Utilisation du détecteur courbe multicanal INEL CPS 120 pour l'identification des phyllosilicates par diffraction des rayons X, en transmission, sur préparations orientées

F. Weber, Ph. Blanc, F. Pflanz, Ph. Larqué

► To cite this version:

F. Weber, Ph. Blanc, F. Pflanz, Ph. Larqué. Utilisation du détecteur courbe multicanal INEL CPS 120 pour l'identification des phyllosilicates par diffraction des rayons X, en transmission, sur préparations orientées. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C4), pp.C4-897-C4-906. 10.1051/jp4:1996486 . jpa-00254369

HAL Id: jpa-00254369

<https://hal.science/jpa-00254369>

Submitted on 1 Jan 1996

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.

Utilisation du détecteur courbe multicanal INEL CPS 120 pour l'identification des phyllosilicates par diffraction des rayons X, en transmission, sur préparations orientées

F. Weber, Ph. Blanc, F. Pflanz et Ph. Larqué

Centre de Géochimie de la Surface, CNRS, 1 rue Blessig, 67084 Strasbourg cedex, France

Résumé : Du fait de la petite taille des minéraux et de la fréquence de défauts de structure, il est souvent difficile d'obtenir des diagrammes d'argiles de bonne qualité sur poudre désorientée par diffraction des rayons X, ce qui justifie la confection de préparations orientées selon les plans (001). Cependant, seules les analyses par transmission permettent d'accéder aux plans autres que les (00 l). Or la connaissance de l'équidistance de certains plans (hkl) est indispensable à l'identification précise des minéraux des argiles, en particulier à la détermination des variétés polytypiques des phyllosilicates. Le détecteur courbe INEL CPS 120, qui collecte simultanément les données de diffraction des rayons X sur 120° - 2θ grâce à un compteur multicanal ($2^{12} = 4096$ canaux) est bien adaptée aux analyses par transmission, il a été utilisé pour l'analyse par transmission de préparations orientées d'argile. Deux exemples illustrent la possibilité d'identifier les polytypes de l'illite par cette méthode.

Abstract: Owing to the small size of the clay minerals particles, and the frequency of structural defaults, it is often difficult to obtain random powder X Ray patterns of high quality. This fact justifies the use of (001) oriented samples. Nevertheless, on the oriented samples, the plans others than (00 l) are only visible on transmission patterns. Now, the knowledge of some (hkl) equidistances is essential for specify the identification of clay minerals, specially for the identification of phyllosilicates polytypes. The INEL CPS 120 curved detector simultaneously records X Rays diffraction datas on 120° - 2θ by means of a multichannel counter ($2^{12} = 4096$ channels); it is well fitted for transmission records and has been used to analyse oriented clay minerals samples. Two examples show the possibility of the illite polytypes identification by this method.

1. INTRODUCTION

Les argiles doivent leur propriété la plus caractéristique, la plasticité au fait qu'elles sont constituées de fines particules lamellaires. Ces particules sont pour l'essentiel des phyllosilicates alumineux; leur taille doit être de l'ordre deux microns au maximum pour que la propriété de plasticité apparaisse [1], ainsi, on désigne communément "fraction argileuse" la fraction granulométrique d'une roche inférieure à 2 mm. Les phyllosilicates sont formés de feuillets comportant une couche à structure octaédriques associée à une ou deux couches tétraédriques, les sommets des octaèdres et des tétraèdres sont matérialisés par des ions oxygène ou des hydroxyles; les centres des tétraèdres sont occupés par des ions Si ou Al, ceux des octaèdres par différents cations parmi lesquels Al, Mg, Fe²⁺ et Fe³⁺ sont les plus fréquents. La liaison entre les feuillets est assurée soit simplement par les charges de surface des feuillets adjacents (kaolinite) soit par des cations dits "interfoliaires": K⁺, Na⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, etc... qui peuvent être échangeables (smectites, vermiculites) ou non (illite), soit encore par une couche d'hydroxyde M(OH)₂ où M est un cation divalent partiellement substitué par un cation trivalent (chlorites). Les équidistances entre les feuillets dépendent du nombre de couche de chaque feuillet, deux (TO) ou trois (TOT) ainsi que de la nature des interfoliaires, elles peuvent être fixes ou variables suite à divers traitements que l'on fait subir au minéral; ces équidistances et leurs modifications en fonction des traitements caractérisent les grandes familles de minéraux des argiles.

Du fait de la petite taille des minéraux et de la fréquence de défauts de structure, il est souvent

difficile d'obtenir des diagrammes d'argiles de bonne qualité par diffraction des rayons X (DRX) sur poudre désorientée, l'analyse de monocristaux étant bien entendu impossible, sauf par diffraction des électrons. Ainsi, Depuis longtemps s'est imposée la confection de préparations orientées selon les plans (001) pour l'analyse par DRX des minéraux des argiles. La qualité des diagrammes s'en trouve considérablement améliorée et l'intensité des réflexions sur les plans (001) fortement renforcée. En contrepartie on élimine les raies correspondant à tous les autres plans, tout au moins lorsque l'on procède à une analyse DRX classique par réflexion.

2, UTILITÉ D'ANALYSER LES ARGILES PAR DRX EN TRANSMISSION

Si la connaissance des équidistances selon (001) est indispensable pour classer un phyllosilicate dans l'une des grandes familles, elle n'est pas suffisante à l'identification complète du minéral; deux critères importants de détermination échappent à l'analyse: le caractère tri- ou dioctaédrique du minéral et la nature du polytype.

2.1 Minéraux tri- et dioctaédriques

Chaque famille de phyllosilicates se subdivise en deux sous-familles selon que tous les sites octaédriques sont occupés (sous-famille trioctaédrique) ou que seulement deux sur trois de ces sites le sont, le troisième étant vacant (sous-famille dioctaédrique). Dans le premier cas, les cations des sites octaédriques sont principalement divalents, tandis que dans le second ils sont principalement trivalents. La substitution d'un cation divalent par un trivalent dans un minéral trioctaédrique, ou, au contraire, celle d'un cation trivalent par un divalent dans un minéral dioctaédrique entraînent respectivement un excédent ou un déficit d'une charge dans la couche octaédrique qui doit être compensé au niveau de la couche tétraédrique ou de l'interfoliaire. Les phyllosilicates tri- et dioctaédriques se distinguent, d'un point de vue cristallographique, par le paramètre b de la maille, voisin de $9,2 \text{ \AA}$ pour les trioctaédriques et de $9,0 \text{ \AA}$ pour les dioctaédriques. Ceci est bien mis en évidence par la position de la raie (060), en systèmes monoclinique ou triclinique - ou de son équivalent, la raie (300) en systèmes hexagonal ou trigonal - qui passe de $1,49\text{-}1,50 \text{ \AA}$ dans la première sous-famille à $1,52\text{-}1,53 \text{ \AA}$ dans la deuxième. Ceci ne peut évidemment pas être observé sur le diagramme d'une préparation orientée où n'apparaissent que les réflexions basales (001).

2.2 Les polytypes

La géométrie des feuillets élémentaires et leurs équidistances ne suffisent pas à définir complètement la structure des phyllosilicates. En effet, plusieurs modes d'empilements réguliers sont possibles avec l'apparition de translations et/ou rotations périodiques entre les feuillets, en outre, les défauts d'empilement sont fréquents. On met ainsi en évidence dans une même espèce minérale plusieurs polytypes, minéraux constitués de la répétition du même feuillet de base, mais avec des modes d'empilement différents. SMITH et YOLDER [2] ont les premiers montré qu'il y avait, pour des feuillets de type mica, six modes d'empilement réguliers possibles conduisant à des mailles comportant 1, 2, 3, ou 6 feuillets et que trois types de muscovite, désignées 1M, 2M₁ et 3T existent dans la nature. Les nombres 1, 2 et 3 indiquent le nombre de feuillets de la maille et les lettres M et T le système cristallin, monoclinique ou trigonal. LEVINSON [3] a retrouvé ces trois polytypes dans l'illite qui, contrairement à la muscovite, est réellement un constituant des argiles. Des variétés polytypiques sont également connues dans les autres grandes familles de minéraux argileux kaolinite, chlorite etc... [4].

La connaissance de la variété polytypique d'un minéral argileux est très utile car elle renseigne souvent sur les conditions de genèse de ce minéral. Par exemple l'illite 1M et plus encore sa variété désordonnée 1Md caractérisent des environnements de basse température, le polytype 2M₁ apparaissant au dessus de 280°C [5], en réalité, ce dernier serait la seule variété polytypique stable à toute température [6], mais, de fait, les variétés métastables 1M et 1Md se maintiennent indéfiniment aux basses températures. Le polytype 3T traduit quant à lui un métamorphisme de haute pression [7]. De même la kaolinite s.s., polytype 1T, se forme à basse

température dans les profils d'altération, tandis que les polytypes 2M (dickite) et 6O (nacrite) ne se forment que dans des conditions de diagénèse ou hydrothermales. Les équidistances basales entre les plans (001) ne renseignent pas sur la variété polytypique d'un phyllosilicates puisque tous les feuillets sont identiques, l'identification du polytype passe donc par la connaissance d'un certain nombre de plans (hkl), invisibles sur les "diagrammes orientés" classiques.

2.3 La DRX en transmission sur préparation orientée

On est donc souvent amené, pour parfaire une identification, à réaliser, en plus du diagramme sur préparation orientée, un diagramme sur poudre désorientée. Malheureusement ces diagrammes sont souvent de mauvaise qualité tant à cause de la mauvaise réponse des argiles à la diffraction des rayons X que du fait d'interférences avec d'autres minéraux, argileux ou non (quartz, feldspaths, oxydes de fer etc...). La recherche des raies (hkl) sur des préparations orientées offre une solution à ces problèmes. On n'a aucun moyen d'orienter les argiles autrement que sur les plans (001), cependant, lorsqu'une préparation est orientée selon (001), tout plan (hkl) est également orienté, non pas sur un plan unique, du fait des rotations aléatoires entre les particules, mais sur une famille de plans tangents à un cône de révolution dont l'axe est perpendiculaire au plan (001). C'est de cette disposition, très préférable à une désorientation complète que l'on peut tirer parti moyennant un dispositif analytique adapté.

Figure 1: Trajet du rayonnement X en transmission, à travers une particule d'argile.

X-ray path in transmission, through a clay particle.

Lorsqu'une particule est irradiée par un faisceau X en incidence de BRAGG sur un plan (hkl) on constate que, dans la plupart des cas, le rayonnement diffracté par le plan (hkl) ressort de la particule du côté opposé au rayon incident (fig. 1) c'est ce qui impose un montage *en transmission*. On a entre l'angle d'incidence I du faisceau incident sur le plan (001), l'angle Φ du plan (hkl) avec le plan (001) et l'angle θ de BRAGG les relations suivantes :

$$I = \theta + \Phi \quad \text{ou} \quad I = \theta + \Pi - \Phi$$

De chaque pic de diffraction on peut ainsi tirer deux données : l'angle θ dont on déduira la distance réticulaire "d" des plans (hkl) diffractants et l'angle Φ que font ces plans avec le plan (001). Cette deuxième donnée dont on ne dispose pas sur un diagramme de poudre désorientée permet de caractériser correctement les plans diffractants.

Selon Wiewiora et Dubinska [8], ce type d'analyse a été proposé pour la première fois en 1975 par KRINARI [9]. Les analyses étaient faites sur un goniomètre avec mouvements θ et ω découplés. La méthode la plus simple consiste à donner au porte échantillon un angle de départ égal à l'angle Φ des plans à étudier avec le plan (001) et de faire tourner ensuite le porte échantillon et le détecteur à des vitesses dans un rapport de 1 à 2, comme pour une analyse classique θ -2 θ . Ainsi, si l'on donne un angle de départ de 90° , on obtient, sur un même diagramme, toutes les réflexions correspondantes aux plans perpendiculaires à (001), par exemple, pour une argile monoclinique, (020), (040) et (060), et (à condition que l'orientation des minéraux soit parfaite!) seulement celles là. Nous proposons ici une variante de cette

méthode utilisant le compteur courbe multicanal "CPS 120" commercialisé par la société INEL.

3. MODE OPÉRATOIRE

3.1 Préparation de l'échantillon

La préparation de l'échantillon doit être réalisée soit sur un support transparent aux RX et ne diffractant pas (mylar ou millipore par exemple), soit sans aucun support (préparations *autoportées*). Les lames de verre, utilisées traditionnellement comme support pour les analyses classiques en réflexion, sont bien entendu exclues, car elles sont opaques aux RX. L'épaisseur des préparations est naturellement beaucoup plus critique que pour les préparations orientées classiques en vue de l'étude des plans (001). Il faut un volume suffisant de matière, donc une épaisseur suffisante de la préparation, pour avoir une diffraction correcte, mais un compromis doit être trouvé pour éviter une absorption trop importante des RX. L'épaisseur optimale dépend à la fois du minéral étudié et de l'angle d'incidence [8], une épaisseur de l'ordre de 0,1 mm paraît, dans la plupart des cas, acceptable. Les techniques de préparation varient selon le support utilisé (ou l'absence de support). Nous avons utilisé les deux techniques suivantes:

3.1.1 Préparation autoportée

On laisse sédimenter une suspension d'argile sur une petite plaque de rhodoïd placée au fond d'un bécher. Lorsque l'argile s'est déposée on siphonne délicatement une partie du liquide surnageant en prenant soin de ne pas perturber le culot, puis on évapore le reste du liquide et on laisse sécher le dépôt dans une étuve à basse température (40°C). Le dépôt une fois sec se décolle facilement du support de rhodoïd et peut ensuite être monté sur un porte objet. Cette technique donne de bonnes préparations mais, une fois sèches elles sont très fragiles et cassantes, de plus certaines argiles ont tendance à se "coquiller" en séchant si bien qu'il peut être difficile de trouver une surface plane de dimension suffisante pour l'analyse.

3.1.2 Préparations sur filtres millipore

La suspension, d'une densité d'environ 500 mg/litre est filtrée sur un millipore dont les pores ont un diamètre de 0,025 mm. L'eau est aspirée lentement avec une trompe à vide (12 heures pour un volume de 250 cc). Dès que tout le liquide a été aspiré, avant même que le dépôt ne soit sec, on découpe une portion du filtre qui est immédiatement collée sur un porte-objet. On évite ainsi que la préparation ne se déforme en séchant et l'on obtient, des préparations très planes et résistantes. Le porte-objet est confectionné avec des lamelles couvre-objet pour préparations microscopiques. Le millipore est transparent aux RX mais présente l'inconvénient de donner quelques très faibles raies de diffraction qui peuvent, dans certains cas se révéler gênantes, ces raies "parasites" ont été, si nécessaire, soustraites des diagrammes finaux par un traitement informatique.

3.2 Le montage analytique

3.2.1. Le détecteur

Le détecteur courbe INEL CPS 120, que nous avons utilisé, collecte simultanément les données de diffraction sur $120^\circ - 2\theta$ grâce à un compteur multicanal ($2^{12} = 4096$ canaux), ce qui permet de réaliser une analyse par diffraction X d'une manière rapide, sans l'intervention d'aucune pièce mécanique mobile. L'échantillon est irradié par un faisceau très fin, défini au départ par un monochromateur à quartz et un collimateur. La géométrie du montage est très proche de celle d'une chambre de DEBYE-SCHERRER, cet équipement est donc bien adapté aux analyses par transmission. Le compteur courbe lui-même a été fixé sur le bâti externe d'un goniomètre SIEMENS à axe vertical, ce qui, permet d'orienter d'une manière précise l'échantillon par rapport au faisceau incident.

3.2.2 Réalisation pratique des analyses

Pour déterminer précisément l'incidence "zéro", on met, à la place de l'échantillon, un minéral bien connu, orienté selon un plan défini: une lamelle de muscovite $2M_1$ orientée selon son plan de clivage naturel (001). On tourne ensuite le goniomètre pour le placer à l'angle 2θ correspondant à l'une des réflexions les plus intenses selon (001), par exemple la réflexion (006) de la muscovite $2M_1$ qui est à $26,83^\circ$. On fait ensuite pivoter l'échantillon autour de l'axe du goniomètre avec une vis de réglage, sans modifier l'angle du goniomètre, jusqu'à obtenir l'intensité maximum. L'échantillon à étudier est alors mis à la place de la lamelle de mica, les angles d'incidence sont donnés par la graduation du goniomètre qui affiche un angle double de l'incidence réelle, le goniomètre étant gradué en 2θ .

Les analyses ont été réalisées par l'enregistrement de diagrammes à des incidences échelonnées de 10 en 10 degrés entre 50 et 150° ; des temps de pose identiques ont été appliqués à tous les enregistrements (800 à 2000 secondes selon les échantillons). Les données ont généralement été transférées dans le logiciel PHILIPS/APD de façon à pouvoir appliquer les traitements informatiques de ce logiciel. Un logiciel annexe (USEPROG) permet de soustraire le fond ainsi que les raies parasites du millipore à condition de disposer d'un diagramme de ce support seul réalisé dans les mêmes conditions que les diagrammes d'argiles.

Figure 4: PTOIIS aux incidences de 50 à 170° (de 10 en 10°) sur une illite c-1M de Cluff (Canada).
Patterns at 50 to 170° incidence angles [from 10 to 10°] on a c-1M illite of Cluff (Canada).

4. EXPLOITATION DES ANALYSES

4.1. Principe de l'interprétation des résultats

Pour une position donnée de la préparation, on observe des réflexions pour tous les plans pour lesquels $\theta = I - \Phi$ ou $\theta = I - \Pi + \Phi$, il en résulte que tous les plans faisant un même angle Φ avec le plan (001) ne seront pas en position de BRAGG pour le même angle d'incidence I , ceci est une différence importante avec l'utilisation d'un goniomètre classique. Par exemple les plans (020), (040) et (060) d'un mica 1M, pour lesquels l'angle Φ est identique et égal à 90° diffracteront respectivement pour des incidences I d'environ $90+10=100^\circ$, $90+20=110^\circ$ et $90+31=121^\circ$.

Une analyse détaillée de chaque profil doit être faite, mais il faut, au préalable, calculer les

angles d'incidence théoriques auxquels apparaissent les raies du minéral argileux que l'on veut étudier, un programme a été écrit dans ce but. Ce programme implique que l'on connaisse la famille à laquelle appartient le minéral, ce qui est en principe le cas, puisque cette

Figure 3: Comparaison de quelques profils en transmission sur l'illite c-1M de Cluff (Canada).
Comparison of some transmission patterns of the c-1M illite of Cluff (Canada).

analyse n'est destinée qu'à parfaire une identification. Le programme permet de traiter les différents systèmes cristallins possibles: triclinique, monoclinique, hexagonal ou trigonal, les paramètres de la maille et les indices de MILLER des différents plans étant introduits. Le programme calcule les distances réticulaires, l'angle de chaque plan avec le plan (001) et les

angles d'incidence pour lesquels on aura une réflexion en transmission avec le compteur courbe. Sauf pour les plans perpendiculaires à (001), on a une réflexion pour deux angles d'incidence différents: $I = \theta + \Phi$ et $I = \theta + \Pi - \Phi$. À ce stade préliminaire, on peut se contenter d'effectuer les calculs avec une maille de dimension approximative, une petite erreur sur la dimension de la maille n'ayant que peu de répercussion sur la valeur des angles d'incidence.

L'étape suivante consiste à identifier les raies de chaque profil et à les indexer en fonction de l'incidence à laquelle elles apparaissent avec une intensité maximale. On peut s'apercevoir que l'hypothèse utilisée pour faire le calcul des angles d'incidence n'est pas la bonne on doit alors recommencer le calcul sur de nouvelles bases. Il est ensuite possible d'affiner le calcul de la maille à partir des positions exactes des raies mesurées sur les différents profils, en utilisant, par exemple, le logiciel de calcul de PHILIPS/APD.

Figure 4: Intensité des raies (11 l) en fonction des angles d'incidence I .
 les lignes en tiretés indiquent la position théorique des raies.
 Intensity of the (11 l) raies in terms of the incidence angles I .
 The dash lines show the theoretical position of the raies.

4.2 Exemples

4.2.1 Une illite hydrothermale c-1M du gîte d'uranium de Cluff (Canada)

Le premier exemple que nous décrivons ici est celui d'un polytype relativement rare de l'illite (c-1M) dont la distribution des sites vacants cis-octaédriques s'oppose à la distribution trans-octaédrique de ces sites dans les illites 1M les plus communes (t-1M). Ceci se traduit par un angle b voisin de 99° dans le polytype c-1M au lieu de 101° dans la polytype t-1M. Les diagrammes de DRX sur poudres désorientées des illites c-1M sont très voisins de ceux des illites 3T avec lesquelles elles ont souvent été confondues [10].

La figure 2 donne une représentation 3D des diagrammes réalisés en transmission, avec le

compteur courbe INEL pour des incidences de 50 à 170°. On remarque que la plupart des raies n'apparaissent que sur quelques profils voisins. La raie indexée (060) notamment, présente une intensité maximale sur le profil à l'incidence de 120°, son intensité décroît sur les profils situés de part et d'autre, elle disparaît complètement sur les profils correspondant aux incidences inférieures à 90° et supérieures à 150°. Si la préparation avait été parfaitement orientée, cette raie n'apparaîtrait que sur le profil à l'incidence de 120°. Sa présence, avec une intensité moindre, sur les profils voisins traduit une désorientation partielle des particules. En revanche, on observe vers 27°-2θ, une raie qui subsiste sur tous les profils, on identifie ainsi parfaitement la raie d'un minéral non argileux (non orienté), il s'agit en fait de la raie principale du quartz qui est présent en faible quantité dans l'échantillon. De fait, cette raie se superpose à la raie (022) de l'illite, ce qui explique que son intensité passe par deux maxima aux incidences de 60 et 150 degrés. La figure 3 montre quelques profils sur lesquels les raies ont été indexées. On constate que les raies (004) qui apparaissent (en réflexion) sur le profil à faible incidence (10°) ne se retrouvent pas sur les autres profils, à l'exception du pic vers 3,34 Å où se superposent les raies (003) et (022) de l'illite ainsi que celle du quartz. On constate par ailleurs que peu de raies coïncident entre les diagrammes correspondant aux profils aux incidences de 100 et 130 degrés

Figure 5. Comparaison du diagramme de poudre désorienté de l'illite 1Md de Balazuc avec deux profils à 70 et 110°.

Comparison of the random powder pattern of the 1Md illite of Balazuc with two traces at 70 and 110°.

d'une part et ceux correspondant aux incidences des 60 et 150 degrés de l'autre. Par contre, il y a une parenté manifeste entre ces deux derniers profils sur lesquels apparaissent nettement la plupart des raies de la bande (114). Ceci est dû au fait que toutes les raies, sauf celles correspondant aux plans perpendiculaires à (001), ont leur intensité maximum à deux angles d'incidences différents. La figure 4 montre l'évolution sur les différents profils des intensités des raies de la bande (001), qui sont les plus significatives pour la détermination des polytypes de l'illite. La coïncidence des intensités maximales avec les positions théoriques des raies

confirme leur attribution.

4.2.2 Une Illite t-1Md de diagénèse de la marge ardéchoise

Le deuxième exemple, que nous présenterons ici, plus brièvement, concerne une illite issue du forage de Balazuc, réalisé en Ardèche, dans le cadre du programme "Géologie Profonde de la France" (GPF), dans le but d'étudier les interactions eau-roche [11,12]. Cette argile a été extraites de calcaires dolomitiques hettangiens prélevés à 1190m de profondeur dans le forage. Ce serait, en fait, un mélange d'illite sensu stricto et d'un minéral interstratifié illite-smectite comportant un taux de 10 à 15% de feuillets smectitiques[13]. Le diagramme de poudre désorienté offre l'image d'une illite dont le mode d'empilement des feuillets serait totalement désordonné: seules les raies (00l) et (hk0) sont bien individualisées.

Sur la figure 5, le diagramme de poudre désorienté de cette illite est superposé aux profils obtenus en transmission sur préparation orientée, aux incidences de 70 et 110°. On voit que, aux bandes mal définies du diagramme de poudre désorientée, correspondent, sur les profils obtenus en transmission, les raies caractéristiques de l'illite 1M. Ainsi l'analyse en transmission nous permet-elle de mettre en évidence dans cette illite désordonnée - ou ce mélange illite + interstratifié illite-smectite - une ébauche d'ordre de type 1M.

Conclusion

L'analyse des argiles par diffraction des rayons X en transmission sur préparations orientées a été pratiquée depuis une vingtaine d'années par plusieurs chercheurs, surtout issus des pays de l'Est [8,9,14]. Cette technique apporte un complément d'information très utile, notamment pour l'identification précise des variétés polytypiques, dont la signification géologique est importante (paléothermométrie et paléobarométrie). Le compteur courbe INEL CPS 120 est très bien adapté à cette méthode. La facilité de mise en oeuvre de l'analyse et le gain de temps, relativement appréciable, puisque l'enregistrement de chaque diagramme est simultané sur un détecteur multicanal, permettent de multiplier les analyses qui fournissent une bonne image tridimensionnelle de la structure du minéral.

Remerciements.

Les auteurs tiennent à rendre ici hommage à la mémoire de Georges Millot (1917-1991), professeur à l'ULP de 1954 à 1982, fondateur de leur laboratoire, qui, à la faveur de ses travaux sur la géologie des argiles [15], contribua très largement à promouvoir la diffraction des rayons X parmi les outils fondamentaux des Sciences de la Terre.

Références

- [1] Caillère S et Hénin S., *Minéralogie des argiles* (Masson & Cie, Paris,1963) 355 p.
- [2] Smith J.V et Yolder H.S., *Min. Mag.* **31** (1956) 304-307.
- [3] Levinson A.A., *Am. Mineral.* **40** (1955) 41-49.
- [4] Bailey, S.W. In: Brindley G.W. and Brown G. (Eds.), *Cristal Structures of Clay Minerals and their X-ray Identification*. Mineral (Mineralogical Society, London, 1980) pp.1-123.
- [5] Srodon. J. et Eberl D.D., *Min. Soc. of Am. Reviews in Mineralogy* **13** (1984) 495-544.
- [6] Velde B. *American Miner.* **50** 436-449. (1995)
- [7] Frey M., Hunziker J.C., Jäger E. et Stern W.B. *Contrib. Mineral. Petrol.* **83** (1983) 185-197.
- [8] Wiewiora A. et Dubinska E. *Chem. Geol.* **60** (1987) 185-197.
- [9] Krinari G.A. In: Kossovskaya A.G. (Ed.) *Kristallokhimiya Mineralov i Geologicheskije Probleme* (Nauka, Moscou, 1975) pp. 132-138.
- [10] Drits V.A., Weber F., Salyn A.L. et Tshipursky S.I. *Clay and Clay Minerals* **41** (1993) 389-398.
- [11] Giot D., Roure F., Dromart G., Elmi S., Naville C., Perrin J. et Steinberg M. *C.R. Acad. Sci. Paris* **313**, Série II (1991) 1464-1469.
- [12] Sizun J-P., Jeannette D. et Weber F.C.R. *Acad. Sci. Paris* **316**, Série II (1993) 645-651.

- [13] Renac C. et Meunier A. *Clay Minerals* **30** (1995) 107-118.
- [14] Wiewiora A., Sanchez-Soto P.J. , Avilés M.A., Justo A. et Pérez-Rodríguez J.L. *Applied Clay Science* **8** (1993) 261-282.
- [15] Millot G., Géologie des argiles (Masson & Cie, Paris, 1963) 499 p.