Zeitschrift: Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen = Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie

Band: 68 (1988)

Heft: 2

Artikel: Identification de mélanges de micas blancs par diffraction des rayons X : application à des séries carbonatées faiblement métamorphisées

Autor: Huon, Sylvain / Kübler, Bernard / Hunziker, Johannes

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-52059

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 20.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

SCHWEIZ. MINERAL. PETROGR. MITT. 68, 185-202, 1988

Identification de mélanges de micas blancs par diffraction des rayons X: application à des séries carbonatées faiblement métamorphisées

par *Sylvain Huon*[1, 2], Bernard Kübler[1] et Johannes Hunziker[3]

Abstract

Identification of K-white micas with different compositions within the same rock is carried out through the use of efficient X-ray diffraction. Within an artificial mixture of two different micas, characteristic shoulders on certain basal (001) reflexions are obtained. They may not be detected in routine analysis if one of the phases is dominant. Mixtures of two phengites, or phengite and muscovite, are thus identified within insoluble residues of weakly metamorphic malm and triassic carbonate rocks from the Western Swiss Alps. K-Ar apparent ages which decrease with increasing phengite content, can be related with these mineral compositions. Determinations of the relative amounts of each mica through the use of such a program is however not precise enough to allow calculations of ages of the alpine recrystallization stage.

Keywords: White mica, X-ray diffraction, K-Ar ages, anchimetamorphism, carbonate rock, Western Alps, Switzerland.

Résumé

L'utilisation d'un programme performant de diffraction des rayons X permet de mettre en évidence, dans une population de micas blancs, des mélanges de minéraux de composition différente. On peut les caractériser si l'on travaille à partir d'un «mélange artificiel», par des épaulements de raies (001) qui peuvent passer inaperçu à l'analyse de routine, lorsque l'un des micas est largement dominant dans la préparation. Pour les résidus insolubles de calcaires du Malm et du Trias des Alpes occidentales suisses, on peut ainsi identifier des mélanges de deux phengites ou de muscovite et de phengite. Les âges apparents K-Ar varient avec la composition minéralogique des fractions granulométriques et diminuent lorsque l'un des micas est plus abondant. Le programme développé ne permet cependant pas de définir avec précision les proportions de chaque mica identifié et de calculer les âges respectifs des minéraux.

Zusammenfassung

Innerhalb einer Population von Hellglimmern können mit Hilfe geeigneter röntgendiffraktometrischer Methoden Hellglimmer verschiedener Zusammensetzung unterschieden werden. Vergleichs-Diffraktogramme von «künstlichen Mischungen» zeigen Schultern auf gewissen 001-Reflexen, welche bei der routine-

[1] Institut de Géologie de l'Université, 11 rue E. Argand, CH-2007 Neuchâtel.
[2] Département de Minéralogie de l'Université, 13 rue des maraîchers, CH-1211 Genève 4.
[3] Mineralogisch-Petrographisches Institut, Abt. für Isotopengeologie, CH-3012 Bern.
Neue Adresse: Institut de Minéralogie et Pétrographie, UNIL - BFSH2, CH-1015 Lausanne.

mässigen Analyse unbeachtet bleiben, insbesondere, wenn eine der beiden Phasen überwiegt. Im Falle von Lösungsrückständen von Malm- und Trias-Kalken der Westschweizer Alpen gelingt es mit dieser Methode Mischungen von zwei Phengiten oder von Muskowit und Phengit zu bestimmen. Die so erhaltenen Resultate stehen im Einklang mit K-Ar Untersuchungen derselben Proben. Scheinbare Alter nehmen mit der Zunahme des Phengit-Anteils ab, welcher als alpin neugebildet interpretiert wird. Absolute Altersbestimmungen sind schwierig, da es nicht gelingt, genaue Proportionen von ererbten (Muskowit, Phengit) und neugebildeten Glimmern (Phengit) zu bestimmen.

1. Introduction

L'identification des micas blancs des séries sédimentaires ou métamorphiques a fait l'objet de nombreux travaux, aussi bien destinés à définir les variétés et les polymorphes (par ex. MAXWELL et HOWER, 1967; SASSI, 1972; GUIDOTTI et SASSI, 1976 ou FREY et al., 1983), qu'à comprendre les transformations cristallochimiques (par ex. KÜBLER, 1967; CIPRIANI et al., 1968 ou HOWER et al., 1976). La composition des micas blancs apporte aussi, pour des cas particuliers, une information sur les conditions de température, de pression ou de cinétique chimique (par ex. VELDE, 1965 et 1967; BARONNET, 1976; FREY et al., 1976; LIEWIG et al., 1981 ou MONIER et ROBERT, 1986). La distinction des principaux termes illite-phengite-muscovite ainsi que la connaissance des différents polytypes devient importante lorsque l'on considère les interactions entre métamorphisme et déformation. Ainsi pour des schistes ardoisiers de formations hercyniennes WHITE et KNIPE (1978), WEBER (1981) ou KNIPE (1981) montrent que la différenciation entre plans de clivage schisteux et microlithons (espaces intermédiaires) correspond aussi à une différenciation minéralogique. Les domaines schisteux sont enrichis en micas blancs de «type phengite» alors que les microlithons concentrent plutôt des minéraux détritiques de «type muscovite». De même l'identification des phases minérales en équilibre avec les conditions du métamorphisme est fondamentale lorsque l'on travaille avec les méthodes de datation isotopique. Dans les faciès faiblement métamorphisés on observe généralement une bonne correspondance pour les fractions micacées les plus petites (par ex. BONHOMME et al., 1966; ARONSON et HOWER, 1976; CLAUER et KRÖNER, 1979; AHRENDT et al., 1978 et 1983; ou HUNZIKER et al., 1986). Le problème devient plus complexe si l'on procède à des déterminations isotopiques sur des populations de minéraux de taille supérieure à 2μm (par ex. FRANK et STETTLER, 1979; LIEWIG et al., 1981; HUON, 1985; REUTER, 1987 et REUTER et DALLMEYER, 1987). Les âges mesurés peuvent alors varier avec la nature de la roche, la taille des cristaux, la composition minéralogique ou bien même avec la position des minéraux dans les microstructures et l'influence de la circulation de phases fluides.

Le but de cette étude est de proposer des critères d'identification de mélanges de micas blancs, de nature et d'origine différentes mais à l'intérieur de la même roche; ceci à partir d'une analyse détaillée par diffraction des rayons X. Des comparaisons seront envisagées entre composition minéralogique, taille des cristaux et âges apparents K-Ar.

2. Echantillons analysés

Afin de mieux visualiser la réponse du diffractomètre de rayons X, un mélange «artificiel» a été composé à partir de micas blancs déjà étudiés par FREY et al. (1983, Tab. 1). Les résultats obtenus sont ensuite comparés à ceux d'échantillons provenant de formations des alpes calcaires suisses, dans les nappes helvétiques (BURKHARD (1988) et Tab. 1) et dans les préalpes (HUNZIKER à paraître, Tab. 1). Les âges K-Ar ont été mesurés suivant la procédure habituelle décrite par HUNZIKER (1979). L'argon radiogénique est extrait et purifié dans une ligne en pyrex et le spike ^{38}Ar utilisé a une pureté de 99.99% (CLUSIUS, Zürich). La reproductibilité des analyses d'argon a été contrôlée par quatre déterminations du standard GLO qui ont donné une moyenne de 24.75 10^{-6} cm^3 STP/g d'argon radiogénique (ODIN et HUNZIKER, 1982). Le potassium est mesuré par spectrométrie de flamme avec une reproductibilité meilleure que 2%. Les âges K-Ar sont calculés en utilisant les constantes recommandées par STEIGER et JÄGER (1977).

Tab. 1 Localisation et caractéristiques des échantillons étudiés.

ECHANTILLONS	LOCALISATION	CARACTERISTIQUES et AGES K-Ar				
KAW 748 = M Mesh 80-100 KAW 984 = P Mesh 50-80	Ramosch Engadine 825250/191300 Matterhorn Sud 616900/89250	"Muscovite 2M" d(060,$\bar{3}$31)= 1.5000 Å - "Phengite 2M" d(060,$\bar{3}$31)= 1.5096 Å -	Nouvelles mesures FREY (1987)			
M4 calcaires MALM Flanc de pli (inverse)	Synclinal de Raron Nappes helvétiques suisses. Hohten 625200/130180	Résidu insoluble = 1.85% EPIZONE (0.14 °2θ)				
		Taille	%K	%Ar	Ar STP(1)	Age ± 2σ
		2-5 µm	5.15	40.03	4.960	24.6 ± 0.3
		5-10µm	5.25	84.38	7.290	35.4 ± 0.4
M6 calcaires MALM Zone mylonitisée	Ecailles Jägerchrüz Nappes helvétiques suisses.Hohe Brücke 618200/129120	Résidu insoluble = 2.58% EPIZONE (0.17 °2θ)				
		Taille	%K	%Ar	Ar STP(1)	Age ± 2σ
		2-5 µm	5.45	83.30	4.492	21.1 ± 0.6
		5-10µm	2.02	85.80	2.149	27.2 ± 1.0
M9 calcaires MALM Flanc de pli (normal)	Doldenhorn Nappes helvétiques suisses.VarnerLeitern 614150/130700	Résidu insoluble = 12.33% EPIZONE (0.19 °2θ)				
		Taille	%K	%Ar	Ar STP(1)	Age ± 2σ
		2-5 µm	4.62	74.17	5.202	28.7 ± 0.7
		5-10µm	2.09	74.92	2.888	35.2 ± 1.2
M11 calcaires MALM Flanc de pli (inverse)	Synclinal du Prabé Wildhorn. Nappes helvétiques suisses 605500/130000	Résidu insoluble = 5.18% ANCHIZONE (0.27°2θ)				
		Taille	%K	%Ar	Ar STP(1)	Age ± 2σ
		2-5 µm	1.90	98.11	6.159	81.5 ± 2.1
Gumm 7 TRIAS calcaires Zone mylonitisée	Ecailles de Gummfluh Préalpes médianes rigides.Sunnig-gumm 582320/142980	EPIZONE (0.22 °2θ)				
		Taille	%K	%Ar	Ar STP(1)	Age ± 2σ
		0.6-2µm	7.82	88.80	18.33	59.3 ± 2.0
		2-6 µm	8.11	94.40	21.26	66.2 ± 2.1
		6-20µm	7.83	91.90	27.10	87.0 ± 2.8
Gumm 10 TRIAS	idem Gumm 7	ANCHI-EPIZONE (0.27 °2θ) Tailles étudiées < 2 µm et 20-100 µm				
(1) Ar STP = 10-6 cm³ STP /g						

3. Techniques analytiques

Les échantillons sont analysés par diffraction des rayons X à partir de préparations orientées et de poudres désorientées à 25 bars au tasseur automatique (KÜBLER, 1983). Les poudres utilisées pour le mélange expérimental sont le résultat d'un broyage de paillettes micacées au mortier d'agate automatique pendant 20 minutes, afin d'assurer la cohésion des cristaux sur les plaque-supports.

Par contre aucun broyage de ce type n'a été nécessaire pour l'analyse des fractions fines des calcaires. Après concassage au broyeur à machoires, les fragments de roche ont été décarbonatés sous agitation constante avec de l'acide HCl 2N. L'attaque est réalisée à l'aide d'un système de réfrigération à alcool dans lequel la température est maintenue à 4 °C. Compte tenu des grands volumes de roche traitée (2-3 kg), il faut poursuivre la décarbonatation pendant 5 à 6 heures environ pour 2 kg de roche, jusqu'à ce que le pH descende vers 2-3 depuis une valeur initiale de 5-6. Cette technique réputée «peu agressive» permet en outre d'éviter la dissolution de la matière organique. L'analyse chimique du jus de décarbonatation après l'attaque HCl indique que les micas ne sont pas affectés par le traitement. En effet des teneurs en Potassium négligeables, de l'ordre de 0.004-0.006%, ont été mesurées après avoir ramené les valeurs au poids initial d'attaque. Ce n'est probablement pas le cas pour les chlorites et les smectites car l'on observe des proportions

non négligeables de Fer (0.04%) et surtout de Magnésium (0.5%). De plus il semble que la faible agressivité de l'acide HCl 2N vis à vis des minéraux soit en grande partie liée à la faible importance du résidu insoluble contenu dans les calcaires (Tab. 1). L'influence du mode de préparation des échantillons calcaires sur les rapports isotopiques a d'ailleurs déjà été contrôlée par HUNZIKER et al. (1986). Les âges apparents K-Ar ne sont pas modifiés par une attaque HCl beaucoup plus agressive que celle réalisée ici (poudre, HCl 2N température ambiante pendant une semaine). Le fractionnement granulométrique est ensuite effectué par sédimentation dans l'eau distillée après avoir ramené le pH du résidu insoluble vers 7.5.

De très faibles quantités de quartz pur (sable de FONTAINEBLEAU) sont additionnées aux préparations afin de corriger la position des raies (hkl) sur les diffractogrammes. La distinction des termes illite-phengite-muscovite par diffraction des rayons X est établie de deux manières: soit en travaillant à partir de l'intensité des raies (001) d'après la méthode proposée par REY et KÜBLER (1983), soit en travaillant sur la position («d-spacing») des raies (001) et (060,$\bar{3}$31) à l'aide d'un programme de mesures proposé par KÜBLER (1986).

INTENSITES RELATIVES DES RAIES (001):

L'identification des micas di- et tri-octaédriques peut s'effectuer à partir des intensités relatives des raies (001) mesurées au dessus du bruit de fond, en utilisant une représentation ternaire I (001,002,005) (Fig. 1). Dans ce diagramme l'augmentation du taux de substitution de Al par Fe se traduit par une migration des points analytiques depuis la «plage muscovites» vers la «plage biotites». Parallèlement les substitutions K-H_2O et K-Na provoquent un déplacement vers le «haut à gauche» du diagramme et définissent les «tendances illites et paragonites». Les phengites se répartissent dans une aire intermédiaire. Cependant les caractéristiques de ce diagramme dépendent étroitement des conditions analytiques (Tab. 2).

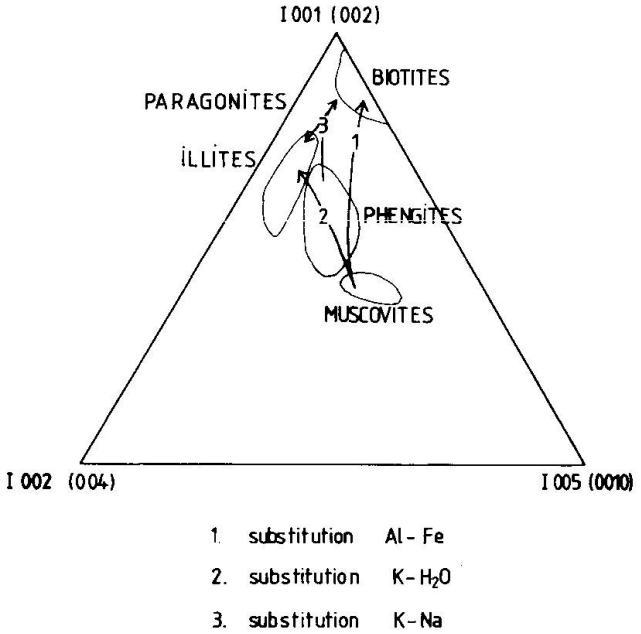


Fig. 1 Tendances minéralogiques illite, phengite, muscovite et biotite exprimées dans un diagramme ternaire I(001, 002, 005) d'après REY et KÜBLER (1983).

Tab. 2 Conditions analytiques requises pour l'analyse par diffraction X.

Intensités relatives des raies (001)	Positions des raies (001) et (060,$\bar{3}$31)
Préparations orientées Diffractomètre PHILIPS Anticathode de Cu: 40KV et 20 mA Fentes 1°;0.2;1° Filtre Ni Compteur proportionnel,discriminateur Vitesse du papier telle que 1cm=1°2θ Constante de temps 2s Espace angulaire balayé 2-50°2θ	Poudres désorientées et prép. orientées Diffractomètre automatique PHILIPS APD10 Anticathode de Cu: 40KV et 20mA Fentes automatiques et Filtres Ni Monochromateur Balayages: 8-10°(001),17-19.5°(002), 24.5-29°(003),34-37°(004),44-47.5°(005), 59-63°(060,$\bar{3}$31) Comptage bruit fond 1s,comptage pic 4s Rejet pic au bruit de fond, facteur 1 Facteur interne 2,pleine échelle 1.10^3 2 paramètres point,100 points intervalle Kα2 éliminé par "stripping" Pas de mesure: 0.01°2θ

POSITIONS DES RAIES (001) ET (060,$\bar{3}$31):

Grace aux logiciels développés par PHILIPS la mesure des équidistances d(001) et d(060,$\bar{3}$31) s'effectue par des comptages sur 4s chaque 1/100e de degré, dans chaque partie du diffractogramme où apparaissent les raies interessées. Une correction sur la position de chaque raie peut être calculée à partir de celles du quartz lorsqu'elles sont présentes. On arrive alors à une précision de l'ordre du 1/1000e d'Å dès 20°2θ. De plus les valeurs d(Å) enregistrées par l'ordinateur peuvent être controlées à partir de spectres digitaux où la raie $K\alpha_2$ du Cu a été éliminée par «stripping». Par ce programme il est possible d'établir une distinction entre micas blancs di-octaédriques de nature différente. En effet il est connu que la substitution tétraèdrique Si-Al conduit à une légère contraction de la valeur du paramètre c_0 et une légère dilatation de celle de b_0. La position des raies (001) est donc légèrement déplacée vers les grands angles de diffraction tandis que celle de (060,$\bar{3}$31) est décalée vers les petits angles. En s'inspirant des données de RADOSLOVICH (1960) et GATINEAU (1963) dans BORG et SMITH (1969) pour la muscovite 2M1 et de celles de GÜVEN (1968) dans BORG et SMITH (1969) pour la phengite 2M1, on voit que les positions d sont systématiquement décalées entre ces deux minéraux (Tab. 3). Des conditions d'analyse sensiblement différentes des précédentes sont alors requises (Tab. 2).

Ce programme ne convient pas très bien pour l'analyse de cristaux de petite taille (<2 μm) pour lesquels on peut observer un élargissement instrumental des raies (loi de SCHERRER dans GUINIER 1956). L'enregistrement au pas-à-pas des diffractogrammes entraine tous les 50/100e de degré des artéfacts de comptage et une mauvaise définition des pics sur les spectres digitaux.

4. Mélange expérimental

4.1. ANALYSE MINERALOGIQUE:

Le mélange proposé est composé à partir de deux échantillons de mica blanc que nous désignerons par commodité M et P (Tab. 1). Les analyses par diffraction des rayons X, effectuées dans les conditions précédemment décrites, montrent que l'on dispose de deux micas de type phengite 2M mais de composition différente (Tab. 4, voir pour comparaison Tab. 3). Le programme utilisé est suffisamment précis pour séparer les deux raies du doublet (060,$\bar{3}$31). Cependant cette mesure délicate (FREY et al., 1983) ne peut être effectuée que sur les spectres digitaux, après avoir éliminé $K\alpha_2$. La raie (060)constitue alors un épaulement à mi-hauteur environ du pic principal ($\bar{3}$31). Les valeurs mesurées ici sont d(060)=1.5025 Å pour le mica M et d(060)1.5117 Å pour le mica P (Tab. 4). Les mesures effectuées à partir de la caméra de GUINIER par FREY (communication personnelle) pour le pic maximum du doublet (060,$\bar{3}$31) confirment la position de nos raies ($\bar{3}$31). Les poudres correspondant aux micas M et P ont ensuite été mélangées entre elles dans des proportions connues par pesées (augmentation régulière de 10%).

La coexistence des deux termes M et P, bien cristallisés, ne produit pas d'élargissement des raies (002) et (004) que l'on puisse mesurer par ce programme d'analyse; la largeur de SCHERRER n'augmente pas quelques soient les proportions du mélange. Les positions d(002) et

Tab. 3 Distinction muscovite-phengite 2M d'après les données dans BORG et SMITH (1969).

	MUSCOVITE 2M			PHENGITE 2M			QUARTZ (correction)			
Indices	d(Å)	Angle	I/I'	d(Å)	Angle	I/I'	d(Å)	Angle	I/I'	Ind.
002	10.007	8.84	87	9.923	8.92	100				
004	5.004	17.71	21	4.962	17.86	13				
006	3.336	26.70	46	3.308	26.94	52	3.3428	26.64	100	101
008	2.502	35.88	10	2.481	36.18	6	2.4570	36.54	7	110
0010	2.001	45.26	24	1.985	45.68	20	1.9797	45.80	3	201
060	1.496	61.98	27	1.506	61.50	22	1.5415	59.56	8	211
$\bar{3}$31	1.494	62.06	56	1.509	61.58	47				

Muscovite 2M (RADOSLOVICH 1960 et GATINEAU 1963), Phengite 2M (GÜVEN 1968)

Tab. 4 Espacements (001) et (060,$\bar{3}$31) des échantillons M et P.

ECHANTILLONS / INDICES	002	004	006	008	0010	060/$\bar{3}$31
M (KAW 748)	9.9685 (1)	4.9818 (1)	3.3264	2.4907	1.9937	1.5025 1.5000
P (KAW 984)	9.9120	4.9560	3.3116	2.4792	1.9824	1.5117 1.5089

(1)- calculées d'après l'espacement de la raie (0010)

d(004) ne varient pas de manière significative. Ce n'est pas le cas des intensités qui augmentent régulièrement; les maxima sont atteints pour le mélange 50%M-50%P. Le rapport I004/I002 permet alors de suivre ces variations entre 0.363 (M) et 0.245 (P) (Fig. 2).

Contrairement aux raies (002) et (004), on observe pour la raie (006) à la fois un élargissement et une migration du maximum du pic entre les positions respectives des deux termes de départ (de 3.3264 à 3.3116 Å, Fig. 2). Cette variation est d'autant plus visible que la composition phengitique des deux micas blancs entraine un décalage entre la raie (006) et celle du quartz très voisine (Fig. 3). La mesure de l'élargissement de la largeur de SCHERRER permet de suivre l'effet du mélange mais, de manière imprécise compte tenu de la proximité de la raie du quartz à 3.3428 Å.

La juxtaposition des raies des deux micas du mélange se traduit par un dédoublement plus ou moins net des pics (008) et (0010) qui est difficile à déceler sur les diffractomètres «normaux» (Fig. 3). Il semble mieux marqué pour la raie (008) que pour la raie (0010). Une contribution due à la raie ($\bar{1}$17), vers 2.50 Å et donc proche de (008), ne peut être totalement exclue. Il faut donc contrôler dans la pratique les interférences possibles en combinant des mesures à partir de préparations orientées où sont absentes ou réduites les raies (h, k, l) et des mesures à partir de diffractogrammes de poudres. La séparation effective entre les micas M et P n'est en fait bien visible que pour des com-

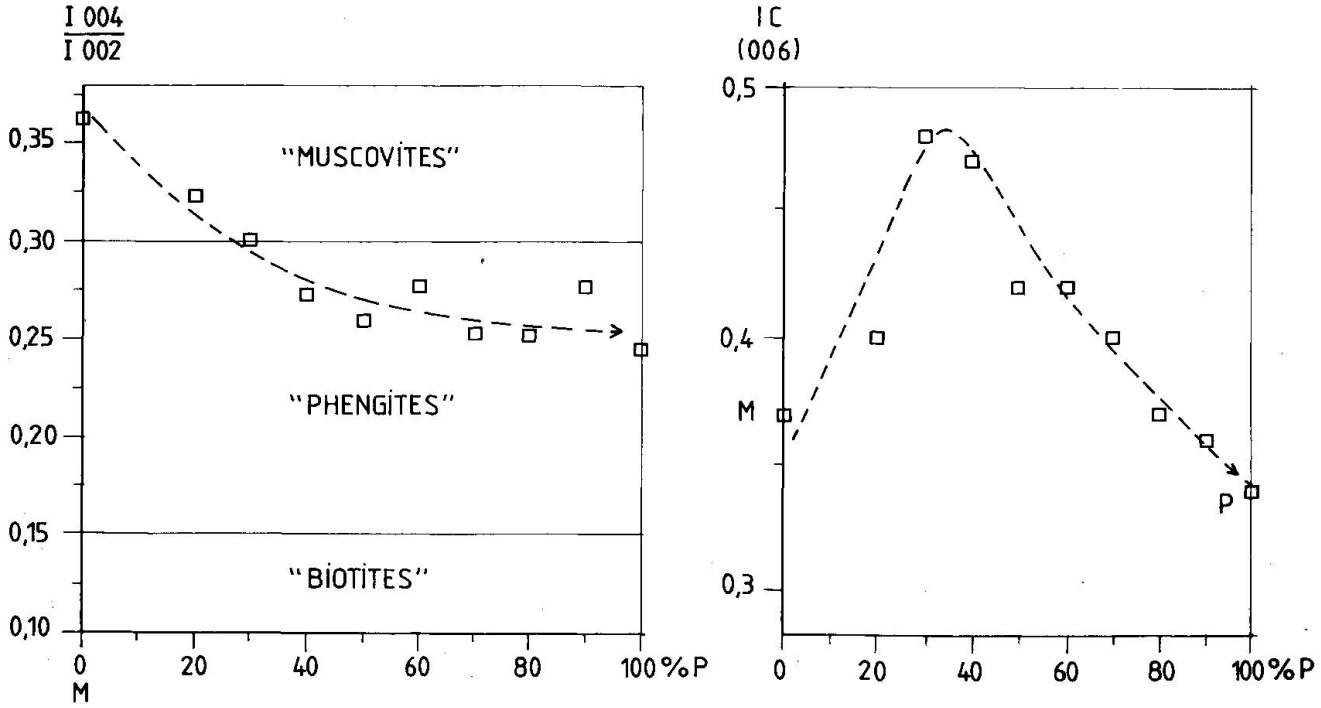


Fig. 2 Mélange expérimental M–P: a- variation du rapport I004/002 en fonction des proportions du mélange, b- variation de la largeur à mi-hauteur de la raie (006) en fonction des proportions du mélange.

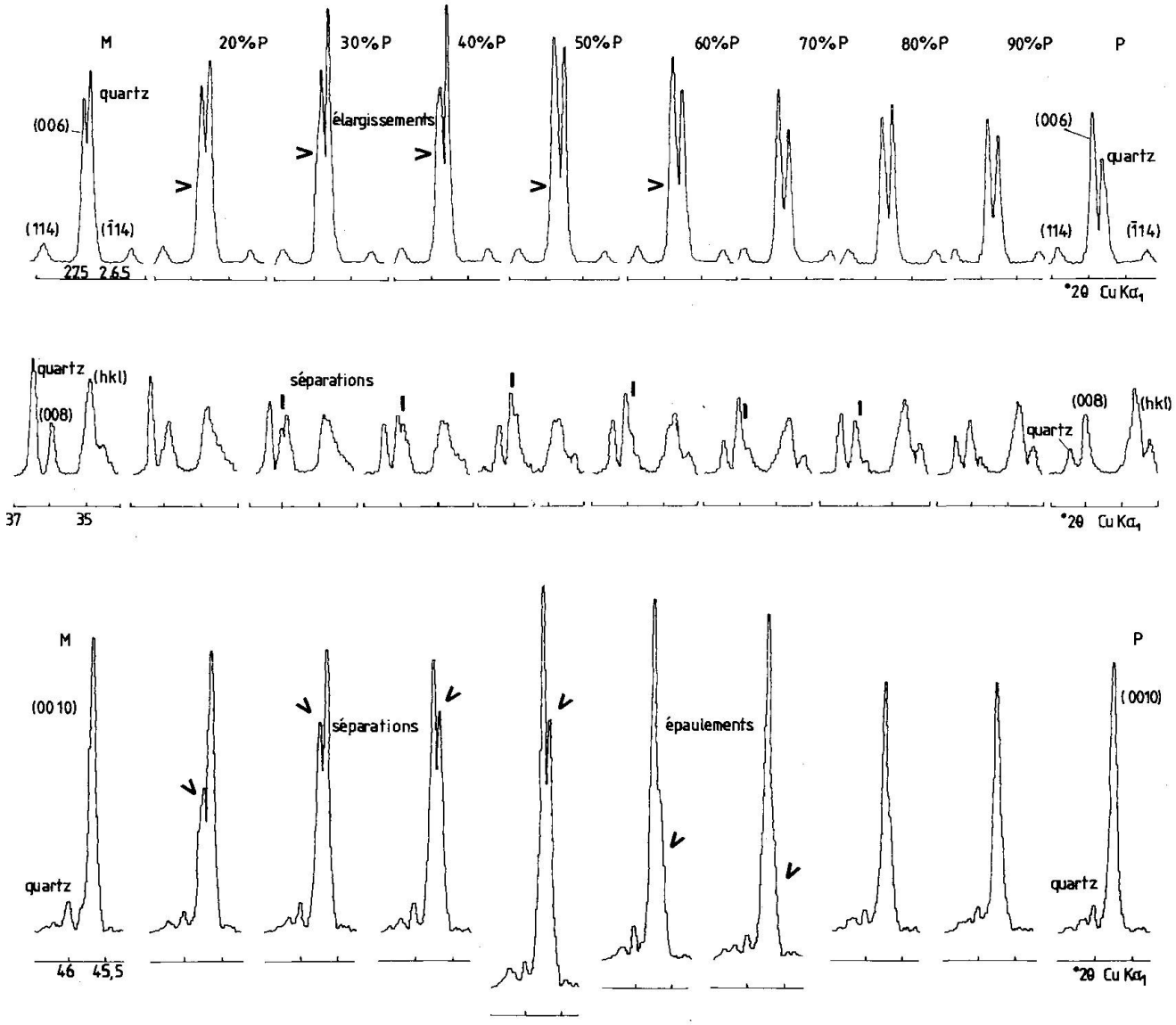


Fig. 3 Restitutions CuKα_1 des raies de diffraction (006), (008) et (0010) des différents termes du mélange M-P (Poudres désorientées).

positions optimales situées dans notre cas entre 80%M-20%P et 50%M-50%P. En dehors de cet intervalle la coexistence ne peut être décelée que par des épaulements plus ou moins marqués sur la raie majoritaire.

Pour les raies (060,$\bar{3}$31) enfin, l'identification de l'influence du mélange reste difficile car les doublets sont mal définis. Cependant il est intéressant de noter que les couples (060,$\bar{3}$31) ne se chevauchent pas sur les diffractogrammes, même s'ils sont très proches l'un de l'autre.

4.2. CONCLUSIONS

Trois critères de reconnaissance peuvent donc être retenus pour notre mélange: a- l'augmentation de la largeur de SCHERRER de la raie (006) qui devient maximale pour des proportions presque équivalentes des deux phases minérales, b- le dédoublement des raies (008) et (0010) visible dans une gamme de proportions relativement étendue et c- l'existence de deux doublets (060,$\bar{3}$31) plus ou moins bien définis l'un par rapport à l'autre.

L'utilisation de la largeur à mi-hauteur de la raie (006) peut-être mis à profit en la comparant à celle de la raie (002) car celles-ci doivent être théoriquement équivalentes (BORG et SMITH, 1969). Cette comparaison n'est significative que si l'on s'est auparavant assuré qu'il n'existe pas de feuillets gonflants tels que ceux de la smectite. De plus on ne peut accéder avec précision à cette mesure qu'en l'absence de quartz. Le dédoublement des raies (008) et (0010) dépend des intensités relatives initiales de chacun des deux micas de notre mélange et de ce fait de leur composition chimique. Si les proportions de l'un des deux sont trop faibles, alors la séparation de ces raies se réduit à un épaulement sur le pic principal qui peut passer inaperçu à l'analyse. La définition correcte de la position des doublets (060,$\bar{3}$31) n'est en fait possible que si la quantité de quartz n'est pas trop importante.

Les critères de détermination de la composition minéralogique d'un mica à partir des intensités relatives des raies (001) n'ont de signification pour l'analyse par diffraction des rayons X que si l'on s'est auparavant assuré qu'il ne s'agit pas d'un mélange. En effet le rapport I(004/002) (ESQUEVIN 1969) varie aussi en fonction des proportions du mélange. Il en est de même pour la raie (0010) dont l'intensité est nécessaire pour la représentation proposée par REY et KÜBLER (1983).

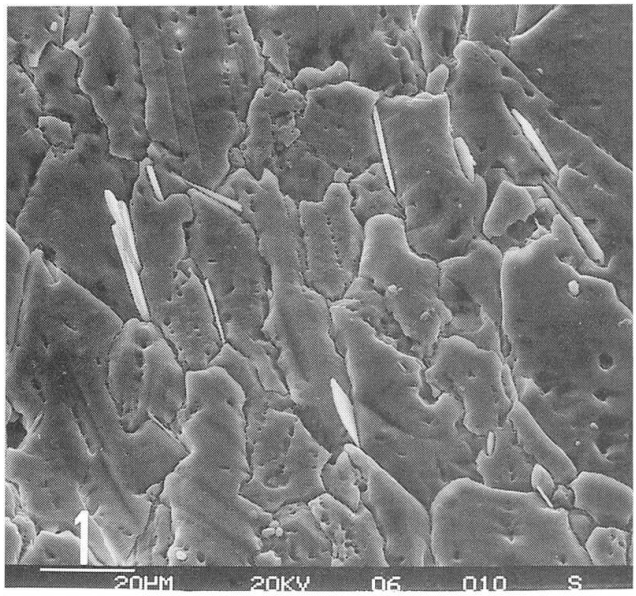
La séparation des raies (008), (0010) et (060,$\bar{3}$31) de notre mélange est d'autant mieux marquée que la composition chimique des deux micas est suffisamment différente. Il convient en outre d'insister sur la dépendance qui existe entre le résultat de ces analyses et la technique utilisée (mode et qualité de la préparation des échantillons, type d'appareillage...)

5. Applications

5.1. MICAS BLANCS DE CALCAIRES DU MALM DES NAPPES HELVETIQUES:

Les échantillons étudiés proviennent des nappes helvétiques qui se situent dans les alpes calcaires de la Suisse occidentale, entre la vallée du Rhône au Sud et la zone des cols au Nord. Elles constituent la bordure occidentale du massif de l'Aar, entre les localités de Frutigen, Sierre et Raron. De part et d'autre de la terminaison du massif de l'Aar on distingue un empilement de 5 à 6 km de roches sédimentaires charriées, d'âge Mésozoïque à Eocène, qui est subdivisé en unités tectoniques: les nappes du Wildhorn, du Gellihorn, du Doldenhorn, les écailles de Jägerchrüz et de Plammis et le synclinal autochtone de Raron. Les séries sont en position normale sauf pour le synclinal du Prabé, au SE de la nappe du Wildhorn. D'après BURKHARD (1988) la mise en place de ces nappes, chevauchements et déformations compris, s'est effectuée à partir de l'Eocène supérieur en cinq étapes successives. Le métamorphisme de ces nappes helvétiques est conforme aux structures tectoniques et les isogrades déterminés à partir de mesures de l'indice de cristallinité de l'illite (KÜBLER, 1967) sont parallèles à la chaine alpine. Les nappes supérieures (Wildhorn et Gellihorn) sont dans la zone de la diagenèse pour les parties frontales, dans l'anchizone et le début de l'épizone pour les parties inférieures et internes. Les unités inférieures (Doldenhorn, écailles de Jägerchrüz et de Plammis, synclinal de Raron) sont anchi-épimétamorphiques. En s'inspirant des datations K-Ar effectuées par FRANK et STETTLER (1979) et des courbes de refroidissement proposés par WAGNER et al. (1977), un âge de 20 à 30 Ma est retenu par BURKHARD (1988) pour le «pic» du métamorphisme dans la nappe du Doldenhorn. Ces données ont permis de préciser les conditions d'enfouissement des nappes helvétiques et les roches n'ont généralement pas dépassé la température de blocage vers 350 °C, admise pour la muscovite (PURDY et JÄGER, 1976).

Les échantillons étudiés ont été prélevés dans le flanc de plis qui affectent des formations du Malm. Il s'agit d'une succession monotone de calcaires micritiques de teinte grise en bancs dont l'épaisseur varie entre 80 et 400 m. Localement ces roches peuvent être affectées par 1 à 3 phases de plissement synschisteux, suivant leur position dans les nappes (BURKHARD, 1988). L'augmentation de l'intensité du métamorphisme s'accompagne, par une augmentation de la taille des cristaux de calcite qui acquièrent une fabrique de forme orientée dans le débit schisteux macroscopique. Le résidu insoluble de décarbonation constitue une fraction relativement faible de la roche (de 1 à 12% environ). Il est constitué de mica blanc, de chlo-



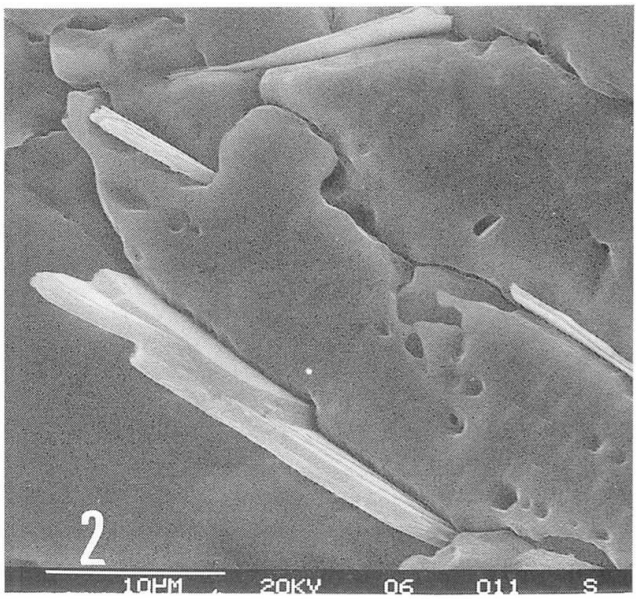
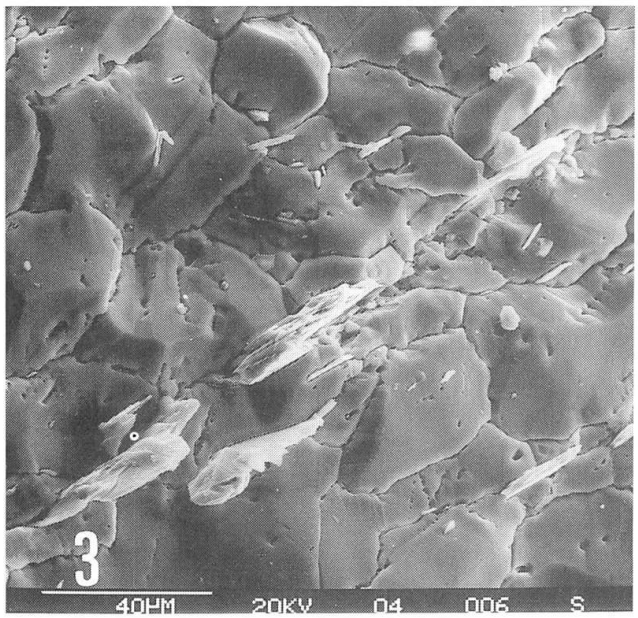


Photo 1 Fabrique des calcaires épimétamorphiques du Malm des nappes helvétiques: les cristaux de calcite qui constituent l'essentiel de la roche présentent un allongement maximum parallèle au débit schisteux principal; les phyllosilicates, vus ici perpendiculairement à leurs plans basaux (001), tendent à s'orienter parallèlement aux grands axes des grains de calcite (échantillon M6).

Photo 2 Détail de la photographie 1.



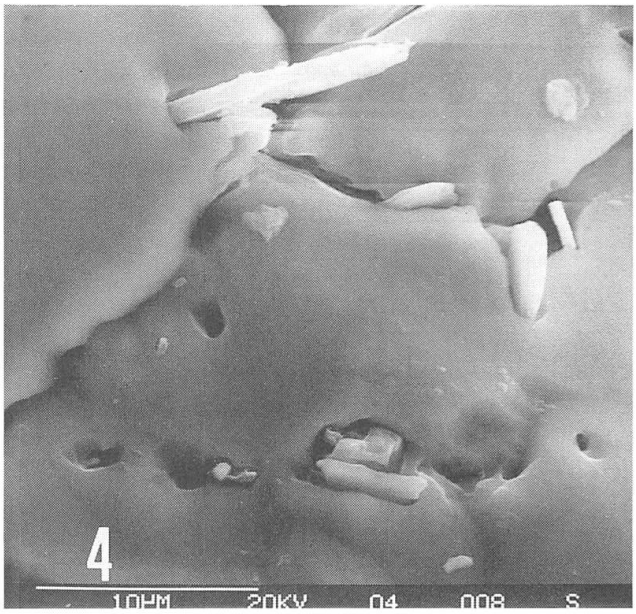


Photo 3 Disposition des phyllosilicates dans la fabrique des calcaires du Malm pour l'échantillon M4 (même légende que pour la photographie 1).

Photo 4 Détail de la photographie 3: les phyllosilicates de petite taille (environ moins de 10 μm) sont en partie disposés sans orientation précise, aux limites des grains de calcite et parfois même à l'intérieur de ces derniers.

rite et de quartz en petites quantités et de traces de smectites, de microcline et de pyrite. Des quantités non déterminées de matière organique, dispersée dans la roche, sont présentes, probablement sous une forme «cristallisée». Les micas blancs sont bien individualisés et se dispersent aux limites des grains de calcite (Photo 1-4). Ceux qui possèdent une taille relativement élevée (>10 µm environ) tendent à se disposer parallèlement au grand axe des grains de calcite et soulignent alors l'orientation préférentielle de ces cristaux. Les micas les plus petits peuvent en outre se disposer sans orientation précise entre les grains de calcite ou bien même à l'intérieur de ces derniers.

Les analyses par diffraction des rayons X ont été appliquées à différentes fractions granulométriques extraites du résidu insoluble. On note que la quantité de quartz augmente avec la taille apparente des cristaux.

Les fractions granulométriques de l'échantillon M4 (Tab. 1 et 5) sont composées de Phyllosilicates avec plus de 90% de mica blanc 2M bien cristallisé (0.18 et 0.20°2θ CuKα) et de la chlorite. On observe aussi la présence de quartz et de traces de microcline. Le mica blanc se caractérise par une composition de tendance phengitique relativement homogène quelque soit la taille (Fig. 4). Il ne présente pas de feuillets gonflants car les mesures de la largeur à mi-hauteur ne varient pas après traitement de la préparation à l'éthylène-glycol. La composition phengitique se traduit par un décalage systématique entre la raie (006) vers 3.328 Å et celle du quartz à 3.3428 Å. Mais si l'on détaille le spectre $CuK\alpha_1$ des raies (008) et (060,$\bar{3}$31) on observe les caractéristiques d'un mélange de deux micas blancs. Elle n'est par contre pas mesurable pour la raie (0010) bien que celle-ci soit dissymétrique vers les petits angles car l'un

Tab. 5 Espacements (001) et (060,$\bar{3}$31) caractéristiques des micas blancs de calcaires des nappes helvétiques et des écailles de la Gummfluh.

ECHANTILLONS	IC(002)(1)	006	008	0010	060+$\bar{3}$31
M4 2-5 µm	0.20	3.329	a 2.4935 (78%)	1.9962	a 1.5085
			b 2.5058 (22%)		b 1.5023
5-10 µm	0.18	3.327	a 2.4955 (63%)	1.9956	a 1.5079
			b 2.5056 (37%)		b 1.5023
M6 2-5 µm	0.19	3.329	a 2.4961 (90%)	1.9964	a 1.5080
			b 2.5075 (10%)		b ND
5-10 µm	0.18	3.328	a 2.4961 (85%)	1.9963	a 1.5088
			b 2.5060 (15%)		b 1.5024
M9 2-5 µm	0.23	3.329	a 2.4966 (81%)	1.9977	a 1.5091
			b 2.5047 (19%)		b 1.5015
5-10 µm	0.19	3.327	a 2.4957 (73%)	1.9966	a 1.5093
			b 2.5038 (27%)		b ND
M11 2-5 µm	0.24	3.329	a 2.4972 (74%)	1.9978	a 1.5071
			b 2.5046 (23%)		b 1.5050+1.5015
GUMM7 0.6-2µm	0.27	3.309	a 2.4824	1.9849	a 1.5052+1.5080
			b ND		b 1.4960
2-6µm	0.24	3.308	a 2.4810 (77%)	1.9885	a 1.5046
			b 2.5000 (23%)		b 1.4936
6-20µm	0.22	3.310	a 2.4828 (63%)	1.9840	a 1.5079+1.5053
			b 2.4951 (37%)		b 1.4944
GUMM10 <2 µm	0.27	3.311	a 2.4786	1.9828	a 1.5019-1.510
			b ND		b 1.4940
20-100µm	0.24	3.309	a ND	1.9855	a 1.5046-1.510
			b ND		b ND

(1)- Indice de cristallinité: largeur à mi-hauteur
ND = " non déterminé " (raie mal définie)

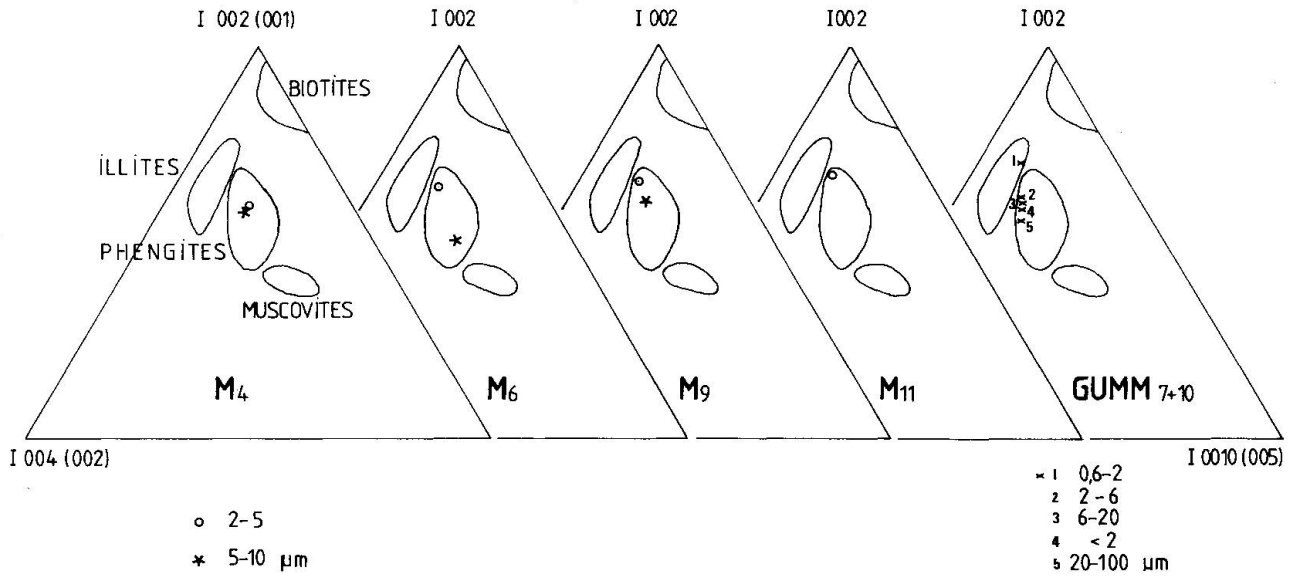
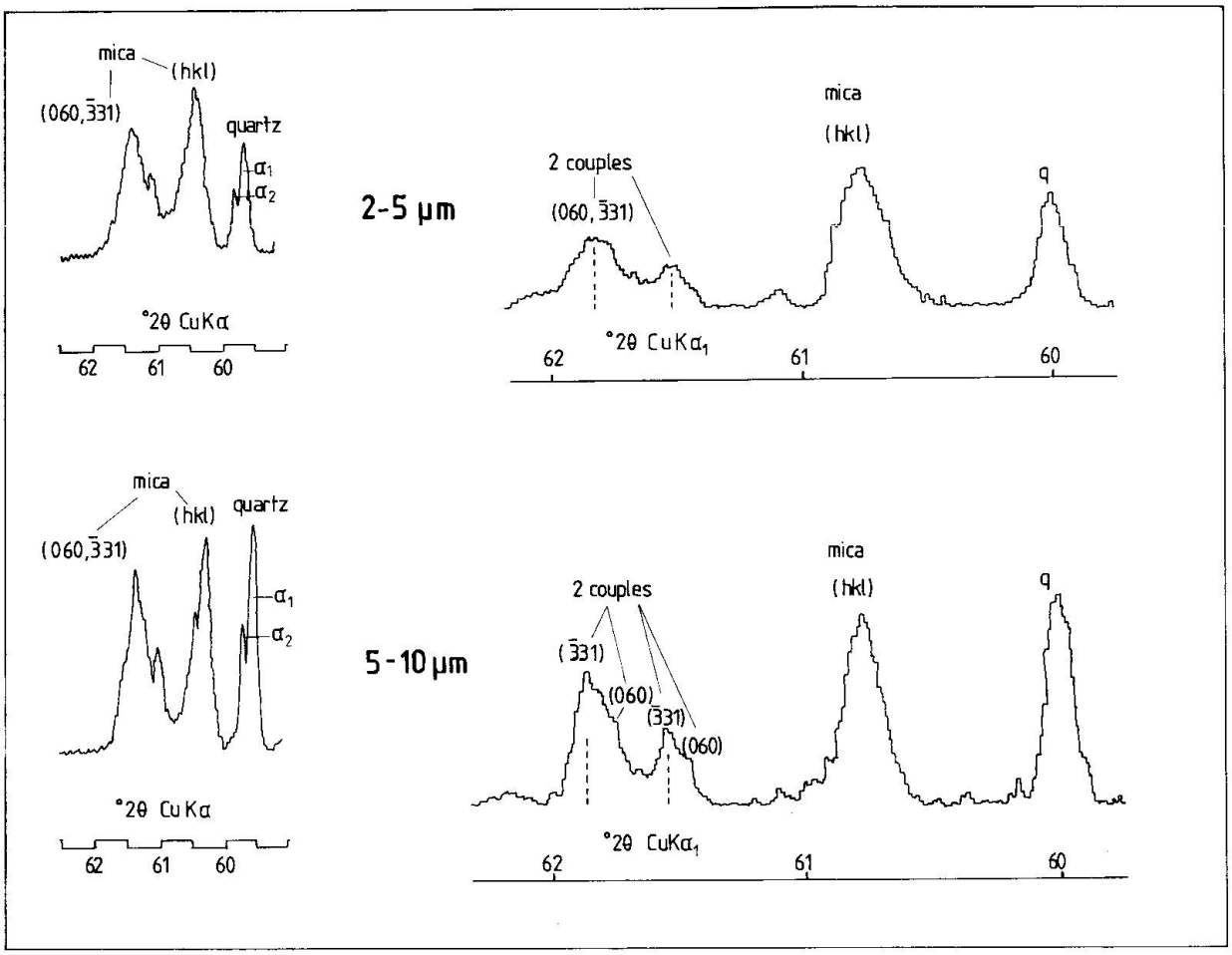


Fig. 4 Tendances minéralogiques des différentes fractions granulométriques étudiées, exprimées dans un diagramme ternaire (Préparations orientées).

des deux composants est trop nettement minoritaire. Les deux minéraux «a et b» mis en évidence confirment la composition phengitique déterminée à partir des intensités (001) du fait de la position des doublets (060,$\bar{3}$31), en moyenne vers 1.5023 et 1.5082 Å (Fig. 5). Il semble que chacun de ces deux micas ait une composition phengitique comparable quelque soit la taille puisque l'on retrouve des espacements (006), (008), (0010) et (060,$\bar{3}$31) très proches. Par contre les proportions relatives de a et b déterminées à partir d'une approximation des intensités respectives des raies (008) varient. Si l'on compare ces données avec les résultats des analyses isotopiques K-Ar (Tab. 1 et Fig. 5), on note que les âges apparents diminuent lorsque la quantité de mica a augmente: 35.4 Ma pour 5–10 µm (63%a) et 24.6 Ma pour 2–5 µm (78%a). Les variations des âges pourraient alors correspondre aux proportions respectives des deux micas, si l'on fait l'hypothèse d'un mélange de minéraux non cogénétiques. Si le mica de type phengite a est «recristallisé» au cours du métamorphisme alpin alors il contribuera à baisser la valeur de l'âge K-Ar mesuré pour le mélange. La diminution sera d'autant plus importante qu'il sera mieux représenté. Dans ce cas le deuxième mica b est d'origine détritique et d'âge plus ancien; probablement plus ou moins rajeuni au cours du métamorphisme. Cependant une assez grande incertitude est liée à la détermination des proportions qui sont calculées à partir d'un épaulement sur la raie (008) (Fig. 5).

Pour l'échantillon M6 (Tab. 1 et 5) les fractions granulométriques analysées présentent les mêmes caractéristiques. L'analyse détaillée par diffraction des rayons X révèle à nouveau la présence de deux micas blancs (d[060,$\bar{3}$31] = 1.5024 Å et 1.5084 Å) que les diffractogrammes normaux ne permettent pas de déceler. Les équidistances (006), (008) et (0010) sont suffisamment comparables pour suggérer qu'il s'agit de deux mêmes micas que l'on retrouve dans les deux granulométries analysées. De la même manière que pour l'échantillon M4, l'un des deux micas a est nettement majoritaire et les âges K-Ar diminuent avec son importance relative: 27.2 Ma pour 5–10 µm (85% a) et 21.1 Ma pour 2–5 µm (90% a). Pour l'échantillon M9 (Tab. 1 et 5) de mêmes caractéristiques, on observe à nouveau la coexistence de deux micas blancs de tendance phengite 2M (Fig. 4). Les espacements d(060,$\bar{3}$31) sont respectivement de 1.5015 Å et de 1.5092 Å. Les valeurs K-Ar sont de nouveau liées à l'importance de l'une des deux phases: 35.4 Ma pour 5–10µm (73% a) et 28.7 Ma pour 2–5 µm (81% a). Enfin pour l'échantillon M11, moins métamophique (Tab. 1 et 5), la composition minéralogique comporte, outre un mica blanc 2M, de la chlorite, du quartz et des smectites en quantités non négligeables. On retrouve à nouveau pour la fraction 2–5 µm analysée, deux micas blancs de



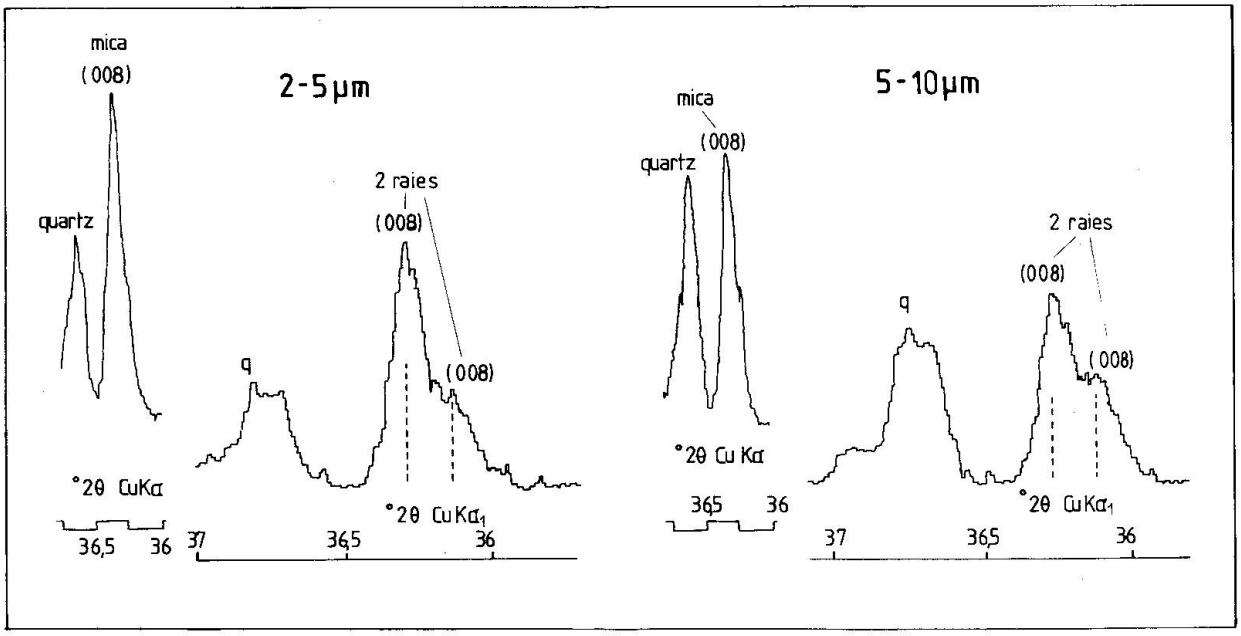


Fig. 5 Diffractogrammes CuKα et restitutions CuKα$_1$ pour les raies (008) et (060,$\bar{3}$31) de l'échantillon M4 des calcaires du Malm (Poudres désorientées).

composition phengitique (Fig. 4) légèrement différente l'une de l'autre (d[060,$\bar{3}$31] = 1.5050 Å et 1.5071 Å).

Les fractions de petite taille (2–10 µm) de ces quatre échantillons de calcaires du Malm des nappes helvétiques sont donc constituées, dans chaque cas de mélanges de deux micas blancs de nature phengitique. L'un est toujours nettement majoritaire par rapport à l'autre ce qui rend difficile l'identification à partir des spectres (001). Seules les raies (008) et (060,$\bar{3}$31) ont pu être mises à profit. Comme les valeurs K-Ar varient dans le même sens en fonction des proportions des mélanges, il pourrait s'agir d'âges mixtes liés à la composition minéralogique des fractions granulométriques. Les conditions du métamorphisme de faible intensité sont en effet ici insuffisantes pour assurer une réhomogénéïsation isotopique complète des micas blancs jusqu'à 10 µm (HUON, 1985, HUNZIKER et al., 1986, REUTER, 1987). D'autre part les fractions granulométriques analysées sont essentiellement constituées de mica blanc ce qui limite les possibilités de contamination isotopique par du Potassium ou de l'Argon provenant d'autres minéraux. La détermination précise des «âges théoriques» des deux micas constitutifs se heurte dans chaque cas à l'imprécision sur les pourcentages calculés. Ainsi pour l'échantillon M9 on obtient le système d'équations:

2– 5 µm: 0.81a + 0.19b = 28.7 (Ma)
5–10 µm: 0.73a + 0.27b = 35.4 (Ma)

On peut calculer le couple de valeurs a=13 Ma et b=96 Ma qui satisfait les deux relations. Malheureusement une erreur d'appréciation de 0.03 seulement sur la détermination du pourcentage de a dans la première équation est suffisante pour nous donner une solution différente avec a=19 Ma et b=80 Ma. Il est donc impossible de résoudre le problème de cette manière. Si l'on traite l'ensemble des mesures en comparant les âges K-Ar et les pourcentages de mica en équilibre avec les conditions du métamorphisme (mica «a»), on peut déterminer un âge théorique (Fig. 6a). Cette valeur qui correspond pour les échantillons de l'épizone à 100% de mica a, est estimée ici à 17 Ma environ. La solution proposée est néanmoins trop imprécise. En effet, selon la position des roches dans les structures des nappes helvétiques, l'âge de la mise en place varie (BURKHARD, 1988). Ainsi la déformation dans le synclinal de Raron (échantillon M4) est probablement plus tardive qu'au cœur de la nappe du Doldenhorn (échantillon M9). A métamorphisme comparable la structuration des

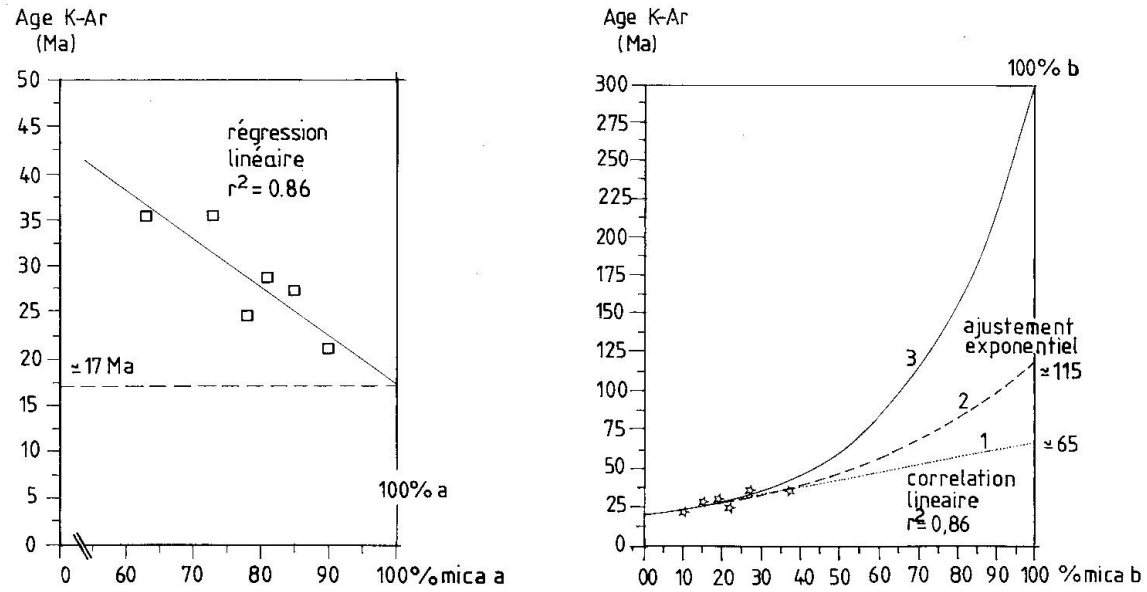


Fig. 6 Comparaison entre la composition des micas blancs et les âges apparents K-Ar pour les échantillons de calcaires du Malm: a- essai de calcul d'un «âge théorique» à partir d'une composition à 100% du «mica a», b- essai de calcul à partir d'une composition à 100% du «mica b» avec trois scenarii possibles: âge apparent de 65 Ma (regression linéaire), âge apparent vers 110 Ma (ajustement exponentiel) et âge hercynien (hypothétique).

écailles de Jägerchrüz (échantillon M6) n'est pas synchrone de celle des deux phases précédentes. L'influence de la déformation sur le mécanisme de réhomogénéïsation isotopique des micas peut jouer un rôle important qui n'est pas pris en compte ici (LIEWIG et al., 1981, HUON, 1985, KLIGFIELD et al., 1987). De la même manière, si l'on compare les proportions de mica b et les âges K-Ar, une extrapolation linéaire à 100%b nous fournit un âge de 65 Ma environ (Fig. 6b). Il faut aussi considérer que ce mica a pu être rajeuni au cours de son histoire Eo-alpine soit depuis 110 Ma si l'on se fie à un ajustement exponentiel de nos points, soit à partir d'un minéral encore plus ancien d'âge hercynien. Des mécanismes de diffusion progressive de l'argon pourraient expliquer le rajeunissement de ce mica. La solution la moins imprécise consiste donc à définir au mieux les proportions qui sont à la base de nos calculs. Il faut alors disposer d'un système de diffraction des rayons X ayant une meilleure résolution que le nôtre.

5.2. MICAS BLANCS DE CALCAIRES TRIASIQUES DES ECAILLES DE LA GUMMFLUH:

Les écailles de la Gummfluh constituent la partie arrière des Préalpes médianes de Suisse occidentale, entre la vallée du Rhône au Sud et celle de la Sarine au Nord (WEIDMANN et al., 1976; BAUD in LOMBARD, 1975). Elles reposent en discordance tectonique sur la nappe du Niesen, elle-même chevauchant les unités des nappes helvétiques précédemment décrites. En fait le contact principal de la Gummfluh recoupe la colonne stratigraphique à l'intérieur des couches du Trias et se présente comme une épaisse bande de calcaires mylonitisés (plus de 40 m au-dessus du niveau à cornieule). Le métamorphisme de cette partie des Préalpes est anchi-épizonal, et décroît de la base au sommet de la colonne stratigraphique, depuis le Trias jusqu'au Crétacé (MOSAR, 1988). Il est transporté puisque les écailles de la Gummfluh reposent sur la nappe du Niesen située dans le domaine de la diagenèse. La déformation interne dans les calcaires du Trias augmente lorsque l'on se rapproche du plan basal des mylonites. A proximité du chevauchement principal on observe une recristallisation dynamique de la calcite par migration des joints de grains. Elle est oblique par rapport à la foliation qui est soulignée par des alignements de matière organique (SCHMID, communication personnelle).

Les deux échantillons présentés ici ont été prélevés dans le Trias calcaire de la coupe de Sunnig-Gumm, non loin de la cime de la Gummfluh (BAUD en LOMBARD et al., 1975). Plusieurs fractions granulométriques extraites du résidu insoluble de décarbonatation (Tab. 1 et 5) ont été analysées à l'aide de notre programme de diffraction ainsi que par la méthode K-Ar. Elles sont essentiellement composées de mica blanc, de faibles quantités de quartz et de smectites pour l'un des deux échantillons (Gumm10). Bien qu'apparamment un seul mica de type phengite 2M soit visible sur les diffractogrammes normaux (Fig. 4), l'examen de détail indique la présence de deux polytypes: un mica 2M avec la raie caractéristique (025) vers 2.98 Å et un mica 1M avec la raie (112) vers 3.07 Å (Fig. 7). Si l'on utilise la mesure des intensités des raies (112) et (025) au dessus du bruit de fond pour déterminer les proportions relatives des deux micas, on constate une augmentation de la quantité de 1M dans les petites fractions (<2 μm). D'autre part l'analyse détaillée des raies (008), (0010) et (060,$\bar{3}$31) indique la présence de deux micas de composition différente (a et b). La séparation des raies (008) est relativement bien marquée avec des positions moyennes vers 2.4821 Å et 2.4980 Å (Fig. 7), proches respectivement de celles de la phengite et de la muscovite. Les raies (0010) ne sont pas dissociées mais les épaulements de pics vers les petits angles sont bien visibles. Il est néanmoins difficile de faire l'analogie directe entre nos deux micas a et b et les deux polytypes (2M et 1M) mis en évidence par ailleurs. En effet pour l'échantillon Gumm7 (Tab. 5) on observe, lorsque la taille des minéraux diminue, une augmentation de la quantité de 1M. Elle se traduit par des raies (112) vers (3.07 Å) et (060,$\bar{3}$31) vers 1.4940 Å plus intenses. Mais on observe aussi une variation en sens inverse avec une augmentation du terme le plus «muscovitique» (mica b) lorsque la taille augmente (de 23% à 37%b, Tab. 4). Cette contradiction pourrait signifier que la définition de nos minéraux reste insuffisante, notamment pour les intensités des raies (112) et (025) à la base de notre détermination des polytypes. Le calcul des âges respectifs des micas du mélange (échantillon Gumm7, a = 32 Ma et

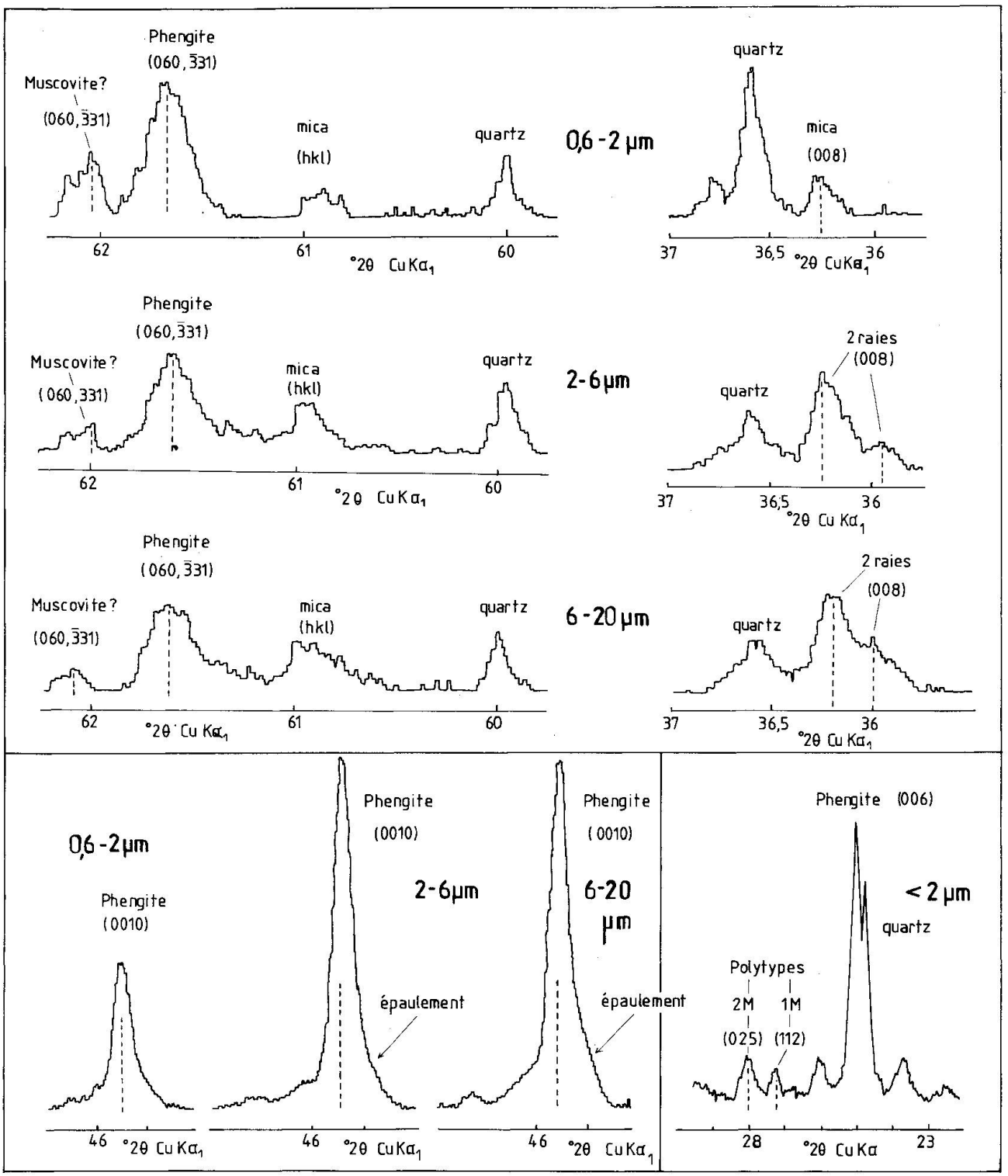


Fig. 7 Diffractogrammes CuKα et restitutions CuKα$_1$ pour certaines raies de l'échantillon Gumm7 des écailles de la Gummfluh (Poudres désorientées).

b = 181 Ma) à partir des données actuelles reste donc très hypothétique.

5.3. IDENTIFICATION DE MELANGES DE MICAS BLANCS DANS DES CALCAIRES:

Les exemples développés ci-dessus montrent que la coexistence de deux (ou peut-être plus de deux) micas blancs peut passer inaperçue à l'analyse de routine. Il faut appliquer de programmes de diffraction particuliers pour la mettre en évidence. Les proportions calculées pour les micas blancs des calcaires des nappes helvétiques et des écailles de la Gummfluh sont très approximatives car les deux micas blancs 2M identifiés ont une composition relativement proche et les raies se dissocient mal. Les critères d'identification du mélange restent les mêmes que pour notre mélange expérimental. Mais comme dans chaque cas l'un des deux micas se trouve dans de faibles proportions, on n'obtient pas de séparations nettes des raies (008) et (0010), mais des épaulements difficiles à repérer et à mesurer. D'autre part les élargissements de la raie (006) ne peuvent pas être mesurés en présence de quartz.

6. Discussion et conclusion

Les analyses minéralogiques développées constituent une première approche des mécanismes de réhomogénéïsation isotopique et minéralogique dans des carbonates déformés et faiblement métamorphisés. L'identification de mélanges de micas blancs par notre programme d'analyse reste encore à améliorer, même si des critères de reconnaissance cohérents sont retrouvés pour chacun de nos exemples. Un effort tout particulier doit encore être consacré à l'amélioration du pouvoir de résolution entre raies de diffraction et à l'appréciation plus quantitative des intensités. Pour l'identification de mélanges de micas blancs on retiendra comme principaux critères la présence de plusieurs couples de raies (060,$\bar{3}$31) plus ou moins distincts et l'existence d'épaulements plus ou moins bien marqués des raies (008) et (0010). Ces critères ne sont applicables que pour des populations de micas dont la composition chimique est suffisamment différente.

A la suite de ces analyses il devient important de contrôler les paramètres cristallochimiques couramment employés pour l'étude de calcaires faiblement métamorphisés. Ainsi pour les fractions granulométriques étudiées ici, le minéral en équilibre avec les conditions du métamorphisme est représenté par de la phengite 2M. Ce minéral est toujours nettement majoritaire dans les préparations. On peut supposer que l'intensité du métamorphisme est correctement décrite par l'indice de cristallinité de KÜBLER (1967). Mais ceci peut très bien ne pas être le cas en présence, par exemple, d'un mélange muscovite-phengite dans des proportions à peu près équivalentes. De même il faut s'assurer de l'éventualité d'un mélange si l'on travaille avec les intensités des raies (001). Ainsi le rapport I004/I002 varie en fonction de la composition de notre mélange expérimental.

Le raisonnement appliqué aux déterminations isotopiques K-Ar suppose que les phases micacées identifiées ne sont pas cogénétiques et qu'aucune contamination est possible. L'un des micas est alors en équilibre avec les conditions du métamorphisme étudié tandis que l'autre constitue un élément détritique plus ancien d'âge indéterminé. Les âges apparents K-Ar mesurés dans ces calcaires dépendent de la taille des cristaux. Or la composition minéralogique à l'intérieur de chaque fraction granulométrique varie aussi en fonction de cette taille. Les rapports isotopiques peuvent être interprétés comme liés à cette composition et l'on devrait pouvoir déterminer les âges respectifs des minéraux du mélange à partir de systèmes d'équations simples. Un calcul détaillé ne peut cependant pas être appliqué pour l'instant aux mélanges de micas blancs des nappes helvétiques et des écailles de la Gummfluh, compte tenu de la marge d'erreur liée à l'estimation des proportions. Cependant les essais de calcul sont plutôt encourageants car les âges K-Ar évoluent dans une gamme géologiquement significative avec des valeurs inférieures à 35 Ma pour le mica supposé en équilibre avec les conditions du métamorphisme. Il convient de préciser que les calcaires étudiés constituent un milieu géochimique pauvre en Potassium où l'on peut observer jusque dans l'épizone la présence de smectites et de micas 1M.

Remerciements

Nous sommes très reconnaissants de l'aide et de l'intérêt portés à ce travail par MM. M. Frey (Univer-

sité de Bâle), M. Burkhard, J.P. Schaer, F. Persoz et J. Mosar (Université de Neuchâtel), A. Baud (Université de Lausanne) et S. Schmid (ETH Zürich). Ce travail a reçu le soutien d'une bourse d'échange de l'Université de Neuchâtel (1985-86) puis d'une requète en cours au F.N.R.S. (contrat n° 2.338-0.86).

Références

AHRENDT, H., HUNZIKER, J.C. and WEBER, K. (1978): K/Ar Altersbestimmungen an schwach-metamorphosen Gesteine des Rheinischen Schiefergebirges. Z.dt.geol.Ges. 129, p. 229-247.

AHRENDT, H., CLAUER, N., HUNZIKER, J.C. and WEBER, K. (1983): Migration of folding and metamorphism in the Rheinisches Schiefergebirge deduced from K-Ar and Rb-Sr age determinations. P. 723-743, in Intracontinental fold belts. Martin H. and F.W. ed. Springer Verlag.

ARONSON, J.L. and HOWER, J. (1976): Mechanism of burial metamorphism of argillaceous sediment: 2. Radiogenic argon evidence. Geol. Soc. am. bull. 87, p. 738-744.

BARONNET, A. (1976): Polytypisme et polymorphisme dans les micas. Contribution à l'étude du rôle de la croissance cristalline. Thèse Sci. Univ. Aix-Marseille III, 256 p., (inédit).

BONHOMME, M.G., LUCAS, J. et MILLOT, G. (1966): Signification des déterminations isotopiques dans la géochronologie des sédiments. Actes du 151° coll. int. C.N.R.S., Nancy, p. 541-565.

BORG, I.Y. and SMITH, D.K. (1969): Calculated X-ray powder patterns for silicate minerals. Geol. Soc. Am. Mem. 122, 896 p.

BURKHARD, M. (1988): L'Helvétique de la bordure occidentale du massif de l'Aar, évolution tectonique et métamorphique. Eclogae geol. Helv. 81, p. 1-51.

CIPRIANI, C., SASSI, F.P. and VIBERTO-BASSANI, C. (1968): La composizione delle miche chiare in rapporto con le costanti reticolari e col grado metamorfico. Rend. Soc. ital. Mineral. Petrol. 24, p. 153-187.

CLAUER, N. and KRÖNER, A. (1979): Strontium and argon isotopic homogeneization during low-grade regional metamorphism of pelitic sediments: The Pan African upper Damara sequence of northern Namibia (South West Africa). Earth Planet. Sci. Let. 43, p. 117-131.

ESQUEVIN, J. (1969): Influence de la composition chimique des illites sur leur cristallinité. Bull. Centre Rech. Pau S.N.P.A. 3, p. 147-153.

FRANK, E. and STETTLER, A. (1979): K-Ar and $^{39}Ar/^{40}Ar$ age systematics of white micas from an alpine metamorphic profile in the Swiss Alps. Schweiz. Mineral. Petrogr. Mitt. 59, p. 375-394.

FREY, M., HUNZIKER, J.C., O'NEIL, J.R. and SCHWANDER, H.W. (1976): Equilibrium and desequilibrium relations in the Monte Rosa granite, western Alps: petrological, Rb-Sr and stable isotope data. Contrib. Mineral. Petrol. 55, p. 147-179.

FREY, M., HUNZIKER, J.C., JÄGER, E. and STERN, W.B. (1983): Regional distribution of white K-micas and their phengitic content in the central Alps. Contrib. Mineral. Petrol. 83, p. 185-197.

GUIDOTTI, C.V. and SASSI, F.P. (1976): Muscovite as a petrogenetic indicator mineral in pelitic schists. N. Jb. Mineral. Abh. 127, p. 97-142.

GUINIER (1956): Théorie et technique de la radiocristallographie. Dunod ed., Paris.

HOWER, J., ESLINGER, E.V., HOWER, M.E. and PERRY, E.A. (1976): Mechanism of burial metamorphism of argillaceous sediment: 1. Mineralogical and chemical evidence. Geol. Soc. am. bull. 87, p. 725-737.

HUNZIKER, J.C. (1979): Potassium-argon dating. In lectures in isotope geology JÄGER, E. et HUNZIKER, J.C. ed., p. 52-76, Springer-Verlag.

HUNZIKER, J.C., FREY, M., CLAUER, N., DALLMEYER, R.D., FRIEDERICHSEN, H., FLEHMIG, W., HOCHSTRASSER, K., ROGGWILER, P. and SCHWANDER, H. (1986): The evolution from illite to muscovite: mineralogical and isotopic data from the Glarus Alps, Switzerland. Contrib. Mineral. Petrol. 92, p. 157-180.

HUON, S. (1985): Clivage ardoisier et réhomogénéïsation isotopique K-Ar dans des schistes paléozoïques du Maroc. Etude microstructurale et isotopique. Conséquences régionales. Thèse Doct. Univ. L. Pasteur Strasbourg, 124 p., (inédit).

KLIGFIELD, R., HUNZIKER, J.C., DALLMEYER, R.D. and SCHAMEL, S. (1987): Dating of deformation phases using K-Ar and $^{39}Ar/^{40}Ar$ techniques: Results from the northern Apennines. Jour. Struct. Geol. 8, p. 781-798.

KNIPE, R.J. (1981): The interaction of deformation and metamorphism. Tectonophysics 78, p. 249-272.

KÜBLER, B. (1967): La cristallinité de l'illite et les zones tout à fait supérieures du métamophisme. In Coll. sur les étages tectoniques, p. 105-122. Ed. A la Baconnière, Neuchâtel.

KÜBLER, B. (1983): Contrôle de l'efficacité du tasseur automatique. Recherche de l'influence de la pression sur l'intensité des pics et sur l'orientation éventuelle. Cahiers Inst. Géol. Univ. Neuchâtel (Suisse) 11, 7 p.

KÜBLER, B. (1986): Micas dioctaédriques. Dinstinctions des muscovites-phengites 2M1. Cahiers Inst. Géol. Univ. Neuchâtel (Suisse) 28, 10 p.

LIEWIG, N., CARON, J.M. and CLAUER, N. (1981): Geochemical and K-Ar isotopic behaviour of alpine sheet silicates during polyphased deformation. Tectonophysics, 78 p. 273-290.

LOMBARD, A., BAUD, A. et STEINHAUSER, N. (1975): Notice explicative de la carte nationale de la Suisse 1/25000, n° 1265 Les Mosses. Com. géol. suisse ed.

MAXWELL, D.T. and HOWER, J. (1967): High-grade diagenesis and low-grade metamorphism of illite in precambrian belt series. Am. Miner. 52, p. 843-857.

MONIER, G. et ROBERT, J.L. (1986): Evolution of the miscibility gap between muscovite and biotite solutions with increasing content: experimental study in the system K_2O-Li_2O-MgO-FeO-Al_2O_3-SiO_2-H_2O-HF at 600°C, 2 Kbars $P(H_2O)$, comparison with natural lithium micas. Min. mag. 50, p. 641-651.

MOSAR, J. (1988): Structures, déformation et métamorphisme dans les Préalpes romandes, 121 p. Thèse Doct. Univ. Neuchâtel (inédit).

ODIN, G.S. and HUNZIKER, J.C. (1982): Radiometric dating of the albian-cenomanian boundary. In numerical dating in stratigraphy, p. 537–556, G.S. ODIN ed., J. WILEY and SONS.

PURDY, J.W. and JÄGER, E. (1976): K-Ar ages on rock-forming minerals from the Central Alps. Mem. Ist. geol. mineral. Univ. Padova 30, 31 p.

REUTER, A. (1987): Implications of K-Ar ages on whole rocks and grain size fractions of metapelites and intercaleted metatuffs within an anchizonal terrane. Contrib. Mineral. Petrol., 97, p. 105–115.

REUTER, A. and DALLMEYER, R.D. (1987): $^{39}Ar/^{40}Ar$ dating of cleavage formation in tuffs during anchizonal metamorphism. Contrib. Mineral. Petrol. 97, p. 352–360.

REY, P. et KÜBLER, B. (1983): Identification des micas des séries sédimentaires par diffraction X à partir de la série harmonique (001) des préparations orientées. Schweiz. Mineral. Petrogr. Mitt. 63, p. 13–36.

SASSI F.P. (1972): The petrologic and geologic significance of the bo value of potassic white micas in low-grade metamorphic rocks. An application to the Eastern Alps. Tscherm. mineral. petrogr. Mitt. 18, p. 105–113.

STEIGER, R.H. and JÄGER, E. (1977): Subcommission on Geochronology: convention on the use of decay constants in Geo- and Cosmochronology. Earth Planet. Sci. Let. 36, p. 359–362.

VELDE, B. (1965): Phengitic micas: synthesis, stability and natural occurence. Am. Jour. Sci., 263, p. 886–913.

VELDE, B. (1967): Si(4+) content of natural phengites. Contr. Mineral. Petrol. 14, p. 250–258.

WAGNER, G.A., REIMER, G.M. and JÄGER, E. (1977): The cooling ages derived by apatite fission tracks, mica Rb-Sr and K-Ar dating: the uplift and cooling history of the Central Alps. Mem. Ist. Geol. Min. Univ. Padova, 30, 27 p.

WEBER, K. (1981): Kinematic and metamorphic aspects of cleavage formation in very-low-grade metamorphic slates. Tectonophysics 78, p. 292–306.

WEIDMANN, H., HOMEWOOD, P., CARON, C. and BAUD, A. (1976): Réhabilitation de la «zone submédiane» des Préalpes. Eclogae. geol. Helv. 69, p. 265–277.

WHITE, S.H. and KNIPE, R.J. (1978): Microstructure and cleavage development in selected slates. Contrib. Mineral. Petrol. 66, p. 165–174.

Manuscript reçu le 3 mars, 1988; manuscript révisé accepté le 17 juin, 1988.