with related tests and design, *Biometrika*, **50**, 153–173.
- Jelinek, V., 1976. The statistical theory of measuring anisotropy of magnetic susceptibility of rocks and its application, *Geofisika, Brno, Spec. Publ.*, 1–88.
- Jelinek, V., 1978. Statistical processing of magnetic susceptibility measured on groups of specimens, *Stud. Geophys. Geod.*, **22**, 50–62.
- Jelinek, V., 1981. Characterization of the magnetic fabric of rocks, *Tectonophysics*, **79**, 63–67.
- Khan, M., 1962. The anisotropy of magnetic susceptibility of some igneous and metamorphic rocks., *J. geophys. Res.*, **67**, 2873–2885.
- Knight, M. & Walker, G., 1988. Magma flow directions in dikes of the Koolau Complex, Oahu, determined from magnetic fabric studies, *J. geophys. Res.*, **93**, 4301–4319.
- Krieger-Lassen, N., 1996. The relative precision of crystal orientations measured from electron backscattering patterns, *J. Microsc.*, **181**, 72–81.
- Linder, J. & Leonhardt, R., 2009. Paleomagnetic full vector record of four consecutive mid miocene geomagnetic reversals, *Phys. Earth planet. Inter.*, **177**, 88–101.
- Merle, O., 1998. Internal strain within lava flows from analogue modelling, *J. Volc. Geotherm. Res.*, **81**, 189–206.
- Muxworthy, A. & Williams, W., 2004. *Geol. Soc. Lond. Spec. Pub.*, **238**, 37–47, doi:10.1144/GSL.SP.2004.238.01.04.
- Nougier, J., 1970a. Contribution a l’étude géologique et géomorphologique des îles Kerguelen, *C.N.F.R.A.*, **27**, 440 and 256pp, 2 tomes.
- Nougier, J., 1970b. *Terres Australes et Antarctique Françaises (T.A.A.F.)*, Kerguelen Islands reconnaissance map, 1:200 000, Institut. Geograph. Nat’l, Paris.
- O’Reilly, W., 1984. *Rock and Mineral Magnetism*, Blackie, Glasgow.
- Pike, R.P., Roberts, A.P. & Verosub, K.L., 1999. Characterizing interactions in fine magnetic particle systems using first order reversal curves, *J. appl. Phys.*, **85**, 6660–6667.
- Plenier, G., Camps, P., Henry, B. & Nicolaysen, K., 2002. Paleomagnetic study of Oligocene (24–30 Ma) lava flows from the Kerguelen Archipelago (southern Indian Ocean): directional analysis and magnetostratigraphy, *Phys. Earth planet. Inter.*, **133**, 127–146.
- Plenier, G., Camps, P., Henry, B. & Ildefonse, B., 2005. Determination of flow directions by combining AMS and thin-section analyses: implications for Oligocene volcanism in the Kerguelen Archipelago (southern Indian Ocean), *Geophys. J. Int.*, **160**, 63–78.
- Potter, D.K. & Stephenson, A., 1988. Single-domains particles in rocks and magnetic fabric analysis, *Geophys. Res. Lett.*, **15**, 1097–1100.
- Prévot, M., 1981. Some aspects of magnetic viscosity on subaerial and submarine volcanic rocks, *Geophys. J. R. astr. Soc.*, **66**, 169–192.
- Rivas-Sanchez, M., Alva-Valdivia, L., Arenas-Alatorre, J., Urrutia-Fucugauchi, J., Perrin, M., Goguitchaichvili, A., Ruiz-Sandoval, M. & Molina, M.A.R., 2009. Natural magnetite nanoparticles from an iron-ore deposit: size dependence on magnetic properties, *Earth Planets Space*, **61**, 151–160.
- Roberts, A., Pike, R. & Verosub, K., 2000. First order reversal curve diagrams: a new tool for characterizing the magnetic properties of natural sample, *J. geophys. Res.*, **105**, 28461–28475.
- Rochette, P., Aubourg, C. & Perrin, M., 1999. Is this magnetic fabric normal? a review and case studies in volcanic formations, *Tectonophysics*, **307**, 219–234.

- Roggwiller, P. & Kundig, W., 1973. Mössbauer spectra of superparamagnetic Fe₃O₄, *Solid State Commun.*, **12**, 901–903.
- Schmidt, N.H. & Olesen, N., 1989. Computer-aided determination of crystal-lattice orientation from electron-channeling patterns in the SEM, *Can. Mineral.*, **27**, 15–22.
- Senanayake, W. & McElhinny, M., 1982. The effects of heating on low-temperature susceptibility and hysteresis properties of basalts, *Phys. Earth planet. Inter.*, **30**, 317–321.
- Shcherbakov, V.P. & Shcherbakova, V., 1975. On the magnetostatic interaction in a system of single-domain grains, *Izv. Earth Phys.*, **9**, 101–104.
- Stephenson, A., 1994. Distribution anisotropy: two simple models for magnetic lineation and foliation, *Phys. Earth planet. Inter.*, **25**, 49–53.
- Tarling, D.H. & Hrouda, F., 1993. *The Magnetic Anisotropy of Rocks*, Chapman and Hall, London.
- Theillier, E. & Theillier, O., 1944. Recherches géomagnétiques sur les coulées volcaniques d’auvergne, *Ann. Geophys.*, **1**, 37–52.
- Thompson, A., Rancourt, D.G., Chadwick, O.A. & Chorover, J., 2011. Iron solid-phase differentiation along a redox gradient in basaltic soils, *Geochim. Cosmochim. Acta*, **75**(1), 119–133.
- Torquato, S., Truskett, T.M. & Debenedetti, P.G., 2000. Is random close packing of spheres well defined? *Phys. Rev. Lett.*, **81**, 2064–2067.
- Vanalboom, A., Degraeve, E. & Vandenberghe, R.E., 1994. Crystal-field interpretation of the temperature-dependence of the Fe-57 Mössbauer quadrupole splitting in 2 orthopyroxenes, *Hyperfine Interact.*, **91**(1–4), 703–707.
- Wenk, H.R., Joswig, W., Tagai, T., Korekawa, M. & Smith, B.K., 1980. The average structure of an 62-64 labradorite, *Am. Miner.*, **65**, 81–95.
- Winklhofer, M. & Zimany, G.T., 2006. Extracting the intrinsic switching field distribution in perpendicular media: a comparative analysis, *J. appl. Phys.*, **29**, 595–596.
- Wohlfarth, E.P., 1958. Relations between different modes of acquisition of remanent magnetization of ferromagnetic particles, *J. appl. Phys.*, **99**(8), doi:10.1063/1.2176598.
- Yang, H.J., Frey, F.A., Weiss, D., Giret, A., Pyle, D. & Michon, G., 1998. Petrogenesis of the flood basalts forming the Northern Kerguelen Archipelago: implications for the Kerguelen plume, *J. Petrol.*, **99**, 711–748.
- Zhou, W., der Voo, R.V. & Peacor, D.R., 1997. Single-domain and superparamagnetic titanomagnetite with variable Ti content in young ocean-floor basalts: no evidence for rapid alteration, *Earth planet. Sci. Lett.*, **150**, 353–362.

Influence of magnetic interactions on the anisotropy of magnetic susceptibility: the case of single domain particles packed in globule aggregates

GREGORY FANJAT¹, VALERA SHCHERBAKOV² AND PIERRE CAMPS¹

- 1 Goscience Montpellier, CNRS and Université Montpellier 2, cc 060, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier, France (fanjat@gm.univ-montp2.fr)
- 2 Borok Geophysical Observatory, 152742 Borok, Nekouz, Yaroslavl region, Russia

Received: December 21, 2010; Revised: May 17, 2011; Accepted: August 25, 2011

ABSTRACT

The influence of magnetic interactions on the anisotropy of magnetic susceptibility (AMS) have been largely studied by several theoretical models or experiments. Numerical models have shown that when magnetostatic interactions occur, the distributions of particles over the volume rather than their individual orientations control the AMS. We have shown recently from a comprehensive rock magnetic study and from a theoretical 2-dimensional (2-D) model that single domain particles closely packed in globule aggregates could produce strong local random interaction magnetic fields which could influence the magnetic susceptibility and decrease the degree of anisotropy. In this paper, we first present in detail this 2-D theoretical model and then we extend it to the 3-D case. The possible distribution function of the magnetostatic interaction fields comprises two extreme states: it is either isotropic or ordered. The former case corresponds to the thermal-demagnetized state while the second case corresponds to the alternating field (AF) demagnetized state. We show that when easy axes of magnetization are not uniformly distributed, the degree of anisotropy decreases as the interaction field increases in both AF- and thermal-demagnetized states in 2-D and 3-D geometry. Thus we conclude that random magnetic fields generated by a random arrangement of magnetic particles over the sample volume decrease the degree of anisotropy of AMS and may alter the magnetic fabric.

Keywords: magnetic fabrics, magnetic susceptibility, anisotropy, magnetic interactions

1. INTRODUCTION

Measurement of the low-field anisotropy of magnetic susceptibility (AMS) in rocks provides a second-order tensor represented by an ellipsoid whose principal axes, $K_1 > K_2 > K_3$, are determined by the contribution of the individual minerals (see e.g. *Tarling and Hrouda, 1993*). Such AMS measurements are commonly used as a proxy of deformation in petrofabric and structural studies (e.g. *Borradaile and Jackson, 2004*, for

a review). Easy, rapid and inexpensive to implement, this method has been successfully calibrated to practically every rock including those weakly deformed such as lava flows (Cañón-Tapia, 2004) or magma flows (Bouchez, 2000). An expected model is a normal AMS fabric corresponding to a preferred orientation of non-equant-shaped magnetic grains. In this basic model, the maximum axes K_1 are aligned along the long axes of the grains and thus are statistically parallel to the flow direction while the minimum axes K_3 are perpendicular to the flow plane. Numerical models have been developed to determine the relationship between the orientation distribution of magnetic minerals and AMS (Ježek and Hroudá, 2004). However, these relationships can be complicated by different magnetic configurations or particular strains (Merle, 1998). Potter and Stephenson (1988) and Rochette et al. (1999) have shown situations where inverse magnetic fabrics are due to a predominance of single-domain (SD) grains (K_1 perpendicular to the flow plane and K_3 parallel to the flow direction) and Rochette et al. (1999) gave examples where the magnetic fabric is intermediate between the normal and inverse models. These different patterns depend on the physical origin of the AMS. It is clear that interpretations of flow directions from magnetic fabric data are not as straightforward as usually assumed. All these studies pointed out the main role of distribution and magnetic behaviour of the particles. Indeed, distribution anisotropy is a common, if not ubiquitous, source of AMS in weakly deformed rocks such as basaltic lava flows. It occurs when equant-or non-equant-shaped magnetic particles are unevenly distributed and are close enough to interact magnetostatically, producing an asymmetric magnetic interaction field which contributes to the bulk magnetic anisotropy (Hargraves et al., 1991). The role of such magnetostatic interactions on magnetic susceptibility have been largely studied and several theoretical models have been developed. Stephenson (1994) showed that magnetically isotropic particles with linear or planar regular arrangements give rise to large degree of anisotropy. Cañón-Tapia (1996) and Gaillot et al. (2006) generalized the latter models by studying the effects of individual-particle anisotropy in AMS. These models have shown that when magnetostatic interactions occur, the distributions of particles rather than their individual orientations controls the AMS. Bascou et al. (2005) were the first to demonstrate experimentally the predominance of the distribution anisotropy in basaltic lava flow by comparing the magnetic fabric with the lattice preferred orientations of plagioclase, clinopyroxene and titanomagnetite. However Grégoire et al. (1998) concluded on the basis of experimental results that shape orientation of magnetite grains seems to be the main source of AMS even in case when magnetic interactions are strong. Moreover, Grégoire et al. (1995) showed that the bulk susceptibility and the degree of anisotropy change as a function of grain separation and grain configuration in a system formed by two ferromagnetic particles. In a recent study Fanjat et al. (2012) concluded from a comprehensive rock magnetic study and from a 2-D theoretical model that uniaxial anisotropic SD grains randomly distributed over the volume of a cluster could produce random interaction magnetic fields which could decrease the degree of anisotropy and thus alter the magnetic fabric. The purpose of the present study is to present in detail the 2-D model and to develop it in a 3-D geometry. This paper is organized as follows. We present in a first section the outlines of our model which is then developed in a 2-D case and a 3-D case, respectively. The last section contains concluding comments on the theory and results.

2. NUMERICAL APPROACH

The direct way to model systems of interacting particles is to introduce a local interaction field H_{int} . For a given grain, H_{int} is produced by all other grains in the cluster (Fig. 1). Underline that magnetic particles are randomly distributed over the cluster volume V , the local interaction fields are random and can be described statistically with a probability density function $W(H_{int})$. Moreover, the closer are the particles and the stronger are their mutual interactions. To account for this effect, we used the packing fraction p (Shcherbakov and Shcherbakova, 1975; Egli, 2006b). Consider an ensemble of SD spheres closely packed, p is defined by the ratio between the volume occupied by the magnetic particles and the total volume V of the cluster. The size for SD magnetite grains is 0.03–0.05 μm (Dunlop and Özdemir, 1997). Moreover, numerical simulations show that the maximal packing fraction for random close packing spheres is 0.636 (Torquato et al., 2000). According to the cluster sizes observed in basaltic flows (Zhou et al., 1997; Fanjat et al., 2012) and the size of SD particles, we assume that the clusters are composed by two scales of packing spheres: SD particles are gathered in small cluster of about 0.1 μm , itself packed in a bigger one. In this case, the maximal packing fraction is evaluated between 0.20 and 0.40, in agreement with values proposed by Chen et al. (2007) in natural and biogenic cluster of SD particles. For such densely packed clusters, the distribution function $W(H_{int})$ can be approximated by a Gaussian distribution (Shcherbakov and Shcherbakova, 1975; Egli, 2006a):

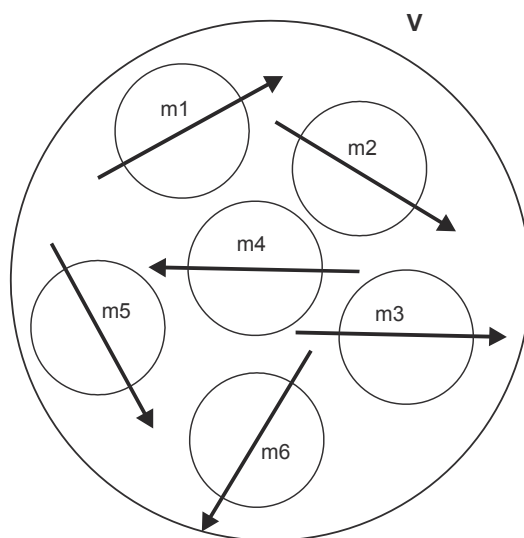


Fig. 1. 2-D schematic representation of magnetic particles in a cluster of a finite volume V . Each particle has a magnetic moment $m\#$ producing a dipolar magnetic field interacting with the field produced by the neighboring particles.

$$W(H_{int}) = \frac{1}{\sigma_0\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{H_{int}^2}{2\sigma_0^2}\right). \quad (1)$$

Here the standard deviation σ_0 is defined by:

$$\sigma_0 = 0.3\mu_s\sqrt{p}, \quad (2)$$

where μ_s denotes the intensity of the saturation magnetization. For magnetite, $\mu_s \approx 480$ kA/m at $p \approx (0.2-0.4)$, thus the dispersion σ_0 achieves values of order of 80 kA/m. This means that the local fields can be relatively strong.

3. 2-D GEOMETRY

3.1. Magnetic Energies for SD Particles with Uniaxial Anisotropy

First, let us consider an ensemble of identical oriented spherical particles. For simplicity, we will assume grains with an uniaxial anisotropy constant K . Let us suggest in this section that all the vectors, i.e. spontaneous magnetization \mathbf{M}_s , interaction field \mathbf{H}_{int} , and small external field \mathbf{h}_{ext} , lie in the same plane (Fig. 2). Thus we can use a 2-D geometry for the further calculations and introduce a polar coordinate system with the polar axis defined by the unit vector \mathbf{u} along the easy axis of magnetization \mathbf{l} . In this frame, the vectors have the following coordinates:

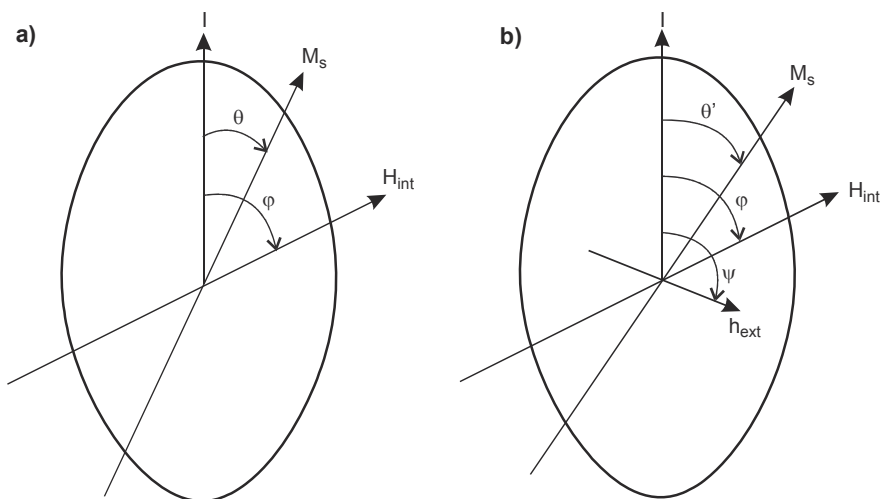


Fig. 2. Sketch of a SD particle with uniaxial anisotropy: **a)** Subject to an interaction magnetic field \mathbf{H}_{int} . \mathbf{M}_s is the spontaneous magnetization and ϕ is the angle between \mathbf{H}_{int} and the easy axis of magnetization \mathbf{l} . θ is the angle between the spontaneous magnetization \mathbf{M}_s and \mathbf{l} . **b)** Application of an external field \mathbf{h}_{ext} . ψ is the angle between \mathbf{h}_{ext} and \mathbf{l} . θ' is the new angle of equilibrium of the spontaneous magnetization \mathbf{M}_s .

$$\mathbf{M}_s = M_s \begin{pmatrix} \sin \theta \\ \cos \theta \end{pmatrix} \quad \mathbf{H}_{int} = H_{int} \begin{pmatrix} \sin \phi \\ \cos \phi \end{pmatrix} \quad \mathbf{h}_{ext} = h_{ext} \begin{pmatrix} \sin \psi \\ \cos \psi \end{pmatrix}.$$

In absence of external and interaction magnetic fields, \mathbf{M}_s lies along \mathbf{l} . In presence of an internal interaction magnetic field \mathbf{H}_{int} , \mathbf{M}_s is shifted by an angle θ from its initial position (Fig. 2a). The expression of the total non perturbed energy E_{np} of the particle is (see e.g. *O'Reilly, 1984*):

$$E_{np} = E_{an} + E_{int}, \quad (3)$$

where

$$E_{an} = K \sin^2 \theta \quad (4)$$

denotes the anisotropy energy of the uniaxial grain, and K denotes the anisotropy parameter (*Nagata, 1961*) and

$$E_{int} = -\mathbf{M}_s \cdot \mathbf{H}_{int} = -M_s H_{int} \cos(\theta - \phi) \quad (5)$$

is the magnetostatic interaction energy. However, external fields are present in the general case, so the total energy density of the grain becomes:

$$E = K \sin^2(\theta) - M_s H_{int} \cos(\theta - \phi) - M_s h_{ext} \cos(\theta - \psi). \quad (6)$$

Here \mathbf{h}_{ext} denotes a small external magnetic field and $\psi \in [-\pi; \pi]$ denotes the angle between \mathbf{h}_{ext} and \mathbf{l} (Fig. 2b). Under the influence of \mathbf{h}_{ext} , \mathbf{M}_s is slightly deflected from θ to θ' . Normalizing Eq.(6) to K and defining dimensionless interaction magnetic field $H = M_s H_{int}/K$ and dimensionless external magnetic field $h = M_s h_{ext}/K$, we find:

$$E_{tot} = \sin^2(\theta) - H \cos(\theta - \phi) - h \cos(\theta - \psi) = E_0 + \Delta E, \quad (7)$$

where E_0 is the dimensionless non-perturbed energy density:

$$E_0 = \sin^2 \theta - H \cos(\phi - \theta). \quad (8)$$

Underline that in this notation, the spontaneous magnetization of a particle is equal to one. The position of equilibrium θ_0' of the magnetic moment is found by minimization of Eq.(7). First, let us determine the extrema of E_0 in Eq.(8). θ_0 is a root of the following equation:

$$\frac{\partial E_0}{\partial \theta} = \sin(2\theta) - H \sin(\phi - \theta) = 0. \quad (9)$$

Note that for $H < 1$, there are always two minima states of the energy E_0 in the interval $[0, \pi]$ (Fig. 3a). The left minimum is deeper at $\phi < \pi/2$ while the right minimum is deeper at $\pi/2 < \phi < \pi$. These two minima correspond to two of the three possible roots of Eq.(9). θ_0^1 corresponds to $\phi < \pi/2$ and θ_0^2 corresponds to $\pi/2 < \phi < \pi$ (Fig. 3). However for $H > 1$, the two minima exist at some ϕ only (Fig. 4b). Keeping this result in mind, we consider only the case where $H < 1$. This restriction in practice is of little importance because strong interaction fields with $H > 1$ seldom occur, only at very high volume

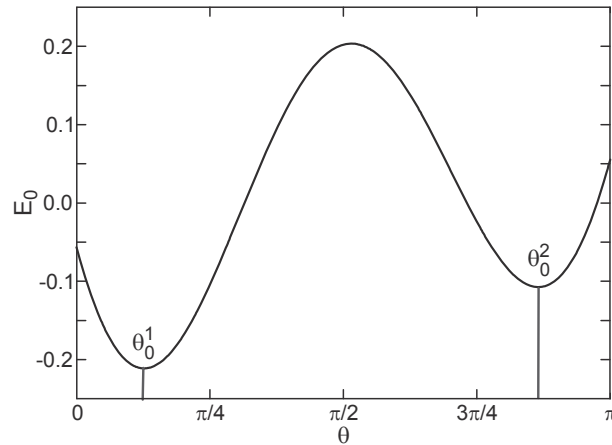


Fig. 3. The non-perturbed energy density E_0 (dimensionless) as a function of the angle θ for $H = 0.8$ and $\phi = 1.5$. The two minima are θ_0^1 and θ_0^2 .

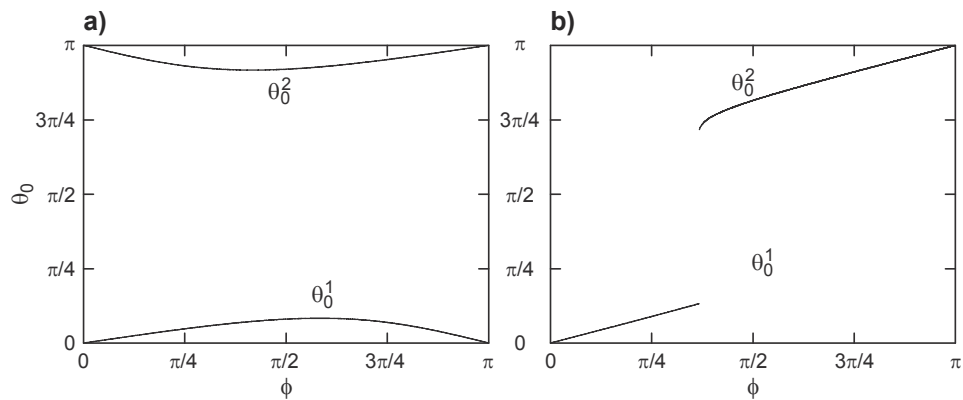


Fig. 4. The positions of the minima θ_0^1 and θ_0^2 of the energy E_0 computed at the stable point θ_0 as the function of the angle ϕ between the easy axis and direction of interaction field H . **a)** $H = 0.8$ and **b)** $H = 1.1$.

density of SD grains. Then, in the case when such very strong fields do appear, they would produce strong correlations between the direction of the magnetic moments of the grains and thus, the analysis presented hereafter will be anyway invalid.

Assuming smallness of h with respect to H , the new position of equilibrium θ_0' of Eq.(7) is $\theta_0' = \theta_0 + y$ where $y \ll 1$. Expanding E_{tot} in a Taylor's series at θ_0 , we obtain:

$$E_{tot}(\theta_0 + y) \approx F[\theta_0(\phi)] \frac{y^2}{2} - h \cos(\psi - \theta_0 - y) + E_{tot}(\theta_0), \quad (10)$$

where

$$F[\theta_0(\phi)] = \frac{\partial^2 E_0}{\partial \theta^2} = 2 \cos(2\theta_0) + H \cos(\phi - \theta_0) \quad (11)$$

is the second derivative of E_0 . We obtain the expression of y from Eq.(10):

$$\frac{\partial E_{tot}}{\partial y} = F[\theta_0(\phi)]y - h \sin(\psi - \theta_0) = 0, \quad (12)$$

so

$$y = h \frac{\sin(\psi - \theta_0)}{F[\theta_0(\phi)]}. \quad (13)$$

The projection of the induced magnetization of a grain onto the field direction, is given for the two angles θ and ψ by:

$$m_{ind}(\psi) = h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F[\theta_0(\phi)]}. \quad (14)$$

The total induced magnetic moment is obtained by the integration of Eq.(14) over the surface. Now the further scenario depends on the distribution function of the easy axis of magnetization.

3.2. Isotropic Distribution for the Easy Axes

Consider now a sample for which the distribution function for \mathbf{H}_{int} is isotropic. Then, introducing the blocking temperature T_b of a grain, the probability that θ_0 belongs to either θ_0^1 or θ_0^2 is described by the Boltzman's distribution:

$$P[\theta_0^i(\phi)] = \frac{1}{C} \exp\left(-\frac{E_0[\theta_0^i(\phi)]}{k_B T_b}\right) \quad \text{for } i = (1, 2), \quad (15)$$

where

$$C = \exp\left(-\frac{E_0[\theta_0^1(\phi)]}{k_B T_b}\right) + \exp\left(-\frac{E_0[\theta_0^2(\phi)]}{k_B T_b}\right), \quad (16)$$

and k_B is the Boltzman's constant. From Eq.(14), the total induced magnetic moment can be found by averaging:

$$\begin{aligned}
 M_{int}[\theta_0(\phi), \psi] = & \\
 = \frac{1}{2C\pi^2} & \left(\int_{-\frac{\pi}{2}}^{\frac{\pi}{2}} \int_{-\pi}^{\pi} \left(\cos(\theta_0 - \psi) + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F[\theta_0(\phi)]} \right) f(\phi, \psi) d\psi \exp \left[-\frac{E_0^1(\phi)}{k_B T_b} \right] d\phi \right. \\
 & + \int_{\frac{\pi}{2}}^{\pi} \int_{-\pi}^{\pi} \left(\cos(\theta_0 - \psi) + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F[\theta_0(\phi)]} \right) f(\phi, \psi) d\psi \exp \left[-\frac{E_0^2(\phi)}{k_B T_b} \right] d\phi \\
 & \left. + \int_{-\frac{\pi}{2}}^{-\pi} \int_{-\pi}^{\pi} \left(\cos(\theta_0 - \psi) + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F[\theta_0(\phi)]} \right) f(\phi, \psi) d\psi \exp \left[-\frac{E_0^3(\phi)}{k_B T_b} \right] d\phi \right) \quad (17)
 \end{aligned}$$

where $f(\phi, \psi)$ denotes the distribution function of the angles ϕ and ψ . If there is no magnetic fabric, then ψ has an uniform distribution over the interval $[0, \pi]$. Neglecting a possible correlation between the directions of magnetic moments of the grains, i.e. neglecting any anisotropy of distribution (Hargraves et al., 1991), the angle ϕ is also distributed uniformly over $[0, \pi]$. As a consequence, for the further estimations, we will assume that $f(\phi, \psi) = 1$.

Whatever is the nature of the natural remanent magnetization (NRM) in a sample, the distribution function of the interaction field is comprised between two boundary states. It is either isotropic, which formally corresponds to the thermal-demagnetized state, or it is strongly ordered, which formally corresponds to the alternative field (AF) demagnetized state. To estimate the susceptibility measured from the thermal-demagnetized state, we consider the extreme case when the demagnetization completely randomizes the direction of the interaction field in relation to the position of easy axis of a grain. Physically, it happens when at a blocking temperature T_b , the interactions are weak, so the ratio $E_0^i(\phi)/(k_B T_b) \ll 1$. Then, all exponents in Eq.(18) can be replaced by one and the and the factor C equals 2, so we obtain:

$$M_{int}[\theta_0(\phi), \psi] = \frac{1}{4\pi^2} \int_{-\pi}^{\pi} \int_{-\pi}^{\pi} \left(\cos(\theta_0 - \psi) + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F[\theta_0(\phi)]} d\psi \right) d\phi . \quad (18)$$

Hence the integration over ψ brings the first term in Eq.(18) to zero. Thus, Eq.(18) becomes:

$$M_{int}[\theta_0(\phi), \psi] = \frac{h}{4\pi^2} \int_{-\pi}^{\pi} \left(\int_{-\pi}^{\pi} \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F[\theta_0(\phi)]} d\psi \right) d\phi . \quad (19)$$

After integrating Eq.(19) over ψ , we obtain:

$$M_{int}[\theta_0(\phi)] = \frac{h}{4\pi} \int_{-\pi}^{\pi} \frac{d\phi}{2 \cos[2\theta_0(\phi)] + H \cos[\theta_0(\phi) - \phi]} \quad (20)$$

From Eq.(20) we deduce the expression of the magnetic susceptibility:

$$\chi_T(H) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\pi} \frac{1}{2 \cos[2\theta_0(\phi)] + H \cos[\theta_0(\phi) - \phi]} d\phi . \quad (21)$$

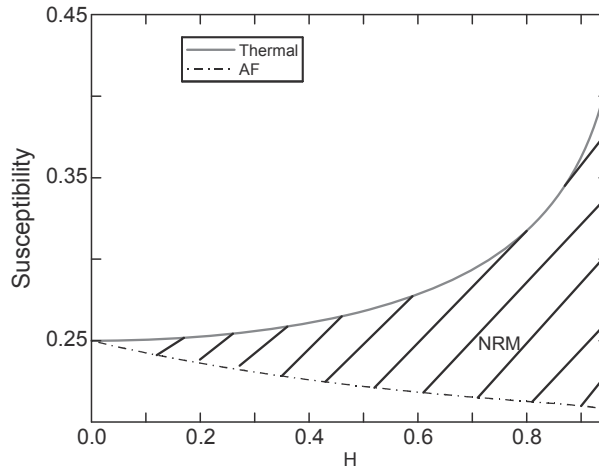


Fig. 5. Influence of the interaction field on the bulk susceptibility in the 2-D case. Theoretical magnetic susceptibility of AF-demagnetized and thermo-demagnetized grain as a function of the interaction field H . The shaded area is the area where the NRM is likely to be.

The susceptibility of particles in thermal-demagnetized state increases when H increases (Fig. 5). The reason for this increase is that the potential well becomes more shallow when $\pi/2 < \phi < \pi$, i.e. when the direction of the interaction field is more or less opposite to the easy axis of magnetization (Fig. 6). The sharp increase of the susceptibility at $H \rightarrow 1$ occurs because at this limit the second derivative F approaches zero at $\phi = 3\pi/4$ (Fig. 6). To show that, note first that when $H = 1$ the analytical solution of Eq.(9) can be calculated. Indeed, at $\phi = 3\pi/4$, we have $2\theta_0 = -\phi + \theta_0$, so $\theta_0 = \phi/3$. Analogously, $\theta_0 = \pi - \phi$ at $3\pi/4 < \phi < \pi$. Hence, $F = 3 \cos(2\phi/3)/3$ for $\phi < 3\pi/4$ and $F = \cos(2\phi)$ for $3\pi/4 < \phi < \pi$, so

$$\chi_T(H) = \frac{1}{6\pi} \int_0^{3\pi/4} \frac{d\phi}{\cos(2\phi/3)} + \frac{1}{2\pi} \int_{3\pi/4}^{\pi} \frac{d\phi}{\cos(2\phi)}. \quad (22)$$

It is straightforward to demonstrate that Eq.(22) has a logarithmic divergence at $\phi \rightarrow 3\pi/4$.

Now let us consider the other extreme case. AF treatment forces the magnetic moment of a grain to switch from one to another direction along the easy axis. In the absence of any external or interaction field, it leads to a statistical polarization of the magnetic moments of SD ensemble when an half of them falls in one direction while the second half falls in the opposite one. However, the presence of any magnetic field breaks the symmetry, making these states not equiprobable. As far as the amplitude of AF gradually decreases, the moment finally will be trapped in the state with the biggest critical field, i.e. in the deepest potential well. Thus, even if the location of the magnetic moment before the AF treatment was in the shallow minimum $\theta_0 = \theta_0^2$, it will occupy eventually the deep potential well $\theta_0 = \theta_0^1$. Hence,

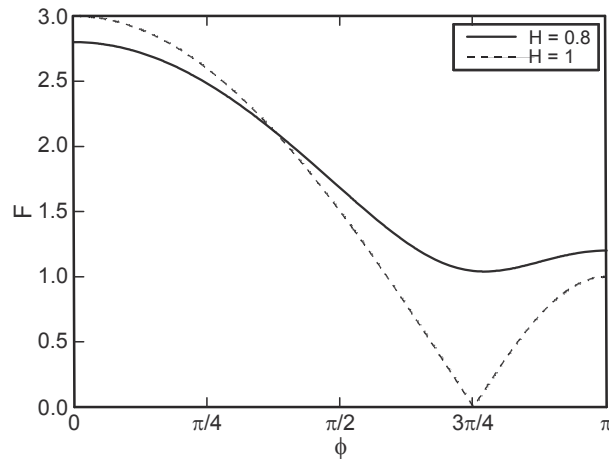


Fig. 6. The second derivative F of the dimensionless unperturbed energy E_0 computed at the stable point θ_0 as the function of the angle ϕ . The thick curve is computed for $H = 0.8$ while the thin curve is computed for $H = 1.0$.

$$\chi_{AF}(H) = \frac{1}{\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{1}{2 \cos[2\theta_0(\phi)] + H \cos[\theta_0(\phi) - \phi]} d\phi. \quad (23)$$

It is clearly demonstrated that the effect of interactions on the susceptibility of an ensemble of SD grains in AF-demagnetized state is not much important (Fig. 5). Indeed, the only result is that interactions slightly decrease the susceptibility which ranges now from 0.25 at $H = 0$ to 0.21 at $H = 1$. Physically, the decrease of χ_{AF} with H is conditioned by the deepening of the potential well of the states when $\phi < \pi/2$, i.e. when the direction of the interaction field is close to the direction of the magnetic moment of a grain.

3.3. Anisotropic Distribution for the Easy Axes

When a magnetic fabric is present, the easy axes are distributed non-homogeneously over the angles ψ . Hence the distribution function $f(\psi, \phi)$ is not constant. We assume for simplicity that the distribution of interaction field vector is totally random so that $f(\phi, \psi) = f(\psi)$. We can formally decompose $f(\psi)$ into Fourier series. Let us retain only the two first terms, so f becomes:

$$f(\phi, \psi) = 1 + a \cos(2\psi), \quad (24)$$

where a denotes an arbitrary coefficient. With this choice, the maximum susceptibility axis lies along $\psi = 0$.

For thermo-demagnetized state, using Eq.(24), the expression of the total induced magnetic moment becomes:

$$\begin{aligned}
 M &= \frac{1}{4\pi^2} \int_{-\pi}^{\pi} \int_{-\pi}^{\pi} \left(\cos(\theta_0 - \psi) + h \frac{\sin^2(\theta_0 - \psi)}{F[\theta_0(\phi)]} \right) (1 + a \cos(2\psi)) d\phi d\psi \\
 &= \frac{h}{8\pi} \int_{-\pi}^{\pi} \frac{2 - a \cos(2\theta_0)}{F[\theta_0(\phi)]} d\phi .
 \end{aligned} \tag{25}$$

From here the maximum magnetic susceptibility along the direction $\psi = \pi/2$ is:

$$K_1 = \frac{1}{4\pi} \int_0^{\pi} \frac{2 - a \cos(2\theta_0(\phi))}{F[\theta_0(\phi)]} d\phi . \tag{26}$$

Along the direction $\psi = 0$, the minimum magnetic susceptibility is:

$$K_3 = \frac{1}{4\pi} \int_0^{\pi} \frac{2 + a \cos(2\theta_0(\phi))}{F[\theta_0(\phi)]} d\phi . \tag{27}$$

Using the same development for the AF-demagnetized state, we calculate the minimal and maximal magnetic susceptibility:

$$K_1 = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{2 - a \cos(2\theta_0(\phi))}{F} d\phi \tag{28}$$

and

$$K_3 = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \frac{2 + a \cos(2\theta_0(\phi))}{F} d\phi . \tag{29}$$

We find that the anisotropy degree $P = K_1/K_3$ decreases as the interaction field H increases (Fig. 7). As a consequence, when interactions are relatively strong, the anisotropy ellipsoid is approaching a sphere, introducing noise in measurements. Let us investigate the 3-D geometry case, using the same approach.

4. 3-D GEOMETRY

Now let consider a real 3-D spherical system (θ the colatitude and λ the longitude), leaving the assumption that all the vectors lie in the same plane. Notations are the same than in the 2-D geometry. In this system, the different vectors are:

$$\mathbf{m} = m \begin{pmatrix} \sin \theta_2 \cos \lambda_2 \\ \sin \theta_2 \sin \lambda_2 \\ \cos \theta_2 \end{pmatrix} \quad \mathbf{H}_{\text{int}} = H_{\text{int}} \begin{pmatrix} \sin \theta_3 \cos \lambda_3 \\ \sin \theta_3 \sin \lambda_3 \\ \cos \theta_3 \end{pmatrix} \quad \mathbf{h}_{\text{ext}} = h_{\text{ext}} \begin{pmatrix} \sin \theta \cos \lambda \\ \sin \theta \sin \lambda \\ \cos \theta \end{pmatrix}$$

Without loss of generality and in order to simplify the problem, we assume that the easy axis of magnetization and the polar axis are aligned. This assumption implies that $\lambda_3 = 0$, $\theta_2 \in [0; \pi]$, $\lambda_2 \in [0; 2\pi]$ and $\theta_3 \in [0; \pi]$. The initial geometry is the same than in the 2D case. Now the un-perturbed part of the dimensionless energy transforms to:

$$E_0 = \sin^2 \theta_2 - H(\sin \theta_2 \sin \theta_3 \cos \lambda_2 + \cos \theta_2 \cos \theta_3) . \tag{30}$$

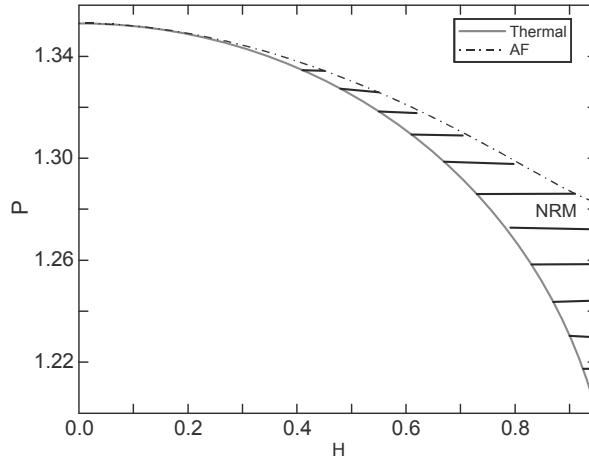


Fig. 7. The degree of anisotropy of magnetic susceptibility $P = K_1/K_3$ of a SD grain in a thermo-demagnetized state and in a AF-demagnetized state as a function of the interaction field H (dimensionless) computed for the parameter $a = 0.3$ (2-D case). The shaded area is the area where the *NRM* is likely to be.

The stable points $(\theta_2^0, \lambda_2^0)$ can be found as roots of the equations:

$$\frac{\partial E_0}{\partial \theta_2} = \sin(2\theta_2) + H (\cos \theta_3 \sin \theta_2 - \cos \theta_2 \sin \theta_3 \cos \lambda_2) = 0, \quad (31)$$

and

$$\frac{\partial E_0}{\partial \lambda_2} = H \sin \theta_2 \sin \theta_3 \sin \lambda_2 = 0. \quad (32)$$

From Eq.(31), we obtain $\lambda_2 = 0$, for $H = 0$, $\theta_2 \neq 0$ and $\theta_3 \neq 0$. Then Eq.(27) becomes:

$$\frac{\partial E_0}{\partial \theta_2} = \sin(2\theta_2) + H \sin(\theta_2 - \theta_3) = 0. \quad (33)$$

This equation is exactly the same as Eq.(9) used for the 2D case. Let us look at perturbation of the energy caused by the applied small external field \mathbf{h}_{ext} . Under the action of this field, the coordinates of the equilibrium position $(\theta_2^0, 0)$ is slightly shifted to the position $(\theta_2^0 + y, z)$ where $(y, z) \ll 1$. Using a Taylor's expansion around $(\theta_2^0, 0)$:

$$\begin{aligned} E'_{tot}(\theta_2^0 + y, z) &= \frac{y^2}{2} \frac{\partial^2 E_{tot}}{\partial \theta_2^2}(\theta_2^0, 0) + \frac{z^2}{2} \frac{\partial^2 E_{tot}}{\partial \lambda_2^2}(\theta_2^0, 0) \\ &+ \frac{1}{2} \frac{\partial^2 E_{tot}}{\partial \theta_2 \partial \lambda_2}(\theta_2^0, 0) - (\mathbf{h}_{\text{ext}} \cdot \mathbf{M}_s). \end{aligned} \quad (34)$$

where the vector of magnetization \mathbf{M}_s can be written as:

$$\mathbf{M}_s = [\cos z \sin(\theta_2^0 + y), \sin z \sin(\theta_2^0 + y), \cos(\theta_2^0 + y)]. \quad (35)$$

The mixed derivative in Eq.(34) is equal to zero because $\lambda_2^0 = 0$. Let F and G be the second derivatives of E_{tot} over θ_2 and over λ_2 , respectively, defined by:

$$F = \frac{\partial^2 E_{tot}}{\partial \theta_2^2}(\theta_2^0, 0) = 2 \cos(2\theta_2^0) + H(\cos \theta_2^0 \cos \theta_3 - \sin \theta_2^0 \sin \theta_3) \quad (36)$$

and

$$G = \frac{\partial^2 E_{tot}}{\partial \lambda_2^2}(\theta_2^0, 0) = H \sin \theta_2^0 \sin \theta_3. \quad (37)$$

Then, using these notations, Eq.(34) becomes:

$$E_{tot}(\theta_2^0 + y, z) \approx \frac{y^2}{2} F + \frac{z^2}{2} G - h \sin(\theta_2^0 + y) \cos z \sin \theta \cos \lambda - h [\sin z \sin(\theta_2^0 + y) \sin \theta \sin \lambda + \cos(\theta_2^0 + y) \cos \theta]. \quad (38)$$

From here, recalling that $z \ll 1$ and $h \ll 1$, Eq.(38) becomes:

$$E_{tot}(\theta_2^0 + y, z) \approx \frac{y^2}{2} F + \frac{z^2}{2} G - h [\sin(\theta_2^0 + y) \cos z \sin \theta \cos \lambda + \sin z \sin(\theta_2^0 + y) \sin \theta \sin \lambda + \cos(\theta_2^0 + y) \cos \theta]. \quad (39)$$

Moreover, at the stable position, we have:

$$\frac{\partial E}{\partial y} = Fy - h(\cos \theta_2^0 \cos \lambda \sin \theta - \sin \theta_2^0 \cos \theta) = 0, \quad (40)$$

and

$$\frac{\partial E}{\partial z} = Gz - h(\sin \theta_2^0 \sin \lambda \sin \theta) = 0. \quad (41)$$

Solving the system, we find y and z . Now, using these results and from Eq.(35), the vector of the induced magnetization is:

$$\mathbf{M}_{ind} = [y \cos \theta_2^0, z \sin \theta_2^0, -y \sin \theta_2^0]. \quad (42)$$

The susceptibility is the normalized scalar product of the induced magnetization \mathbf{M}_{ind} on \mathbf{h} :

$$\begin{aligned} \chi = \mathbf{M}_{ind} \mathbf{h} / h^2 &= \frac{y}{h} [\cos \theta_2^0 \sin \theta \cos \lambda - \sin \theta_2^0 \cos \theta] + \frac{z}{h} \sin \theta_2^0 \sin \theta \sin \lambda \\ &= \frac{1}{F} [\cos \theta_2^0 \sin \theta \cos \lambda - \sin \theta_2^0 \cos \theta]^2 + \frac{1}{G} [\sin \theta_2^0 \sin \theta \sin \lambda]^2. \end{aligned} \quad (43)$$

For the thermal-demagnetized state with no magnetic fabric, the angles θ and λ are randomly distributed over the sphere. Then, integrating Eq.(43) over $\sin \theta d\theta d\lambda$, we obtain:

$$\begin{aligned} \chi_T &= \frac{1}{8\pi} \left(\int_0^\pi \frac{\cos^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \int_0^{2\pi} \int_0^\pi (\sin \theta \cos \lambda)^2 \sin \theta d\theta d\lambda \right. \\ &+ \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \int_0^{2\pi} \int_0^\pi \cos^2 \theta \sin \theta d\theta d\lambda \\ &\left. + \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta_2^0}{G(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \int_0^{2\pi} \int_0^\pi (\sin \theta \sin \lambda)^2 \sin \theta d\theta d\lambda \right). \end{aligned} \quad (44)$$

After integrating on θ and λ we have:

$$\chi_T = \frac{1}{6} \left[\int_0^\pi \frac{\sin \theta_3}{F(\theta_2^0)} d\theta_3 + \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta_2^0}{G(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \right]. \quad (45)$$

For the AF state, Eq.(45) must be written:

$$\chi_{AF} = \frac{1}{3} \left[\int_0^{\pi/2} \frac{\sin \theta_3}{F(\theta_2^0)} d\theta_3 + \int_0^{\pi/2} \frac{\sin^2 \theta_2^0}{G(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \right]. \quad (46)$$

The plot of total susceptibility as a function of H is represented in Fig. 8. In absence of interactions ($H = 0$), we have $\theta_2^0 = 0$ and $\chi = 1/3$. Indeed, the 3-D problem can be split in three 1-D problems. We consider one axis parallel to \mathbf{h}_{ext} , hence along this axis, the

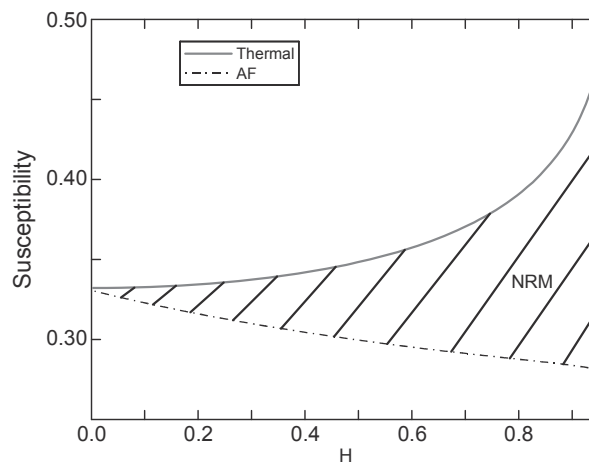


Fig. 8. Theoretical magnetic susceptibility (dimensionless) of AF-demagnetized and thermo-demagnetized grain as a function of the interaction field H (dimensionless, 3-D case). The shaded area is the area where the *NRM* is likely to be.

susceptibility is null. Then we consider the two other axes perpendicular to the first one. We have:

$$\chi = \frac{M_s^2}{2K} \sin^2(\pi/2) = \frac{J_s^2}{2K}. \quad (47)$$

Averaging the susceptibility of these three directions we obtain:

$$\chi = \frac{M_s^2}{3K}. \quad (48)$$

This result is in agreement with the numerical integration (Fig. 8). As it is seen, these graphs are very similar to Fig. 5. So, all other of our conclusions on the role of interactions on the magnetic susceptibility are valid for the general 3-D ensemble.

If a magnetic fabric is present, by the analogy with the Eq.(25) for the 2-D case, we can generalize the Eq.(44) as follows:

$$\begin{aligned} \chi = & \frac{1}{8\pi} \left(\int_0^\pi \frac{\cos^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \int_0^{2\pi} \int_0^\pi (\sin \theta \cos \lambda)^2 [1 + a \cos(2\theta)] \sin \theta d\theta d\lambda \right. \\ & + \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \int_0^{2\pi} \int_0^\pi \cos^2 \theta [1 + a \cos(2\theta)] \sin \theta d\theta d\lambda \\ & \left. + \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta_2^0}{G(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 \int_0^{2\pi} \int_0^\pi (\sin \theta \sin \lambda)^2 [1 + a \cos(2\theta)] \sin \theta d\theta d\lambda \right), \quad (49) \end{aligned}$$

where the coefficient $a > 0$ when the field is directed along the minimum susceptibility axis and vice versa. The integration of Eq.(49) gives:

$$\begin{aligned} \chi_T = & \frac{1}{8\pi} \left(\int_0^\pi \frac{\cos^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 (1/6 + a/10) + \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 (1/6 - a/30) \right. \\ & \left. + \int_0^\pi \frac{\sin^2 \theta_2^0}{G(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 (1/6 + a/10) \right). \quad (50) \end{aligned}$$

In the case of AF-state, we obtain:

$$\begin{aligned} \chi_{AF} = & \frac{1}{4\pi} \left(\int_0^{\pi/2} \frac{\cos^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 (1/6 + a/10) + \int_0^{\pi/2} \frac{\sin^2 \theta_2^0}{F(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 (1/6 - a/30) \right. \\ & \left. + \int_0^{\pi/2} \frac{\sin^2 \theta_2^0}{G(\theta_2^0)} \sin \theta_3 d\theta_3 (1/6 + a/10) \right). \quad (51) \end{aligned}$$

As in the 2-D model, the degree of anisotropy decreases when the interaction field increases (Fig. 9). The evolution of the degree of anisotropy P as function of H presents exactly the same trend in the 2-D and the 3-D geometry.

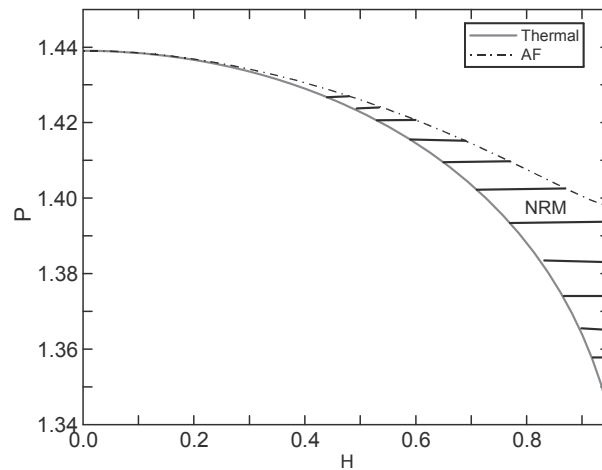


Fig. 9. The degree of anisotropy $P = K_1/K_3$ of a SD grain in a thermo-demagnetized state and in a AF-demagnetized state as a function of the interaction field H (dimensionless) computed for the parameter $a = 0.3$ (3-D case). The shaded area is the area where the *NRM* is likely to be.

5. DISCUSSION AND CONCLUSIONS

Our model is quite different from the other numerical models dealing with AMS (Stephenson, 1994; Cañón-Tapia, 1996; Gaillot et al., 2006), by its geometry. Indeed, all these models rely on a non-uniform distribution (lineation or foliation) of magnetic particles with a particular configuration of the interaction field. They predict that the degree of anisotropy is increased by magnetic interactions induced by the anisotropy of distribution. Here we have shown that it is not at all always the case, namely, random magnetic fields generated by the random arrangement of magnetic particles over the volume leads to the decrease of the degree of anisotropy. For this, a new method to estimate the role of interactions in an ensemble of randomly distributed SD grains over the volume is suggested.

However, it must be stressed that the degree of anisotropy depends on a number of other parameters, for example, AMS can be a result of a mixing of the interacting and non-interacting part fraction (Cañón-Tapia, 2001; Gaillot et al., 2006). The role of interactions between neighboring clusters is also questionable. Indeed, interactions between clusters can have also a contribution in the magnetic fabric. Depending on the distribution of the clusters and of their spacing, such interactions can raise an important magnetic fabric (Stephenson, 1994; Cañón-Tapia, 1996; Gaillot et al., 2006), in opposition with the result expected according to our model. However, we showed that the interaction field is of the order of 100 kA/m and thus greater than the applied field during AMS measurements (≈ 400 A/m for the Kappabridge). Thus interactions are stronger within the clusters than between the clusters themselves and the influence of remote interactions may be neglected. Other sources of AMS can be present in the rocks such as

shape orientation of non interacting magnetite grains. The AMS measurements do not allow to distinguish the main sources of AMS in the rocks. Thus it is important to identify the magnetic carriers and their properties to be able to interpret correctly magnetic fabrics and the rock history. Finally, the question concerning the roles of interactions in the remanent magnetization must be asked. *Muxworthy and Williams (2004)* and *Egli (2006b)* have shown that densely packed interacting particles with uniaxial anisotropy also interfere with the remanent magnetization.

Acknowledgements: The stay of V. Shcherbakov in Montpellier Laboratory received the financial support from the CNRS and the Royal Academy of Sciences from Russia in the project 'Analysis and verification of paleointensity data obtained from territories of the former Soviet Union between the early 1960th up to the late 1990th'. We thank J. Ježek and an anonymous referee for their thorough reviews and constructive comments.

References

- Bascou J., Camps. P. and Dautria. J.M., 2005. Magnetic versus crystallographic fabrics in a basaltic lava flow. *J. Volcanol. Geotherm. Res.*, **145**, 119–135.
- Borradaile G.J. and Jackson M., 2004. Anisotropy of magnetic susceptibility (AMS): magnetic petrofabrics of deformed rocks. In: Martín-Hernández F., Lüneburg C.M., Aubourg C. and Jackson M. (Eds.), *Magnetic Fabrics: Methods and Applications*. Geological Society, London, U.K., 299–360.
- Bouchez J.L., 2000. Anisotropie de susceptibilité magnétique et fabriques des granites (Magnetic susceptibility anisotropy and fabrics in granites). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences - Series IIA - Earth and Planetary Science*, **330**, 1–14.
- Cañón-Tapia E., 1996. Single-grain distribution anisotropy: A simple three-dimensional model. *Phys. Earth Planet. Inter.*, **94**, 117–131.
- Cañón-Tapia E., 2001. Factors affecting the relative importance of shape and distribution anisotropy in rocks: Theory and experiments. *Tectonophysics*, **340**, 117–131.
- Cañón-Tapia E., 2004. Anisotropy of magnetic susceptibility in lava flows and dikes: an historical account. In: Martín-Hernández F., Lüneburg C.M., Aubourg C. and Jackson M. (Eds.), *Magnetic Fabrics: Methods and Applications*. Geological Society, London, U.K., 227–249.
- Chen A.P., Egli R. and Moskowitz B.M., 2007. First-order reversal curve (FORC) diagrams of natural and cultured biogenic magnetic particles. *J. Geophys. Res.*, **112**, DOI: 10.1029/2006JB004575.
- Dunlop D.J. and Özdemir O., 1997. *Rock Magnetism: Fundamentals and Frontiers*. Cambridge University Press, Cambridge, U.K.
- Egli R., 2006a. Theoretical aspects of dipolar interactions and their appearance in first-order reversal curves thermally activated. *J. Geophys. Res.*, **111**, B12517, DOI: 10.1029/2006JB004567.
- Egli R., 2006b. Theoretical considerations on the anhysteretic remanent magnetization of interacting particles with uniaxial anisotropy. *J. Geophys. Res.*, **111**, B12S18, DOI: 10.1029/2006JB004577.

- Fanjat G., Camps P., Shcherbakov V., Barou F., Sougrati M.T. and Perrin M., 2012. Magnetic interactions at the origin of abnormal magnetic fabrics in lava flows: a case study from Kerguelen flood basalts. *Geophys. J. Int.*, **189**, 815–832, DOI: 10.1111/j.1365-246X.2012.05421.x.
- Gaillot P., de Saint Blanquat M. and Bouchez J.L., 2006. Effects of magnetic interactions in anisotropy of magnetic susceptibility: Models, experiments and implications for igneous rock fabrics quantification. *Tectonophysics*, **418**, 3–19.
- Grégoire V., de Saint Blanquat M., Nédélec A. and Bouchez J., 1995. Shape anisotropy versus magnetic interactions of magnetite grains: Experiments and application to AMS in granitic rocks. *Geophys. Res. Lett.*, **22**, 2765–2768.
- Grégoire V., Derrozès J., Gaillot P., Nédélec A. and Launeau P., 1998. Magnetite grain fabric and distribution anisotropy vs. rock magnetic fabric a three-dimensional case study. *J. Struct. Geol.*, **20**, 937–944.
- Hargraves R.B., Johnson D. and Chan C., 1991. Distribution anisotropy: The cause of AMS igneous rocks? *Geophys. Res. Lett.*, **18**, 2193–2196.
- Ježek J. and Hrouda F., 2004. Determination of the orientation of magnetic minerals from the anisotropy of magnetic susceptibility. *Geol. Soc. London Spec. Publ.*, **238**, 9–20.
- Merle O., 1998. Internal strain within lava flows from analogue modelling. *J. Volcanol. Geotherm. Res.*, **81**, 189–206.
- Muxworthy A. and Williams W., 2004. Distribution Anisotropy: The influence of magnetic interactions on the anisotropy of magnetic remanence. In: Martín-Hernández F., Lüneburg C.M., Aubourg C. and Jackson M. (Eds.), *Magnetic Fabrics: Methods and Applications*. Geological Society, London, U.K., 37–47.
- Nagata T., 1961. *Rock Magnetism*. Maruzen Co. Ltd., Tokyo, Japan.
- O'Reilly W., 1984. *Rock and Mineral Magnetism*. Blackie & Sons Ltd., Glasgow, U.K.
- Potter D.K. and Stephenson A., 1988. Single-domains particles in rocks and magnetic fabric analysis. *Geophys. Res. Lett.*, **15**, 1097–1100.
- Rochette P., Aubourg C. and Perrin M., 1999. Is this magnetic fabric normal? A review and case studies in volcanic formations. *Tectonophysics*, **307**, 219–234.
- Shcherbakov V.P. and Shcherbakova V., 1975. On the magnetostatic interaction in a system of single-domain grains. *Izv. Phys. Solid Earth*, **9**, 101–104.
- Stephenson A., 1991. Distribution anisotropy: Two simple models for magnetic lineation and foliation. *Phys. Earth Planet. Inter.*, **25**, 49–53.
- Tarling D.H. and Hrouda F., 1993. *The Magnetic Anisotropy of Rocks*. Chapman and Hall, London, U.K.
- Torquato S., Truskett T.M. and Debenedetti P.G., 2000. Is random close packing of spheres well defined? *Phys. Rev. Lett.*, **81**, 2064–2067.
- Zhou W., der Voo R.V. and Peacor D.R., 1997. Single-domain and superparamagnetic titanomagnetite with variable Ti content in young ocean-floor basalts: No evidence for rapid alteration. *Earth Planet. Sci. Lett.*, **150**, 353–362.