

REMARQUES AU SUJET DE LA DETERMINATION DE LA COMPOSITION MINERALOGIQUE DES ARGILES

L. ORTELLI * et U. SCHOEN **

SOMMAIRE

Méthodes employées et appareils

Détermination des différentes espèces minéralogiques

Valeur des résultats

- Préparation des plaques
- Réglage de l'appareil
- Composition de l'échantillon
- Etat de cristallisation des minéraux

Estimation quantitative

Les résultats de l'analyse minéralogique des argiles constituent, depuis quelques années, un élément important dans le travail des minéralogistes, géologues, géomorphologues, pédologues et agronomes au Maroc.

La nature minéralogique de la fraction argileuse d'un sol étant devenue un critère généralement employé en pédologie, la création du Laboratoire de minéralogie du sol à l'Institut national de la recherche agronomique

* Laboratoire de Physique au Service d'études des gîtes minéraux (SEGM) à la Direction des mines et de la géologie, Rabat.

** Laboratoire de minéralogie du sol à l'Institut national de la recherche agronomique, Rabat (INRA).

M. U. SCHOEN exprime sa reconnaissance à l'Institut national de la recherche agronomique qui lui a donné les possibilités de travailler dans son cadre, ainsi qu'à la « Deutsche Forschungsgemeinschaft » (Fondation Allemande pour la Recherche Pure) pour l'accord d'une bourse de deux ans. Nous remercions également M. H. FARAJ qui nous a aidé à rédiger ce texte.

répond à un besoin et permet aux pédologues de cet Institut de faire entrer régulièrement dans leur recherche de base et leur cartographie la connaissance du type d'argile. Ce laboratoire, grâce à un accord avec le Service d'études des gîtes minéraux, pourra profiter des installations déjà existantes dans ce service.

Une série de publications qui aura pour sujet l'argile des sols marocains et son évolution au cours des pédogénèses anciennes et actuelles est en préparation. Le présent article servira de partie méthodologique à laquelle pourront se référer ces prochaines publications qui donneront les résultats d'un travail d'équipe poursuivi pendant deux ans.

Dans cet article, les termes que nous utiliserons pour la présentation de nos résultats se trouvent définis ; de même, toutes les abréviations employées ultérieurement sont indiquées et mises entre guillemets (voir tableau récapitulatif).

I. Méthodes employées et appareils

1. Rayons X

a. Préparations et méthodes. Après avoir agité au mixer * une suspension de sol, on siphonne à plusieurs reprises le liquide qui surnage après sédimentation jusqu'à ce que la suspension soit stable. Cette suspension est obtenue uniquement avec de l'eau distillée, sans apport de dispersant.

Dans les cas d'une mise en suspension difficile à réaliser, on décarbonate l'échantillon ou on utilise une solution de NH_3 diluée à N/100 environ (à cette dilution la contraction des feuillettes par adsorption de NH_4^+ est encore négligeable).

Un peu de liquide contenant les particules inférieures à 2μ est pipeté et déposé en grande goutte sur lames et laissé à l'air pour dessiccation.

Les conditions d'hygroscopicité et de température n'ont pas pu être contrôlées. Après chauffage des lames (à 580, 450° C, etc.), on passe immédiatement du four aux rayons X afin d'éviter la réhydratation.

Ainsi, en principe, nous n'étudions que la fraction « inférieure à 2μ » (« $< 2 \mu$ »). Ceci est sous-entendu lorsque nos résultats ne portent pas une désignation particulière quant à la fraction granulométrique.

Parfois un peu de liquide est pipeté immédiatement après la mise en suspension, il contient ainsi, en plus de la fraction argileuse, des particules supérieures à 2μ . Nous désignons cela par « imm ».

* Marque Hamilton Beach.

Dans le cas des vertisols, une partie de la fraction argileuse risque d'échapper à l'analyse par formation de « pseudo-limon » : plusieurs particules d'argile sont englobées dans un mycélium de substances humiques fortement adsorbées par la montmorillonite. Ce pseudo-limon forme au fond du béccher, entre les fractions plus grossières et la suspension stable, une couche généralement plus noire que la suspension qui est souvent brune. Après siphonnage de la première suspension (désignée « brun ») nous procédons alors à une nouvelle agitation prolongée au mixer, afin de disperser ce « pseudo-limon » (la deuxième suspension ainsi obtenue est désignée par « noir » ; un échantillon traité sans fractionnement porte la désignation de « sol tot »).

Les préparations ainsi obtenues sont « orientées » (« prép orient »).

La qualité de la préparation — en particulier l'état de la surface qui doit être bien lisse — est importante pour l'interprétation ultérieure des spectres. La qualité est désignée par l'échelle suivante : très bonne, bonne, moyenne, mauvaise préparation (« tbp », « bp », « bmp », « mp »).

Faute de temps, nous n'avons souvent pas fait des diagrammes de poudre (Débye-Scherrer) bien que la nécessité en ait été ressentie surtout pour identifier sans ambiguïté les minéraux non-phylliteux (calcite, quartz, goethite, hématite et autres).

Dans le cas d'analyses courantes de laboratoire, les sols ne subissent aucun traitement préalable, les spectres portent alors la mention « état naturel » (« nat »).

Toutefois, pour lever certaines incertitudes dans la détermination des espèces minéralogiques, des échantillons ont été soumis à des traitements particuliers :

— Saturation en Ca^{++} , en K^+ et en NH_4^+ (pour caractériser la montmorillonite et la distinguer de la vermiculite) : addition de CaCl_2 , de KCl ou de NH_4Cl , agitation, sédimentation, siphonnage (cette opération, en principe, étant répétée trois fois). Dans le cas de la saturation en K^+ , l'échantillon est séché à l'étuve pour favoriser la fixation de K , (« Ca^{++} », « K^+ », « NH_4^+ »).

— Décarbonatation : on ajoute lentement, en agitant, la quantité de HCl diluée calculée pour dissoudre le calcaire présent dans l'échantillon (« déca »). On évitera l'exès d'acide. Malgré ces précautions, on ne peut contrôler de façon précise la réaction : après l'attaque, l'état de saturation en cations des minéraux gonflants n'est pas défini. Il faut donc, après décarbonatation, saturer l'échantillon avec un cation connu. Il va sans dire que non seulement le calcaire, mais tous les carbonates seront attaqués par l'acide.

— Oxydation de la matière organique : après décarbonatation on fait subir à l'échantillon deux traitements à H_2O_2 (à 50 vol. au minimum) à 80°C (cette opération est désignée par « oxy »). La substance résiduelle n'est pas forcément dépourvue de matière organique, elle peut en contenir des quantités non négligeables, en particulier dans la fraction argileuse. Fortement retenues par les argiles (surtout dans le cas de la montmorillonite), les matières humiques résistent à l'oxydation.

— Déferrification : extraction du fer appelé « libre » au $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ (dithionite) selon la méthode de DEB [4] (« défer »), puis saturation en Ca^{++} .

— Déchloritisation : dissolution de la chlorite par H_2SO_4 (afin de pouvoir prouver l'existence de kaolinite en présence de chlorite) d'après la méthode de MARTIN-VIVALDI [13] (« déchlor »).

Des lames « état naturel » sont faites en trois exemplaires, le premier est passé aux rayons X sans modification (« nat »), le second est glycérolé (« nat gly »), le troisième est chauffé à différentes températures * :

- à 580°C pour toutes les analyses de série (« nat 580° ») ;
- à 450°C pour déceler les chlorites dégradées ou néoformées dans les sols ou sédiments, et susceptibles d'être détruites à 580°C (« nat 450° ») ;
- à 300°C pour détecter la vermiculite en présence de chlorite et de kaolinite (« nat 300° ») ;
- à 200°C pour caractériser la montmorillonite dans le cas du « vertisol — gonflement de la montmorillonite », par gonflement des substances humiques absorbées dans les espaces interfoliaires rencontrés fréquemment dans les vertisols (« nat 200° »).

Au besoin, les lames provenant des traitements sont glycérolées ou chauffées [par exemple : (« déca gly ») (« Ca 580°C »)].

b. Appareil. L'appareil utilisé pour l'analyse roentgénographique (« ray X ») est un goniodiffractomètre Philips, dont le réglage comprend les dispositions suivantes :

- 40 KV — 20 mA Tube Cu K_α — filtre Ni
- Vitesse de gonio : $1^\circ/\text{min}$
- Vitesse du rouleau enregistreur : 800 mm/h
- Constante de temps : 2
- Sensibilité : $8 \times 0,8$ ou $4 \times 0,3$ (parfois $16 \times 0,8$ et $2 \times 0,8$), (« sens 8 », « sens 4 », etc.).

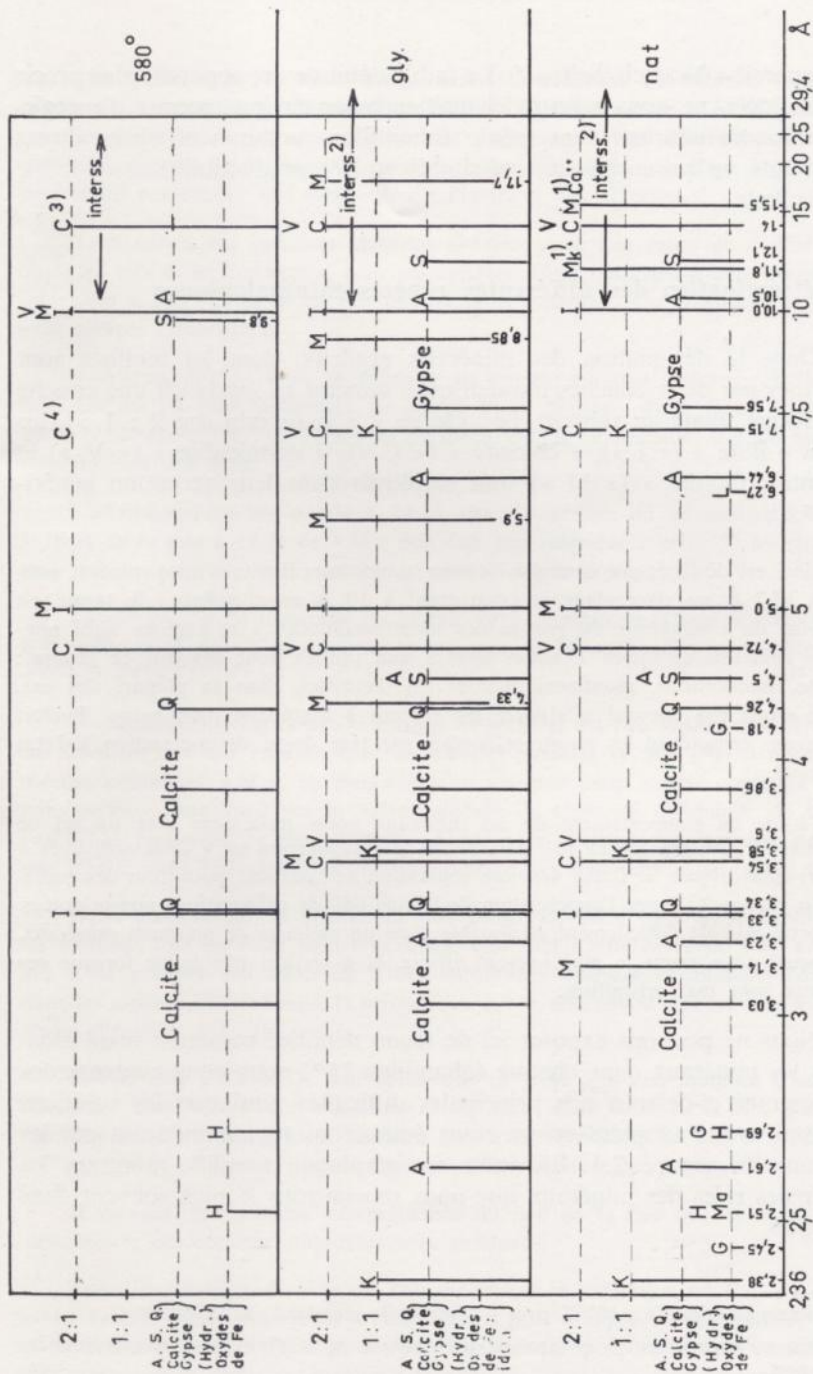
Le départ est fait à 3° , ce qui permet d'apprécier les raies de 28 \AA . Ne disposant pas encore du collimateur qui aurait permis de démarrer à 2° , les raies correspondant aux distances réticulaires supérieures à $29,2 \text{ \AA}$ n'ont pu être enregistrées jusqu'à l'heure actuelle.

2. Analyse thermique différentielle

Les déterminations aux rayons X sont complétées par l'analyse thermique différentielle (« ATD ») [12] au moyen soit de l'appareil portatif « Eberbach », appareil assez rapide mais peu précis et peu fidèle, soit

* On maintient pendant une demi-heure la température voulue.

Spectres aux rayons X des minéraux rencontrés couramment dans les argiles au Maroc
(raies principales enregistrées à partir de préparations orientées)



- 1) La distance réticulaire 001 de M varie en fonction du cation adsorbé. Ici, à titre d'exemple, état calcique ($M_{Ca^{++}}$) et état potassique (M_K).
- 2) Nous n'avons pas donné de renseignements sur les interss pour ne pas charger le TABLEAU.
- 3) Disparition pour certaines chlorites, surtout pour les chlorites mal cristallisées.
- 4) Forte diminution ou disparition pour la plupart des chlorites.

de l'appareil « Netzsch/Selb » *. Le faible débit de cet appareil, plus précis et plus fidèle, ne nous a jusqu'ici malheureusement pas permis d'enregistrer plusieurs courbes d'un même échantillon, notamment après divers traitements, ce qui aurait été souhaitable vu la reproductibilité assez faible des résultats.

II. Détermination des différentes espèces minéralogiques

Dans la désignation des minéraux argileux, dont les feuillets sont constitués par deux couches tétraédriques prenant en sandwich une couche octaédrique, donc au rapport $Te : Oc = 2 : 1$, (« min arg 2 : 1 »), les termes « illite » (« I »), « chlorite » (« C »), « vermiculite » (« V ») et « montmorillonite » (« M ») sont employés dans leur acception générique **.

Ainsi est désigné, par exemple, comme « montmorillonite » tout minéral gonflant à 17,7 Å au glycérolage et contractant à 10 Å au chauffage ; le terme est synonyme de « minéraux du groupe des montmorillonites » et englobe ainsi nontronite, beidellite et autres. D'autres termes sont utilisés pour désigner ce groupe : smectite, montmorins, montmorillonoïdes [1]. Jusqu'ici, dans la plupart des cas, nous n'avons pas cherché à séparer les espèces à l'intérieur d'un genre. Parfois nous avons caractérisé les montmorillonites par leur degré de contraction à l'état potassique.

L'étude du comportement de ces minéraux après traitement avec un sel de lithium (effet GREENE-KELLY [6]) permettrait leur séparation en « di-octaédriques » et « tri-octaédriques ». Cette dernière séparation est possible pour tous les minéraux du groupe 2 : 1 par l'appréciation de la raie 060 de préparations non-orientées. Mais cette raie est difficilement attribuable dans un mélange de plusieurs minéraux, cas auquel nous avons le plus souvent affaire, et à fortiori très faible lorsque ces minéraux sont mal cristallisés.

Nous ne pouvons exposer ici de façon détaillée comment nous identifions les minéraux dans chaque échantillon ***, nous nous contenterons de présenter ci-dessous nos principales difficultés ainsi que les solutions que nous avons adoptées et que nous énumérons en commençant par les minéraux du groupe 2:1. En outre, un graphique simplifié montrera les principales raies des minéraux que nous rencontrons le plus souvent dans les argiles.

* Vitesse de chauffe : 10° C min — intervalle standard : 0° à 1050° C.

** Bien qu'appartenant à ce groupe, l'attapulгите et la sépiolite sont mentionnées à part.

*** Voir citations bibliographiques 1, 2, 3, 5, 7, 8, 9, 10, 11, 14.

— Chlorite (« C ») : nous avons admis la présence de chlorite lorsque la raie à 14 Å subsistait après chauffage à 580° C, sans oublier que, en particulier avec les chlorites ferrugineuses, cette raie augmentait alors d'intensité. Les quelques cas observés où la raie 002 ne disparaissait pas après chauffage à 580° C ne permettent pas encore une subdivision à l'intérieur des chlorites.

Il est admis que certaines chlorites altérées, ainsi que celles de néoformation dans les sols et les sédiments, sont susceptibles d'être détruites à une température inférieure à 580° C, et de ce fait ont pu nous échapper. Un chauffage à 450° C peut dissiper l'incertitude.

— Vermiculite (« V ») en présence de montmorillonite, chlorite, et illite : si, dans les cas les plus favorables, la raie à 14 Å diminue d'une façon importante après chauffage à 580° C, on est en présence soit de vermiculite, soit de montmorillonite, soit des deux.

L'affaiblissement de la raie à 14 Å par glycérolage dû au seul déplacement à 18 Å de la raie à 14 Å de « M » doit être très inférieur à celui dû au chauffage pour pouvoir affirmer avec une bonne probabilité la présence de « V ».

La diminution de l'intensité de la raie de 7 Å après chauffage à 300° C, due à la contraction de « V », confirme la présence de la vermiculite en mélange avec « K » et « C ».

— Montmorillonite (« M ») : lorsque ce minéral est peu visible aux rayons X, cas fréquent des sols rubéfiés dont le matériel parental (« mat par ») consiste en marnes contenant « M », sa présence n'en est pas pour autant contestée : nous nous basons alors aussi sur la valeur globale de Capacité d'Echange de Cations (« CEC ») rapportée au taux d'argile. Ainsi, pour certains cas, on doit admettre une teneur assez importante en montmorillonite très mal cristallisée (« mal crist »).

Dans d'autres cas, le flou de la raie principale de « M » peut signifier que les feuillets, tout en étant bien cristallisés, sont mal « orientés » ou mal « ordonnés », le premier cas serait dû à des substances (souvent organiques) adsorbées dans les espaces interfoliaires, le second cas, à une dislocation des feuillets au cours d'une altération qui s'amorce.

Si l'on doit attribuer le flou de la raie de « M » à une présence d'interstratifications avec « M » qui s'approchent de leur stade final de « M » pure, cas fréquent dans les pédogenèses donnant lieu à la formation de « M » à partir de « C », « V » et « I », nous parlons d'une montmorillonite « peu homogène ».

Il va sans dire que ces interprétations du flou de la raie 001 de « M » sont délicates et doivent être employées avec prudence.

Dans les analyses de série où l'on renonce à la saturation en Ca⁺⁺ (ou Mg⁺⁺), « M » étudiée ainsi uniquement à l'état « nat » peut échapper à l'examen lorsqu'elle se trouve contractée à l'état potassique. Notons que pour la grande majorité des sols marocains la distance réticulaire de « M » à l'état « nat » est presque identique à celle de l'état calcique.

D'ailleurs, l'analyse des cations échangeables montre qu'au Maroc, même dans les sols non-calcaires, le « complexe absorbant » est composé dans sa plus grande partie par Ca et Mg.

— Interstratifiés (« interss ») : en ce qui concerne les interstratifications entre les minéraux 2:1, les composantes n'ont été spécifiées que dans des cas manifestes. Par exemple : « C-M », « I-M », « C-I », « V-M », etc.

La séparation entre « réguliers » (« rég ») et « irréguliers » (« irrég ») est souvent délicate, nous indiquons cela par la mention « interstratifiés réguliers et irréguliers non séparés (ou non différenciés) », (« rég et irrég non sép »).

Nous n'avons affirmé la présence de « réguliers » que lorsqu'il apparaissait, à l'état naturel, des raies supérieures à celle de la montmorillonite et lorsque après chauffage à 580° C il subsistait des raies supérieures à 14 Å. Signalons que ces raies ne sont souvent que des « épaules » sur la courbe descendante et à la limite de la détectabilité. Vu le manque de netteté des spectres, les séries intégrales d'harmoniques théoriquement exigées pour les « réguliers » ne sont observées que rarement.

En présence de « réguliers » les harmoniques de ceux-ci peuvent être confondues avec les raies des « irréguliers ». La présence d'« irréguliers » est alors douteuse.

— Kaolinite (« K ») : pour assurer la présence simultanée de « K » et de « C » nous tenons compte des pics caractéristiques de « K » à l'« ATD » et de l'intensité comparée des raies à 14 et à 7 Å à l'état « nat », « gly » et à « 580° C ». Les spectres peu nets nous empêchent le plus souvent d'observer le dédoublement de la raie à 7 et de celle à 3,5 Å, composées des raies de « C » et « K ».

La raie 003 de « K », importante pour son identification vu l'extrême faiblesse de la 006 de « C », est souvent difficile à déceler de par sa faible intensité. Pour la même raison dans bien des cas, on ne peut guère se prononcer sur l'absence de la raie 060 à 1,489 Å, ce qui serait une preuve de l'absence de « K ».

Un traitement H₂SO₄ chaud est un moyen utile de différencier « K » de « C » [13], mais la valeur universelle de ce traitement est contestée.

— Attapulgite et Sépiolite (« A » et « S ») : afin de pouvoir affirmer la présence de « A » et de « S » avec certitude, nous enregistrons souvent sur film un spectre de lamelle orientée, ce qui donne un diagramme caractéristique de raies circulaires typiques de « A » et « S », dû à leur constitution non en feuillets mais en bâtonnets (la même méthode est applicable pour détecter la halloysite).

— (Hydr)oxydes de Fe : goethite (« G ») et lépidocrocite (« L ») étant souvent contenues dans les échantillons à des taux très voisins du seuil de détectabilité de ces minéraux aux rayons X, c'est au moyen de l'« ATD », plus sensible à ces minéraux, que se fera l'identification. Les deux raies principales de l'hématite (« H ») coïncident, pour l'une, avec « G », pour l'autre, avec maghémite (« Ma »). Or, cette dernière ne se trouve que très rarement.

— Quartz (« Q ») : l'estimation de « Q » est basée principalement sur la raie à 4,26 Å en tenant compte des interférences avec la raie de gypse à 4,28 Å.

Dans des études de série pour caractériser certains étages géologiques ou pédogénèses, une analyse minéralogique complète n'est pas toujours requise : nous nous bornons alors, par exemple, à l'examen des minéraux du groupe 2:1 et de K, représentant du groupe Te : Oc = 1:1, et portons pour les autres minéraux la mention « non déterminée » (« nd »).

III. Valeur des résultats

Souvent la qualité des spectres est assez mauvaise : pics peu distincts, bandes floues. Nous pensons que ceci est lié au mauvais état de cristallisation des minéraux. Cependant, la netteté des spectres dépendant de plusieurs facteurs, le facteur décisif ne peut être isolé que par élimination des autres :

- préparation des plaques,
- réglage de l'appareil,
- composition minéralogique de l'échantillon,
- état de cristallisation des minéraux.

1. Préparation des plaques

Nous avons veillé à ce que les pipetages ne soient faits qu'à partir de suspensions stables, et à ce que la surface des lames soit lisse. Ainsi, nous estimons avoir évité un étalement et affaiblissement des pics par manque d'orientation.

2. Réglage de l'appareil

Nous avons utilisé le réglage expérimenté au Laboratoire de physique du Service d'études des gîtes minéraux. On aurait pu obtenir une contraction des pics en augmentant la vitesse du gonio, mais ceci aurait été au détriment du pouvoir de résolution. Pour augmenter la hauteur des pics, on peut augmenter la sensibilité (travailler avec « sens 4 » ou même « sens 2 »), mais alors l'amplitude d'oscillation de l'aiguille est telle que les faibles pics se détachent encore plus mal de la courbe de fond.

3. Composition de l'échantillon

a. Empêchement de l'orientation par des substances non-phylliteuses : la présence de corps non-feuilletés peut provoquer un étalement des pics en contrecarrant l'orientation des feuillets des minéraux argileux. Par exemple, CaCO_3 , le quartz, et les (hydr)oxydes de Fe et de Al (cristallisés ou non) sont des corps responsables de telles interférences :

- dans des échantillons très calcaires jusque dans la fraction $< 2 \mu$, la décal-

carisation augmente la netteté du spectre des minéraux argileux en leur permettant de s'orienter, mais aussi par la disparition de leur dilution par le calcaire ;

— pour apprécier à sa juste mesure l'effet perturbateur du quartz, il eût souvent été indiqué de préparer des plaques à partir des fractions plus fines, susceptibles de contenir moins de quartz (par exemple $< 0,2 \mu$). Notons cependant qu'on peut s'attendre dans ces cas à une mauvaise cristallinité des minéraux dans ces fractions fines, les particules les plus fines étant altérées en premier ;

— afin de déterminer si une mauvaise orientation des feuillettes n'est pas due à un emballage dans un ciment ferrugineux, nous avons procédé — en particulier pour des échantillons rubéfiés provenant du Villafranchien — à l'extraction du « Fer libre » par la méthode de DEB. En règle générale pour les sols du Maroc, la qualité des spectres n'est pas améliorée par ce traitement.

L'enregistrement d'un spectre de poudre permet de préciser le rôle de ces substances non-phylliteuses.

b. Dilution par substances « amorphes aux rayons X » : des substances ne donnant pas de raies de diffraction aux rayons X dans les conditions expérimentales définies plus haut (substances que nous qualifions d'« amorphes aux rayons X ») peuvent, en plus des effets inhérent à la substance (mauvaises plaquettes, désorientation, composition chimique, etc.), affaiblir les spectres par dilution.

Matière organique et (hydr)oxydes de Fe étant le plus souvent présents en quantités relativement faibles, leur élimination par H_2O_2 et $Na_2S_2O_4$ ne modifie pas les spectres.

c. Présence de mélanges : un mélange de nombreuses espèces minéralogiques, donnant chacune de multiples raies, peut contribuer à charger le spectre ; même dans cette hypothèse, la netteté des raies n'en est pas, pour autant, altérée. Ce facteur n'entre donc pas en jeu dans le brouillage des spectres.

d. Présence d'interstratifiés : dans le cas de minéraux interstratifiés (« interss ») bien définis, ceux-ci interviennent au même titre que les autres minéraux, et ne brouillent pas plus le spectre que ne ferait un mélange d'autres minéraux.

Par contre, la présence de minéraux interstratifiés à taux d'interstratification variable peut se traduire dans les spectres par une bande continue joignant les pics des minéraux composants.

Ce facteur est donc le premier à devoir être pris en considération.

4. Etat de cristallisation des minéraux

Les autres facteurs, mise à part la présence de minéraux interstratifiés à taux d'interstratification variable, étant exclus, il ne reste, pour expliquer le manque de netteté des spectres, que la mauvaise cristallinité des minéraux. La faible intensité des harmoniques confirme ce résultat*.

* Ici encore, l'enregistrement d'un spectre de poudre est indiqué pour compléter l'analyse.

Dans le cas extrême, ce mauvais état de cristallisation peut signifier la présence de « minéraux » « amorphes aux rayons X ».

Cette mauvaise cristallinité se rencontre fréquemment dans la fraction argileuse provenant d'une pédogenèse (« pédogen ») assez intense (par exemple au cours du Villafranchien).

Précisons enfin que l'emploi du microscope électronique est indispensable afin de pouvoir se prononcer d'une manière valable sur le mauvais état de cristallisation et sur les substances « amorphes », cet appareil détectant, par exemple, l'allophane.

IV. Estimation quantitative

L'estimation des teneurs est difficile, sinon impossible car la hauteur des pics est liée à la composition chimique des minéraux et à leur degré de cristallinité.

A teneur égale, deux espèces minéralogiques ne donnent pas deux pics d'égale hauteur, chaque minéral ayant en quelque sorte son « coefficient de représentabilité » (« CR ») reliant la hauteur à la teneur. A titre d'exemple, ce « CR » est plus élevé pour la kaolinite que pour les minéraux 2:1. Ceci signifie que dans une série donnée, on peut comparer les teneurs d'un échantillon d'une espèce minéralogique donnée entre elles, mais non pas à celles d'une autre espèce, à moins que le « CR » n'ait été préalablement défini.

Le « CR » peut varier à l'intérieur d'une espèce en fonction de sa composition chimique. Par exemple, selon que la couche octaédrique est plus ou moins riche en Fe ou Mg, une montmorillonite donnera des pics de hauteurs bien différentes. Comparés à la kaolinite, dont la composition chimique ne varie pratiquement pas, les minéraux 2 : 1 sont sujets à des variations beaucoup plus amples, et de ce fait il sera beaucoup plus difficile de définir un « CR » pour les minéraux 2:1. Il en résulte qu'en toute rigueur il n'est même pas possible de comparer, par exemple, les teneurs en montmorillonite entre deux échantillons donnés, dont on ne garantit pas l'identité de composition chimique. Ceci mis à part, il faut garder présent à l'esprit que le « CR » n'est pas uniquement fonction de la composition chimique mais aussi du degré de cristallinité (voir plus haut à propos de l'« état de cristallisation des minéraux »). Ainsi le fait généralement admis que l'illite « se représente » mieux que la montmorillonite doit être attribuable à des dislocations plus grandes dans les réseaux des montmorillonites plutôt qu'à une composition chimique différente.

Dans ce qui précède, nous avons supposé constant le fond de noircissement. Or, ce fond n'est pas indépendant de la composition chimique :

en plus de l'amplification ou de l'absorption du rayonnement qui fait que l'intensité du rayon réfléti peut être supérieure ou inférieure à celle du rayon incident (voir « CR »), l'émission d'un rayonnement secondaire, dû à l'excitation de certains éléments (par exemple Fe, Mn, Cr, en utilisant le tube Cu K α), peut accroître le fond continu. L'établissement d'une courbe d'étalon valable pour plusieurs échantillons est donc rendu impossible. Ceci nous interdit de comparer les hauteurs absolues des pics et nous limite à la comparaison des hauteurs relatives.

Ainsi un doute général pèse sur les estimations quantitatives que nous indiquerons. Nous tenons cependant à exprimer la composition minéralogique de la fraction argileuse sous forme semi-quantitative, soit en indiquant seulement « supérieure à » (par exemple : « M » > « I »), ou « inférieure à » (« M » < « I »), ou « égale à » (« M » = « I »), ou « à peu près égale à » (« M » # « I »), ou en nous servant de l'échelle suivante :

« abs » = absent	« m » = moyen
« Tr » = traces	« mF » = moyen - fort
« ff » = très faible	« F » = fort
« f » = faible	« FF » = prédominance
« mf » = moyen faible	

Cette présentation semi-quantitative nous permet de comparer minutieusement deux échantillons (par exemple : augmentation de « K », augmentation de « M », diminution de « C », diminution de « C-M », etc.) et de tenter ainsi d'exploiter les résultats minéralogiques dans l'interprétation des processus de sédimentation et de pédogenèse.

Tableau récapitulatif des termes et abréviations utilisés

« A »	attapulгите
« abs »	absent
« amorphes aux rayons X »	ne donnant pas de spectre aux rayons X dans les conditions de travail définies ici
« ATD »	analyse thermique différentielle
« bmp »	moyenne préparation du film d'argile sur lamelle
« bp »	bonne préparation du film d'argile sur lamelle
« brun »	suspension d'un vertisol mal dispersé
« Ca ⁺⁺ »	argile saturée en calcium
« C »	chlorite
« CEC »	capacité d'échange de cations
« CR »	coefficient de représentabilité
« déca »	échantillon après décarbonatation
« déchlor »	échantillon après déchloritification
« défer »	échantillon après déferrification
« f »	faible
« ff »	très faible
« F »	fort
« FF »	prédominance
« G »	goéthite
« gly »	état glycérolé
« H »	hématite
« (h ₂ dr)oxydes de Fe et de Al »	terme global désignant oxydes et hydroxydes ainsi que les substances dont le degré de déshydratation est mal connu
« I »	illite
« imm »	pipetage immédiat d'une suspension contenant des particules de tout diamètre
« interss »	interstratifiés
« irrég »	interstratifiés irréguliers
« K »	kaolinite
« K ⁺ »	argile saturée en potassium
« L »	lépidocrocite
« M »	montmorillonite
« Ma »	maghémite
« mal ordonné »	dislocation des feuillets de « M » lors d'une altération
« mal orienté »	mauvaise orientation de « M » due à une adsorption dans les espaces interfoliaires
« min arg 2 : 1 »	minéraux argileux du groupe Te : Oc = 2:1
« mp »	mauvaise préparation du film d'argile sur lamelles
« mal crist »	mal cristallisé
« mat par »	matériel parental
« m »	moyen
« mf »	moyen-faible
« mF »	moyen-fort
« nat »	état naturel
« nd »	non déterminé
« NH ₄ ⁺ »	argile saturée en ammonium
« noir »	suspension d'un vertisol mieux dispersé
« Oc »	octaèdre
« oxy »	échantillon après oxydation

<p>« prép orient » « pédogen » « peu homogène » « Q » « ray X » « rég » « rég et irrég non-sép »</p> <p>« S » « sens » « sol tot » « Tr » « Te » « tbp »</p> <p>« V » « C-M », « V-M », « I-M », etc. « M » # « I » « 580° », « 450° », etc.</p> <p>« < 2 μ »</p>	<p>préparation orientée pour analyse aux rayons X pédogenèse mélange de « M » avec ses interstratifiés 2 : 1 quartz analyse roentgénographique interstratifiés réguliers interstratifiés réguliers et irréguliers non séparés sépiolite sensibilité échantillon non fractionné traces tétraèdre très bonne préparation du film d'argile sur lamelles vermiculite interstratifiés spécifiés quantité à peu près égale de ces 2 minéraux échantillons chauffés à 580, 450° C, etc. pendant une demi-heure fraction inférieure à 2 microns</p>
--	--

Manuscrit déposé le 16.1.64

ملخص

عرضت طرق توحيد الفخاريات التي تستخدم في مخبر علم معادن الارض، وقد اشير الى المصاعب الاساسية كما نوقشت قيمة النتائج المحصلة. تكون درجة تبلور المعادن الفخارية، بيانا مفيدا لفهم استطالات التربة المتولدة عنصريا فهما حسنا، وكونت امكانية اثبات درجة التبلور ابتداءا من نوع الاطياف، موضوع مناقشة مفصلة.

ستصلح هذه المقالة لقسم دراسة البرهنة على طرق تنظيم مختلف المعلومات للمنشورات القادمة. وعرف المؤلفون في نفس الهدف المصطلحات والمختصرات المستعملة في تقديم نتائجهم.

RÉSUMÉ

Les méthodes d'identification des argiles qu'emploie le Laboratoire de minéralogie du sol ont été indiquées, les principales difficultés exposées et la valeur des résultats discutée.

Le degré de cristallinité des minéraux argileux étant une indication utile pour une meilleure compréhension des processus de la pédogenèse, la possibilité de se prononcer sur le degré de cristallinité à partir de la qualité des spectres a fait l'objet d'une discussion détaillée.

Le présent article servira de partie méthodologique pour des publications ultérieures. C'est dans ce même but que les auteurs ont défini les termes et abréviations utilisées dans la présentation de leurs résultats.

RESUMEN

Los métodos de identificación de las arcillas utilizados por el Laboratorio de mineralogía de los suelos están aquí presentados así como las principales dificultades encontradas. Sigue una discusión de los resultados.

El grado de cristalino de los minerales arcillosos siendo un dato para comprender mejor los procesos de la pedogénesis, los autores discuten detalladamente la posibilidad de estimar esta cristalización basándose en la calidad de los espectros.

El presente artículo servirá de parte metodológica para ulteriores publicaciones. Con el mismo propósito los autores han definido la terminología y las abreviaciones utilizadas para presentar los resultados.

SUMMARY

The methods of clay identification used by the Soil Mineralogy Laboratory are presented; the main difficulties are related and the results discussed.

The degree of crystallization of clay minerals being an useful indication for a better understanding of pedogenesis processes, the possibility of estimating that crystallization based upon the quality of the spectra is given in detail and discussed.

The present article will be useful as methodological introduction to further publications on the matter. With the same purpose the authors have defined the terms and abbreviations employed in presenting their results.

BIBLIOGRAPHIE SOMMAIRE

1. BROWN, G. (edited by) — 1961. The x-ray identification and crystal structures of clay minerals, London, Min. Soc.
2. CAILLIÈRE, S. & S. HENIN — 1957. Propositions pour normaliser la nomenclature des minéraux argileux. — Bull. Gr. Rr. Arg., vol. IX, Paris, pp. 77-83.
3. CORRENS, C.W. — 1949. Einführung in die Mineralogie, Heidelberg, Springer - Verlag.
4. DEB, B.C. — 1950. Estimation and removal of free iron oxides. — J. Soil Sc., vol. I, Rothamsted (England), pp. 212-220.
5. GARCIA VICENTE, J. — 1951. Estructura Cristalina de los Minerales de la Arcilla, Madrid, Instituto de Edafología, CSIC.
6. GREENE - KELLY, R. — 1953. Irreversible dehydration in Montmorillonite. — Clay Min. Bull., vol. II, London, pp. 52-56.
7. GRIM, R.E. — 1953. Clay mineralogy, New York, McGraw Hill.
8. JASMUND, K. — 1955. Die silikatischen Tonminerale, Weinheim/Bergstrasse, Verlag Chemie.
9. KULBICKI, G. & G. MILLOT — 1959. Appoint des minéraux argileux interstratifiés à la géologie des séries sédimentaires. — Bull. Gr. Fr. Arg., vol. XI, Paris, pp. 47-52.

10. LUCAS, J. CAMEZ & G. MILLOT — 1959. Détermination pratique aux rayons X des minéraux argileux simples et interstratifiés. — Bull. Serv. Cart. Géol. Als. Lorr., vol. XII, Strasbourg, pp. 21-31.
11. LUCAS, L. — 1963. La transformation des minéraux argileux dans la sédimentation. — Etudes sur les argiles du Trias, Thèse, Strasbourg.
12. MACKENZIE, R.C. (edited by) — 1957. The differential thermal investigation of clays, London, Min. Soc.
13. MARTIN - VIVALDI, J.L. — 1961. Some problems in the identification of clay minerals in mixtures by x-ray diffraction. I. Chlorite kaolinite mixtures. — Clay Min. Bull., vol. IX, London, pp. 288-292.
14. MILLOT, G. — 1949. Relation entre la constitution et la genèse des roches sédimentaires argileuses. — Géol. Appl. & Prosp. Min., vol. II, Nancy, pp. 1-352.