

OFFICE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE ET TECHNIQUE OUTRE - MER
CENTRE DE NOUMEA

ETUDES de nouvelles techniques de laboratoires appliquées
à la géochimie et à la minéralogie

RAPPORT d'une mission effectuée en Juillet 1969 à HANOI

Après un séjour de trois ans au Centre ORSTOM de Nouméa (Nouvelle-Calédonie), durant lequel j'avais commencé l'étude de l'altération des roches ultrabasiques, un certain nombre de problèmes étaient apparus. J'avais abordé mon travail par des observations géomorphologiques, d'abord générales, puis localisées sur des bassins versants de la côte ouest, observations contrôlées ensuite au laboratoire par des analyses chimiques et granulométriques. Ces études m'ayant permis d'établir un inventaire des formations pédologiques du secteur reconnu, et, plus particulièrement de définir les relations entre la morphologie et l'altération, (les conditions géologiques et climatiques étant homogènes), la poursuite du programme nécessitait une étude géochimique et minéralogique approfondie des faciès d'altération reconnus.

J'ai pu me documenter sur les méthodes les plus récentes dans ces domaines grâce à la mission que j'ai exécutée au mois de juillet 1968 à Nancy, Strasbourg et Orléans. J'ai eu par la même occasion la possibilité d'établir un certain nombre de contacts avec des chercheurs dont le programme peut se comparer au mien, au moins par quelques aspects.

La plus grande partie de mon stage s'est effectué à Nancy, à la Station de traitement des minerais de l'Ecole Nationale Supérieure de Géologie, chez M. BLAZY, en collaboration avec M. AMMOU CHOKROUM, qui travaille lui-même à la valorisation des latérites nickélifères de Nouvelle-Calédonie, et que je tiens à remercier pour tout le temps qu'il m'a consacré. J'y ai également rencontré M. VALENCE, Chef du laboratoire d'Analyse Chimique, et M. GONY qui s'intéresse à la spectrographie infra-rouge.

J'ai pu également rencontrer les chercheurs suivants :

- Centre de Recherches Pétrographiques et Géochimiques de l'Université de Nancy (CNRS) :

MM. DUFRESNE de Beaucourt (Altérations)
HOUPERT (mécanique des roches)
LELONG (altérations)
RICHARD (Spectrographie)
SONET (Géochronologie)
VERNET (Chimie)

- Centre de Pédologie - Nancy (CNRS) :

Mr. SOUCHIER

- Faculté des Sciences de Nancy - Laboratoire de Minéralogie

MM. BABKINE
GABEMISCH
REITHLER
ZELLER

- Ecole Supérieure des Mines et Industries Minières de Nancy :
Mr. PIANNELLI (Rayons X)

- Centre de Sédimentologie et Géochimie de la Surface - Strasbourg.
Mr. le Professeur MILLOT
Mlle PAQUET
M. TARDY

- Bureau de Recherches Géologiques et Minières - Orléans :

MM. GONI - Chef du Département Laboratoires
CAYE (Optique)
LAJOINIE (Géologie)
PARFENOFF (Minéralogie)
REMOND (Sonde de Castaing - Cathodoluminescence)
VOGT (Géologie)

J'ai enfin entrepris la bibliographie relative à chacune des techniques étudiées.

-:-:-:-:-

TECHNIQUES ETUDIÉES

I. MINÉRALOGIE

1. Séparation des phases minérales.

* par champ de gravité.

Je me suis essentiellement intéressé à deux techniques : celle des colonnes à gradient de densité, qui permettent une mesure précise de la densité de chaque constituant, et surtout à la séparation en continu au moyen de plusieurs ampoules superposées contenant des liquides de densité différentes. La liqueur la plus appropriée est la liqueur de THOULET ($d = 3.17$) que l'on dilue dans de l'alcool éthylique pur de façon à obtenir les coupures appropriées au matériau étudié.

* par champ magnétique.

On isole dans un premier stade les minéraux ferromagnétiques (ce qui peut être réalisé en continu). Les ferromagnésiens sont ensuite triés au moyen du Forrer, la séparation étant ensuite affinée par le Frätz.

* morphologie des particules.

- Elutriateur - centrifugateur Bahco type SS7 : le matériau est introduit dans un courant d'air dont la trajectoire a la forme d'une spirale plane convergente. Les séparations vont de 3 μ à 60 μ . Le débit est de 1g/mn pour chaque fraction.
- Cyclosizer : le matériau en suspension dans l'eau traverse six cyclones successifs. Les séparations vont de 10 à 50 μ
- Coulter Counter : Les particules sont en suspension dans un électrolyte. Un volume déterminé de suspension passe à travers une électrode. Le passage de chaque particule modifie la différence de potentiel en fonction de la taille de la particule : toute variation de potentiel supérieure à un certain seuil est comptée. Le domaine de séparation va de 1,2 μ à 15 μ .

Bibliographie. GAGNY et NICOLAS - 1966 - La séparation des minéraux dans les roches. Organisation et techniques en vue de la réalisation d'un programme important. Nantes.

2. Etudes magnétiques.

≠ Balance magnétique.

L'échantillon est porté par une tige de quartz mobile longitudinalement dans le champ d'un électro-aimant. On peut empêcher son déplacement à l'aide d'un autre champ magnétique créé par une bobine, la force étant proportionnelle au courant électrique. Les mesures sont faites à toutes températures. En faisant varier le champ on mesure la saturation.

On peut également laisser balancer la tige dans le champ en étudiant la variation de la période d'oscillation.

≠ Mesures thermomagnétiques (mesure du point de Curie)

L'échantillon est chauffé dans un champ magnétique, et l'on suit le déplacement de la balance (dont la sensibilité est ici moins grande que dans l'appareil précédent).

3. Analyse thermique : différentielle et gravimétrique.

≠ Enregistrement simultané de la température, de l'ATD, de l'ATP (à deux sensibilités), des dérivées des courbes ATD et ATP, et de leurs intégrales. Les courbes dérivées permettent un pointé très précis des températures des pics. L'intégration donnant la surface des pics, facilite une analyse quantitative.

≠ Influence du cation échangeable d'une argile sur l'analyse thermique différentielle.

BESSON H. - CAILLERE S. - HENIN S. - 1967

Influence des cations échangeables sur la température de déshydratation des phlogopites.

C.R.Ac. Sc., T. 264-Ser. D. p. 1553-5

4. Spectroscopie infrarouge.

Les vibrations infrarouges, de faible énergie, font vibrer ou tourner les molécules. (vibrations de Valence, et de déformation). Chaque vibration correspond à une longueur d'onde de la radiation infra-rouge. On réalise une spectrographie d'absorption, les bandes absorbées étant caractéristiques des structures moléculaires.

Bibliographie.

ALEXANIAN C., MOREL P. et LE BOUFFANT L. 1966 :
Sur les spectres d'absorption infra-rouge des minéraux naturels
Bull. Sté. Fse. Céramique - n° 71, p. 3 - 38.

BRINDLEY G.W., ZUSSMAN I. - 1959.
Infrared absorption data for serpentine minerals.
Americ. mineralogist - 44 - p. 185.

CROSS A.D. - 1967 :

Traduit par Rocchiccioli - Azoulay - Paris.

FARMER V.C. 1958.

6. Sonde de Castaing.

L'impact d'un faisceau d'électron (surface de l'ordre du micron) sur une cible engendre un rayonnement X de longueurs d'ondes caractéristiques des éléments de l'anticathode. On observe le point d'impact par un microscope optique à réflexion. Le rayonnement X, focalisé par des cristaux courbés, est détecté par un compteur proportionnel. Pour les éléments lourds ($Z > 50$) on utilise les raies L. pour les plus légers il faut prendre les raies K, d'énergie d'excitation beaucoup plus grande. La surface de l'échantillon est métallisée de façon à la rendre conductrice, ce qui limite l'échauffement, donc d'éventuelles modifications thermiques. L'examen d'une surface étendue ($300 \mu \times 300 \mu$) nécessite l'intégration de chaque analyse ponctuelle. On déplace mécaniquement l'échantillon, l'image X est alors photographiée (Scanning). On reçoit en outre sur un écran les diverses images électroniques associées (électrons transmis, rétrodiffusés ou absorbés), qui donnent un meilleur aspect de la surface que l'image optique.

L'analyse des éléments légers est actuellement limitée au bore.

Outre le scanning, on effectue, sur un point donné, des analyses chimiques qualitatives, ou quantitatives par correction par rapport à des étalons. En calant la longueur d'onde on réalise aussi des traversées lentes ($300 \mu/\text{heure}$), ceci pour plusieurs éléments, les enregistrements étant juxtaposés.

On photographie encore la cathodoluminescence, en défocalisant la sonde.

Bibliographie :

BONNIVARD G - PHAN K.D. - RIVET P. - 1964 :

Utilisation du microanalyseur à sonde électronique de Castaing pour l'orientation des études de traitement des minerais.
Revue Ind. Minér., p. 435 - 442.

CAPITANT, LEVY et PHAN :

Le minerai de fer latéritique de Goro : étude du minerai à la microsonde électronique BRGM. Laboratoires (rapport non publié)

CONTY C. - 1967 -

Evolution récente et perfectionnements apportés à la microsonde MS 46 CAMECA.
Bull. Soc. Fse. Céramique - n° 75 - p. 95-99

- GUILLEMIN & CAPITANT - 1960 -
Utilisation de la microsonde électronique de Castaing pour des études minéralogiques.
Internat. Geol. Congr. XXI° - Part XXI - Copenhague.
- KLAUS Keil - 1967 -
The electron microprobe X-Ray analyser and its application in mineralogy.
Fortschr - Miner. 44-1 p. 4-66
- LEGRAND C - 1967 -
Quelques considérations sur l'analyse par microsonde électronique.
Bull. Soc. Fse Céramique - n° 75 - p. 81-94
- PHAN K.D. & CAPITANT M. - 1961 -
The use of the Castaing microanalyser with electron probe in mineralogical and metallogenic studies.
Intern. symposium on mining research - Missouri Univ.
Pergamon Press - Vol. 1, pp. 398-
- WEINRYBE E. - 1967 -
Le microanalyseur à sonde électronique AMX
Bull. Soc. Fse de Céramique - n° 75, p. 101-111

-:~::~:~::~:~::~:~::~:-

II. - GEOCHIMIE -

1. Technique analytique.

- a) Géochronologie : J'ai visité le service de géochronologie du CRPG, de M. SONET.
- b) Spectrographie (CRPG) : Les éléments en traces sont dosés par spectrographie d'arc, analyse semi-quantitative, mais les plaques sont lues au densitomètre. Les éléments majeurs sont analysés au quantomètre (spectrographie d'arc automatique, couplée avec une calculatrice électronique et une imprimante).
- c) Analyse chimique : Je me suis intéressé essentiellement à deux problèmes.

⊗ Dosage complexométrique du Calcium et du Magnésium : on l'effectue au moyen d'une burette automatique, le virage de l'indicateur étant contrôlé par l'enregistrement, au potentiomètre, de la courbe d'absorption optique.

⊗ Absorption atomique : les appareils modernes peuvent être équipés de lampes interchangeables qui permettent le dosage de tous les éléments.

Bibliographie.

BLANCHET M.L. et MALAPRADE L. - 1967 - :
Méthode rapide de dosage des principaux éléments d'une roche silicatée.
Chimie analytique - Vol. 49, n° 1, p. 11-27

VALENCE G. & MARQUES S. - 1967 -
Les latérites de Nouvelle-Calédonie - Méthode rapide de dosage des principaux éléments.
Chimie analytique - Vol. 49 - n° 5, p. 275-284

2. Altérations.

a) Expérimentations (BRGM)

⊗ Chambre climatique : toutes les variations de températures et l'humidité peuvent être obtenues ce qui permet l'altéra-

Bibliographie.

COMI I - 1966 - Contribution à l'étude de la localisation et de la

c) eaux.

Dans ce domaine également le travail a surtout été bibliographique, excepté une discussion avec M. TARDY (CNRS - Strasbourg), sur le mode de traitement des résultats analytiques.

CONCLUSION - ORIENTATION DE TRAVAIL.

I. - Organisation matérielle du laboratoire.

C'était l'objectif principal du stage. Les deux disciplines dont j'ai besoin pour mon programme d'étude d'altération, la chimie et la minéralogie, ont été examinées sous l'aspect de l'organisation matérielle d'un laboratoire outre-mer.

1. Chimie. L'installation d'un laboratoire de chimie dans un Centre Outre-Mer est relativement aisée et extrêmement utile pour le chercheur, qui, obtenant rapidement des résultats peut orienter son travail de terrain en fonction de ces derniers. Un tel laboratoire peut avoir un haut rendement s'il est dirigé par un chimiste qualifié qui ne s'occupe que de ce travail, et équipé d'un appareil d'absorption atomique moderne. Un potentiomètre enregistreur peut également être intéressant.
2. Minéralogie. Le problème est beaucoup plus complexe. La réalisation d'un programme d'étude d'altérations ne peut se concevoir, à l'heure actuelle, sans diffraction X, la microsonde électro-

nique devenant également indispensable si l'on veut dépasser le niveau des généralités déjà publiées un peu partout dans le monde. Un tel équipement ne peut pas se concevoir outre-mer : il est très cher, et serait donc insuffisamment utilisé dans un Centre, il est fragile et complexe, et les problèmes d'entretien deviendraient rapidement insolubles. La solution consistant à faire expédier en France par le chercheur, les échantillons dont il réclame une analyse à un laboratoire de routine n'ayant jamais paru très satisfaisante, ni pour le chercheur, ni pour le laboratoire, la seule issue apparaît donc dans une interruption du rythme des séjours outre-mer, permettant au chercheur de travailler en France pendant une période suffisamment longue pour tirer partie de ses échantillons, dans un laboratoire bien équipé.

II. - Terrain.

En premier lieu, je compte terminer la carte des sols commencée sur la côte ouest, en complétant les levés des bassins des rivières Ouinné et Kouakoué, sur la côte Est. J'aurai ainsi une coupe transversale complète et une coupe longitudinale extrêmement représentative puisque l'altitude de la péninsule y varie de 300 à 1500 mètres. Cette carte qui permettra une synthèse géomorphologique globale, devrait

Concurremment avec ce travail, puis l'année suivante je procéderai à un prélèvement très sélectif d'échantillons sur un petit nombre de profils, échantillonnés finement. Il ne s'agit plus en effet de trouver les caractéristiques générales de chaque faciès d'altération, mais de suivre le processus de l'altération dans chaque faciès.

De même les prélèvements d'eaux, et en particulier d'eaux de source, seront effectués en corrélation avec les études de sols : l'évolution reconnue le long des profils topographiques dans les faciès pédologiques sera recherchée dans les eaux qui drainent ces formations.

III. Etude des Echantillons - Interprétation des résultats.

1. Analyses.

a) Argiles - Trois problèmes se dégagent.

≠ Vertisols (sols moyennement évolués). La nature de leurs argiles est à préciser, ce qui justifiera leur nomenclature et orientera l'étude de la géochimie très particulière de ce milieu.

≠ Zones de piedmont - Ici aussi la minéralogie est toute à faire. La question de l'origine de la silice (argiles héritées ou néoformées) pourra ainsi être résolue.

≠ Antigorites - A première vue il semble y avoir de nombreux types d'antigorite : Tectonique - de Rétrodiagénèse dans les cortex d'altération - de néogénèse (type minéral garniéritique). En fait le problème qui paraît embrouillé peut se simplifier après l'étude minéralogique fine de ces espèces. Par exemple l'antigorite des cortex n'est peut-être que la relique de la serpentine profonde (rétrodiagénèse) qui était déjà présente, les autres éléments étant altérés. Une étude optique au microscope et le calcul de bilan (isovolumétrique permettra de préciser.

≠ Géochimie - Il sera intéressant de suivre les différentes

c) liaisons des éléments dans les réseaux cristallins.

Ce problème peut-être abordé par la voie minéralogique microsonde, ou techniques plus classiques (Rayons X, thermique ...) en comparant alors des substances et des mélanges synthétiques aux matériaux naturels.

La voie chimique peut également donner quelque enseignement : attaques ménagées, extractions par solvants divers.

2. Calculs.

Nous arrivons ainsi à l'établissement du bilan de l'altération. Une première approche peut être tentée sur les profils mêmes, par les méthodes d'isovolume ou d'isoteneur (au besoin par défaut avec le fer par exemple, au moins dans certains cas).

La carte déjà levée permettra de généraliser ces résultats pour tout un niveau de stabilité, en donnant une quantification des volumes concentrés (et donc également lessivés).

Enfin, les résultats d'analyse d'eaux vont être utilisés pour le calcul des rapports et des variations des rapports des différents paramètres (teneurs, débits, caractéristiques physiques etc ...). Tous ces calculs de corrélation sont longs, et, un véritable traitement statistique ne pourra être effectué qu'à la machine.

La corrélation entre les eaux et les concentrations déjà reconnues dans le paysage nous permettra enfin de déboucher sur un bilan plus précis et plus complet, de l'altération des péridotites en