

# Utilisation de la microscopie électronique en pédologie

G. BOCQUIER et Lj. NALOVIC

Centre ORSTOM de Yaoundé (Cameroun)  
Centre ORSTOM de Cayenne (Guyane française)

## RÉSUMÉ

*L'analyse morphologique doit être menée en pédologie à diverses échelles (Pédographie). Les observations méga, macro et microscopiques peuvent être désormais prolongées à l'aide de nouveaux appareillages d'optique électronique : le microscope électronique à balayage et la microsonde. Ceux-ci permettent l'identification et l'analyse en place des principaux constituants du sol.*

*Après un rappel sommaire des principales caractéristiques des microscopes électroniques, une revue bibliographique est présentée sur les récentes applications de ces techniques à différents domaines de la pédologie.*

*Enfin, un exemple est donné : celui de l'étude, avec ces deux appareils, de ferriargilanes tropicaux.*

## ABSTRACT

*Morphological analysis has to be lead in soil science at various scales (Pedography). Henceforth, mega macro and microscopic observations can be extended by means of new apparatus with electronic optics : the scanning microscope and the microprobe. These permit identification and spot analysis of the main soil constituents.*

*After a concise recall of the leading characteristics of the electronic microscopes, a bibliographic survey is presented about recent applications of these techniques on different parts of the soil science.*

*Finally, an exemple is given : it is the investigation by means of the two apparatus, of tropical ferri-argillans.*

## PLAN

### Introduction

1. Caractéristiques des principaux microscopes électroniques
  - A. Les microscopes à transmission
  - B. Les microscopes à émission
2. Utilisation en pédologie de la microscopie électronique d'émission
  - A. Les travaux réalisés avec les microsondes
  - B. Les travaux réalisés avec les microscopes à balayage

3. Exemple d'utilisation de la microscopie électronique : composition et microstructure de ferriargilanes tropicaux
  - A. Principales données méga et macroscopiques
  - B. Principales données microscopiques
  - C. Les données de la microscopie à balayage
  - D. Les données obtenues à la microsonde
  - E. L'interprétation de ces données.

### Conclusion

### Bibliographie

## INTRODUCTION

Il apparaît de plus en plus justifié en pédologie, que les données d'analyse morphologique soient établies à plusieurs échelles d'observation. La *pédographie* (BREWER, 1964) s'impose donc comme la succession de plusieurs analyses scalaires appliquées aux différents niveaux d'organisation, qui sont présents dans les formations pédologiques.

Cependant, il n'y a pas de stricte correspondance entre les dimensions d'un niveau d'organisation pédologique et une échelle d'observation. Certaines unités d'organisation — comme des nodules ferrugineux — peuvent en effet se présenter dans une gamme de dimension assez étendue — du dixième de millimètre à la dizaine de centimètres — ce qui conduit à l'utilisation successive de plusieurs échelles d'observation. Néanmoins, on peut esquisser une *hiérarchie des principaux niveaux d'organisation pédologique*, et indiquer quelles sont les échelles et les moyens d'observation, qui leur correspondent généralement :

NIVEAUX D'ORGANISATION PÉDOLOGIQUE	ECHELLES D'OBSERVATION		TECHNIQUES D'OBSERVATION
<i>Unité biogéodynamique</i> , définie par l'association de plusieurs profils	Kilomètre Hectomètre	Mégascopie	Observations directes
<i>Profil</i> , différencié en horizons	Mètre Centimètre	Macroscopie	
<i>Horizons</i> , définis par des organisations de constituants	Millimètre 10 microns	Microscopie	Optique lumineuse } Optique
<i>Constituants</i> , définis par la distribution des éléments	< 10 microns	Ultramicroscopie	électronique

Dans le passé, les données morphologiques ont été principalement macroscopiques. Elles se sont attachées à la seule description du profil pédologique différencié en horizons. A cette échelle d'observation, l'analyse morphologique demeurerait presque uniquement descriptive et qualitative. Elle ne pouvait que très imparfaitement fournir deux autres types de données, qui ne sont d'ailleurs habituellement accessibles qu'à l'échelle microscopique :

- l'identification des constituants en place ;
- l'étude des relations que présentent ces constituants, et en particulier :
  - . leur mode d'association : leur « structure »
  - . leur ordre de mise en place : leur chronologie relative.

Comme les roches, les sols et les matériaux organisés qui les constituent, sont en effet le plus complètement caractérisés, lorsque l'on peut définir à la fois la nature de leurs constituants, l'organisation de ceux-ci, et enfin l'histoire de l'acquisition ou de la mise en place de ces constituants.

Lorsque l'analyse morphologique est uniquement macroscopique et descriptive, la nature des constituants

est obtenue indirectement par des analyses physiques, chimiques ou minéralogiques, réalisées sur des échantillons perturbés. Les modes d'association des constituants sont alors présumés ou déduits à partir des propriétés physico-chimiques ou mécaniques de chacun des constituants.

Ces données d'identification, d'organisation et de chronologie pédologique sont maintenant devenues accessibles pour une grande part par l'analyse micromorphologique, qui utilise des lames minces de sols et une optique lumineuse polarisante. L'analyse micromorphologique a déjà apporté en quelques années, et apportera vraisemblablement dans l'avenir, des données nouvelles sur les types d'organisation pédologique et sur leur genèse, ce qui pourrait au moins assurer les bases d'une nouvelle typologie pédologique.

De plus, et en suivant la même évolution que la pétrographie, la micromorphologie est devenue quantitative (KUBIENA 1967), grâce aux méthodes optiques (ESWARAN 1968, BOULET 1972) et optoélectroniques (CAYE *et al.* 1971, PREVOSTEAU *et al.* 1970, JONGERIUS *et al.* 1972). Cependant l'analyse micromorphologique ressent déjà ses limites, qui tiennent principalement à certains caractères spécifiques des constituants pédo-

logiques, et en particulier à la très petite taille et à des états variablement cristallisés sinon véritablement amorphes, de nombreux produits secondaires pédogénétiques. Comme le montrent les progrès récents accomplis dans le domaine de la minéralogie des produits de néoformation et dans celui de la géochimie des altérations, il apparaît donc actuellement nécessaire de pouvoir prolonger l'analyse microscopique d'échantillons en place, en dépassant les grossissements obtenus par l'optique lumineuse et en s'assurant de l'identification de certains constituants par leur analyse élémentaire effectuée directement in situ. Le développement de l'optique électronique, et en particulier la réalisation de deux types d'appareils :

- le microscope électronique à balayage
- la microsonde

ont permis de réaliser — et parfois simultanément — ces opérations plus fines d'analyse et d'observation.

Récemment mise au point, la technique de micro-analyse spectrale à laser permet également des analyses en place, mais à l'échelle du microscope classique (20 à 80  $\mu$ ).

Ces techniques d'ultramicroscopie, comme nous allons essayer de le montrer dans cette note d'information, ouvrent un nouveau domaine d'observation à la pédographie, et établissent aussi de nouvelles relations entre l'observation et les déterminations analytiques.

## 1 - CARACTÉRISTIQUES DES PRINCIPAUX MICROSCOPES ÉLECTRONIQUES (TRICHET 1970)\*

Le microscope classique à optique lumineuse, comme le microscope pétrographique, utilise des rayons lumineux du spectre visible, qui traversent ou sont réfléchis par une préparation transparente (lame mince). Son pouvoir séparateur est de l'ordre de 2 000 Å et son grossissement utile maximum de 1 000.

En remplaçant les rayons lumineux par un faisceau de particules associées à une onde de très courte longueur, on réalise des pouvoirs séparateurs 700 fois supérieurs (3 Å), et on atteint habituellement des grossissements 200 fois supérieurs à ceux du microscope optique (MAGNAN 1961).

\* M. PINTA, Chef du Laboratoire de Spectrographie de l'ORSTOM à Bondy, a relu cette première partie, et nous a fait part de ses remarques. Nous l'en remercions vivement.

Les microscopes électroniques ainsi conçus sont de deux types :

**A - Les microscopes à transmission** (microscopes électroniques classiques) pour lesquels le faisceau d'électrons accélérés traverse la préparation et forme lui-même l'image de l'objet. Les forts grossissements de l'image sont obtenus en faisant dévier le trajet du faisceau électronique par des lentilles électrostatiques ou électromagnétiques. Le contraste est assuré par un diaphragme de contraste, qui arrête d'une façon sélective une partie des électrons diffusés par les atomes lourds de la préparation.

Un intérêt majeur du microscope électronique classique est de pouvoir obtenir soit une image de l'objet, soit un diagramme de diffraction qui permet l'identification des structures cristallines.

En pédologie, l'emploi des microscopes électroniques à transmission a permis de réaliser des inventaires minéralogiques délicats sur des phases argileuses ou sesquioxides (par exemple : SIEFFERMANN *et al.* 1969, TRICHET 1970, TERCINIER 1972, et plus généralement BEUTELSPACHER *et al.* 1968, GREENLAND *et al.* 1969). Plus particulièrement, l'étude des allophanes a été heureusement poursuivie dans diverses régions grâce à ces microscopes (Par exemple : ALONSO *et al.* 1963, YOSHINAGA *et al.* 1968). Mais une des limites de cet appareil en pédologie est qu'il ne permet que l'étude minéralogique de constituants déjà séparés artificiellement à partir d'un échantillon de sol.

**B - Les microscopes à émission.** Dans ces appareils, on utilise diverses radiations secondaires émises par l'échantillon lui-même, lorsqu'il est soumis à un bombardement par un faisceau électronique. Ces émissions secondaires sont :

- des électrons secondaires, pour les microscopes à balayage
- des rayons X, pour les microsondes.

**1 - LES MICROSCOPES ÉLECTRONIQUES À BALAYAGE** (Scanning Electron Microscopy, (NIXON 1969) « Stéréoscan »), fournissent une image électrique de la surface de l'échantillon, en captant les électrons secondaires émis par l'objet, et en transformant l'énergie de ces électrons en courant électrique. Le faisceau électronique incident balaye une certaine surface de l'échantillon et provoque ces émissions secondaires. L'absence de toute optique électronique entre l'objet et l'enregistreur confère une extraordinaire profondeur de champ, qui atteint ainsi 1 mm pour un grossissement de 100, et 10  $\mu$  pour un grossissement de 10 000.

D'autre part, on obtient rapidement une gamme très étendue de grossissements :  $\times 30$  à  $\times 140\,000$ , ce qui permet de localiser des détails à différentes échelles, et ce qui assure une remarquable continuité des observations de l'échelle macroscopique aux échelles microscopique puis ultramicroscopique. En effet, les échantillons utilisés sont des petits volumes non perturbés ( $1/10$  à  $1/2\text{ cm}^3$ ), dont on examine les surfaces naturelles ou artificielles, après avoir rendu ces surfaces conductrices par une métallisation sous vide.

2 - LES MICROSONDES ÉLECTRONIQUES À RAYONS X (CASTAING 1950, CASTAING *et al.* 1956). L'échantillon soumis à un bombardement par un faisceau électronique émet un spectre X, dont les raies sont caractéristiques des éléments chimiques présents dans l'échantillon. L'analyse de ces rayonnements X par plusieurs spectromètres permet, soit la reconnaissance qualitative de l'élément émetteur, soit une estimation de la teneur de l'élément considéré dans le volume affecté par la microsonde. (GONI 1966, CESCAS *et al.* 1968, SWEATMAN *et al.* 1969).

Les déterminations sont en effet ponctuelles : elles correspondent à des volumes dont les dimensions sont de quelques microns. Certaines microsondes sont équipées d'un dispositif mécanique de balayage automatique, qui permet d'explorer ligne par ligne la surface de l'échantillon sur une aire carrée de  $100$  à  $300$  microns de côté et de fournir ainsi une image de la répartition des éléments chimiques sur cette surface. Il est donc possible d'obtenir avec la microsonde, à partir de la surface polie d'un échantillon non perturbé :

— une détermination qualitative de tous les éléments compris entre le beryllium (Be,  $M = 9$ ) et l'uranium (U,  $M = 238$ ), en particulier C, N, O, F, Na, Mg, Al, Si, P, S, Cl, K, Ca, Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn...

— une image X, représentative des variations de concentration d'un élément donné, sur une plage de  $100$  à  $300\ \mu$  de côté.

— des dosages ponctuels, semi-quantitatifs, alignés suivant un axe traversant la zone étudiée. Ils peuvent être superposés à l'image X du même élément et permettent ainsi de replacer les résultats sur les structures minéralogiques ou les organisations pédologiques ;

— des dosages ponctuels quantitatifs, dans la mesure où l'on peut utiliser des échantillons étalons de référence. L'erreur relative est de l'ordre de  $1\%$  sur des concentrations supérieures à  $5\%$ , mais elle

atteint  $20\%$  sur des traces décelables jusqu'à  $200$  p.p.m. Le pouvoir séparateur est d'environ  $2$  microns ;

— une image électronique, qui rend compte de la différence en masse atomique des éléments contenus dans le volume exploré par la sonde. Ainsi les emplacements des éléments à  $Z$  élevé (par exemple :  $Fe = 26$ ) sont visualisés sous forme d'une plage sombre, alors que des éléments de  $Z$  faible ( $Al = 13$ ,  $Si = 14$ ) apparaissent sous forme de plages plus claires. De même les composés hydratés d'un élément correspondent à des plages plus sombres que les composés déshydratés.

La préparation des échantillons de sol nécessite une imprégnation par des résines suffisamment stables thermiquement pour éviter leur volatilisation sous l'effet du bombardement électronique, et présentant une grande dureté pour réaliser un excellent polissage. Le Vestopal H, préconisé par HILL *et al.* (1969) et VERBEKE (1969) a été successivement remplacé dans différents laboratoires par le Scotchcast n° 3, (INNES *et al.* 1970), le Stratyl, l'Araldite (BARBAROUX *et al.* 1971), puis le Méthacrylate de méthyle (CAYE *et al.* 1970). Après consolidation, on réalise soit des surfaces polies (TAYLOR *et al.* 1965), soit des lames minces (non recouvertes), qui permettent alors de procéder à des examens pétrographiques et à des repérages préalables (JEANSON *et al.* 1972, JEANSON 1972).

Une nouvelle génération d'appareils (JEOL, CAMECA) associe maintenant la microscopie à balayage et la microsonde.

## 2 - UTILISATION EN PÉDOLOGIE DE LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE D'ÉMISSION

### A - Les travaux réalisés avec des microsondes

Les microsondes ont été construites avant les microscopes à balayage (en France en 1956), mais leur utilisation en pédologie n'a débuté qu'en 1964. Deux mises au point (CESCAS *et al.* 1968, HILL *et al.* 1971) rappellent les principales applications à la pédologie effectuées jusqu'en 1970 avec ces appareils. Les premières applications de la microsonde aux sciences de la terre furent d'abord réalisées en France, en pétrographie (CASTAING *et al.* 1950, GONI *et al.* 1964, GONI 1966), aussi bien qu'en pédozoologie (JEANSON 1966). Mais par la suite, elles se développèrent aux USA, en Australie et au Canada. L'ensemble de ces travaux peut être regroupé sous quatre rubriques :

- Pédozoologie expérimentale
- Minéralogie du sol
- Phosphore dans le sol
- Pédogenèse,

qui correspondent sensiblement à l'ordre de développement historique de ces applications de la microsonde à la pédologie.

1 - Pour des travaux de *pédozoologie expérimentale*, Mme JEANSON fut la première en France, à utiliser une microsonde sur des échantillons pédologiques (JEANSON 1966, 1969, 1971, 1972). Un sol artificiel travaillé par des *Lombrics* est imprégné, pour être analysé micromorphologiquement, puis à l'aide d'une microsonde. Ainsi la distribution de certains éléments comme le fer, peut être étudiée en fonction de ces actions biologiques, de la présence de matières organiques, ou des variations du pédoclimat. Des données ont été ainsi obtenues sur certains aspects du processus de microgleyification.

2 - Aux USA, les premiers travaux furent faits en *minéralogie du sol*, par RAUSEL-COLOM *et al.* (1965), qui étudièrent l'altération artificielle de minéraux micacés. Par des dosages alignés traversant la bordure altérée d'une biotite, ils établirent le remplacement du potassium interfoliaire par du calcium. Ensuite, SAWHNEY (1968) montra les modalités de la diffusion du césium dans des vermiculites Ca, tandis que LEROUX *et al.* (1970) confirmèrent que la fixation sélective des ions est modifiée par la variation de l'espace interfoliaire durant ces remplacements. Dans d'autres travaux, SAWHNEY *et al.* (1969) étudièrent l'altération chimique et biologique d'une vermiculite : des traitements acides, ou l'action d'agents biologiques déterminent la formation d'une zone altérée amorphe en bordure des feuillettes ; les images X obtenues illustrent non seulement le remplacement du potassium interfoliaire, mais également le déplacement des cations Fe, Mg, Al en position octaédrique et tétraédrique. En Europe, DELVIGNE *et al.* (1970), ont montré qu'en milieu tropical ivoirien, l'altération d'un plagioclase en kaolinite se réalisait par l'intermédiaire d'une phase amorphe. Ils déterminent à la microsonde les variations du rapport pondéral  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , et établissent que ce rapport diminue suivant l'évolution des gels intermédiaires, jusqu'à l'apparition des premiers cristaux de kaolinite.

3 - Plusieurs études ont concerné, par ailleurs, le *phosphore dans le sol*. Celles de SYERS *et al.* (1967) et CESCAS *et al.* (1970), ont montré dans des sols de Nouvelle Zélande, que le phosphore était soit localisé

dans des inclusions d'apatite, soit distribué uniformément dans les réseaux des feldspaths ou de l'hypersthène. Le phosphore des réseaux est le plus facilement libérable par altération de ces minéraux, alors que celui de l'apatite peut être considéré comme inerte. Pour sa part, NORRISH (1968) utilisa la microsonde pour étudier dans des sols australiens, la composition et l'origine pédologique de certains phosphates de plomb. Enfin plus récemment QUERSHI *et al.* (1969), montrèrent par des images X, quelle pouvait être la distribution du phosphore dans des racines, des concrétions, et des revêtements argileux : ainsi cet élément se trouve fréquemment associé avec le fer dans les concrétions et les revêtements argileux, alors qu'il est lié au calcium dans les racines.

4 - Enfin un quatrième groupe d'applications de la microsonde concerne des problèmes de *pédogenèse* ; ceux-ci sont traités en étudiant à l'échelle microscopique, la distribution réelle des éléments dans des organisations pédologiques. Ainsi TYNER *et al.* (1967) ont les premiers examinés les distributions du fer et du manganèse dans des concrétions et des nodules : dans des concrétions à structure concentrique, les plus fortes concentrations du fer sont dans le noyau, celles du manganèse dans le cortex. Dans les nodules, ces deux éléments sont associés, mais avec des teneurs plus faibles. Les auteurs admettent que les concrétions se formeraient dans les conditions d'une oxydation lente — le fer précipitant avant le manganèse — alors que les nodules correspondraient à des conditions d'oxydation très rapide avec précipitation simultanée de ces deux éléments. Ces travaux sont à rapprocher de ceux de géochimistes : CRONAN *et al.* (1970), BOWSER *et al.* (1970), qui ont analysé à la microsonde les concrétions ferromanganeuses qui se forment dans les Grands Lacs américains.

D'autres auteurs, HILL *et al.* (1969), ont étudié la localisation des sites d'échanges de cations dans des microorganisations pédologiques, comme des revêtements argileux sur la surface d'agrégats. Ils réalisent une véritable expérimentation en saturant les échantillons par CsCl, puis en étudiant sous la microsonde la distribution du Cs adsorbé : la distribution des sites d'échange est hétérogène et fonction de la différenciation pédologique

Avec GILLESPIE *et al.* (1968, 1972) débutent au Canada des études systématiques, au cours desquelles plusieurs constituants ou plusieurs organisations d'un horizon sont successivement analysés à la microsonde, après avoir été identifiés micromorphologiquement. Ainsi l'analyse en place de divers cutanes dans des Brunisols canadiens, permet de constater par exemple :

— Dans un même horizon E ou Bt, la présence de calcium dans les cutanes entourant les feldspaths, et l'absence de cet élément dans les cutanes entourant les quartz. Le calcium proviendrait de l'altération de l'andésine.

— Tous les cutanes analysés contiennent du fer, du titane et du carbone. Certains cutanes sont zonés avec une couche interne composée de fer et de titane et une couche externe comprenant en plus de l'argile. Le fer est apparemment complexé avec des acides organiques dans les cutanes de grain, mais pas dans les nodules sesquioxydiques d'horizon B, qui ne renferment pas non plus de titane. La formation de ces nodules serait donc différente et indépendante de celle des cutanes.

Par ailleurs, plusieurs auteurs européens ont tenté de caractériser des plasmas et de rechercher leur origine, en utilisant des dosages à la microsonde. LAVES *et al.* (1970) ont comparé, dans les sols lessivés « Fahl-erden » de RDA, un plasma matriciel faiblement orienté, à un plasma interstitiel plus orienté (plasma cutanique illuvial). Dans le premier, les éléments Si, Fe, Al, K, Ca, Ti, Mn sont distribués d'une façon désordonnée et les particules minérales sont de plus grande taille que dans le plasma illuvial orienté. Dans ce dernier, les teneurs plus élevées en fer indiqueraient par ailleurs une migration simultanée de l'argile et du fer. Ces profils correspondraient donc pour les auteurs à une migration de plasma, qui serait postérieure et indépendante de la différenciation granulométrique. VEEN *et al.* (1971) ont étudié en Hollande le plasma d'horizon B de podzols de nappe tropicaux du Surinam. En déterminant le rapport  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  sur de très petites surfaces de plasma, ( $25 \times 25 \mu$ ) ils montrent que l'évolution d'un plasma illuvial, qui se traduit par une baisse de biréfringence, correspond à une diminution de ce rapport  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ , c'est-à-dire à une désilication in situ.

De telles méthodes et de tels résultats apparaissent donc particulièrement intéressants pour caractériser aussi bien des évolutions pédogénétiques que des évolutions géochimiques et minéralogiques, et en particulier celles des régions tropicales. Ces sujets commencent à être abordés actuellement par quelques travaux préliminaires, comme ceux de RUTHERFORD (1969) sur une latérite de Guyane, et ceux de BARDOSSY *et al.* (1971) sur différentes bauxites.

## B - Les travaux réalisés avec des microscopes à balayage

L'utilisation des microscopes à balayage, type STEREOSCAN, débuta en 1966. Ces appareils, qui

permettent l'examen en place de la topographie de l'échantillon et ceci dans une très large gamme de grossissements, relayèrent les microscopes électroniques à transmission (technique des répliques), et servirent d'abord à poursuivre un certain nombre de travaux entrepris avec ces microscopes à transmission. En particulier :

— l'étude de l'état de surface des quartz (KRINSLEY *et al.* 1962, SOUTENDAM 1967, MARGOLIS 1968, BLACKWELDER *et al.* 1972),

— l'inventaire morphologique des minéraux argileux et de certains hydroxydes (BEUTELSPACHER *et al.* 1968, RADCZEWSKI *et al.* 1962, GREENLAND *et al.* 1968 et 1969).

Les études concernant les micro-organisations pédologiques ne débutèrent véritablement qu'en 1970.

1 — *L'état de surface des quartz* peut être désormais observé aisément jusqu'à des grossissements atteignant 25 000 (KRINSLEY *et al.* 1969). Les clichés obtenus sont souvent remarquables, mais les formes observées peuvent s'avérer délicates à interpréter (SMALLEY *et al.* 1970). Pour les uns, CAILLEUX *et al.* (1968), BUSSON (1968), certains états de surface correspondent à des types d'usure mécanique ; ainsi serait confirmé le classement déjà proposé par la micromorphoscopie des sables. Pour d'autres (LE RIBAUT 1971-1972), l'utilisation du Stéréoscan, associée à des déterminations chimiques et radiocristallographiques, permet de mettre en évidence la présence d'une pellicule de silice amorphe à la surface des quartz, et de définir le comportement de cette pellicule en fonction de différents milieux évolutifs. Il semble en effet que l'on puisse distinguer avec MARGOLIS (1968) des états de surface dus à des actions soit mécaniques soit chimiques, et admettre que cette « phénomorphie » (LE RIBAUT 1971) se surimpose à des caractères « géomorphes » directement hérités de la genèse du quartz (DEICHA *et al.* 1971, LOFOLI 1971, HUBSCHMAN *et al.* 1972). Des observations réalisées sur des quartz de milieux tropicaux (DOORNKAMP *et al.* 1971, LENEUF 1972) illustrent bien cette manière de voir, et fournissent de nouveaux critères de description. Enfin d'autres observations concernant aussi le milieu tropical, ont récemment montré à l'aide du Stéréoscan, la néogénèse du quartz dans les marais côtiers de la Nouvelle Calédonie (BALTZER *et al.* 1971).

2 — *L'inventaire morphologique des principaux minéraux argileux* présents dans les sols, a été réalisé en 1969 par BORST *et al.*, à partir d'échantillons minéra-

logiques de référence, photographiés au microscope à balayage. Ainsi se trouvent catalogués les formes, dimensions et habitus des principaux minéraux argileux qui peuvent alors être identifiés, dans de nombreux cas, plus facilement au Stéréoscan sur un échantillon naturel, qu'au microscope à transmission sur une préparation. Par ailleurs, un inventaire des cristallisations secondaires dans les sols (notamment les accumulations salines en milieu aride) est en cours d'établissement à l'Université de Gand (Belgique) (ESWARAN, 1971, SEHGAL *et al.* 1972). Dans d'autres travaux, comme ceux d'ODIN (1971) sur la glauconie, ce sont les relations entre la microstructure et les propriétés cristallographiques, qui ont été recherchées. Enfin, en 1972, SEDDOH et ROBERT ont également montré l'intérêt de l'utilisation du microscope électronique à balayage pour l'étude des micas, en comparant leur évolution expérimentale à celle qu'ils présentent dans le milieu naturel.

3 — *L'observation des microorganisations pédologiques.* Les microscopes à balayage permettent non seulement la recherche sinon l'identification rapide de certains constituants en place (ESWARAN *et al.* 1971, CHEVERRY *et al.* 1972), mais également l'observation directe à très fort grossissement des modes d'arrangement des constituants. GILLOT, en 1969 ainsi que MOON en 1972, utilisèrent ces appareils en pétrographie sédimentaire. Leur application à l'étude des microstructures pédologiques fut simultanée en Europe (STOOPS *et al.* 1970) et en Amérique du Nord. (CESCAS *et al.* 1970, LYNN *et al.* 1970).

STOOPS (1970), étudiant au Stéréoscan des cuirasses du Bas Congo, rattache ces observations ultramicroscopiques à celles réalisées aux autres échelles macro et micro. Il observe des types d'arrangement des plaquettes de kaolinite, et présente les premiers clichés de ferriargilanes et de ferranes tropicaux, ces derniers étant composés de cristaux ellipsoïdaux de goethite, orientés perpendiculairement aux parois. ESWARAN (1971) définit — comme LYNN *et al.* (1971) — des types d'arrangement (« fabric ») de plusieurs horizons diagnostiques et de quelques traits pédologiques. Il présente par ailleurs dans une étude sur des sols tropicaux dérivés de basalte (ESWARAN *et al.* 1971), d'intéressantes observations ayant trait à la transformation de feldspaths en halloysite ou en kaolinite, à des néoformations de quartz et de gibbsite, à la présence de fer soit sous forme de goethite, soit sous forme de globules amorphes.

Un inventaire des types d'arrangement pédologique à l'échelle ultramicroscopique est donc en cours d'établissement, en même temps que se poursuit avec

ces microscopes à balayage, l'identification des constituants primaires et secondaires présents dans les sols.

### 3. EXEMPLE D'UTILISATION DE LA MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE : COMPOSITION ET MICROSTRUCTURE DE FERRIARGILANES TROPICAUX

Le microscope à balayage et la microsonde\* ont été utilisés sur plusieurs échantillons tropicaux, qui présentaient des accumulations illuviales discontinues de fer et d'argile (ferriargilanes). Les données qui ont été obtenues — si elles ne permettent pas d'aboutir à de nouvelles conclusions sur l'origine et le rôle de ces formations — peuvent néanmoins être présentées, à titre d'exemple, pour illustrer l'apport et la complémentarité que présentent ces techniques nouvelles, par rapport aux autres données habituelles de pédographie et d'analyse.

Ces ferriargilanes tropicaux occupent divers types de cavités pédologiques, mais on les observe fréquemment dans les vides des accumulations ferrugineuses, soit continues (cuirasses), soit discontinues (nodules et concrétions). Il apparaît donc intéressant de savoir s'il existe ou non une relation entre ces accumulations d'argile et de fer, et les phénomènes de concrétionnement et de cuirassement. D'autre part, ces ferriargilanes présentent souvent une zonation : dans leur zone interne dominant les composés du fer, dans leur zone externe l'argile. La signification de cette zonation n'est pas encore claire, et l'on ne peut décider s'il s'agit de dépôts successifs de mélanges ayant un rapport fer/argile différent ou bien d'une différenciation s'exerçant à partir d'un seul dépôt d'un mélange homogène de fer et d'argile. Examinons donc comment, sur ces deux questions, les techniques de microscopie électronique permettent de dépasser les connaissances précédemment acquises par les seules observations et analyses macro et micromorphologiques.

#### A - Principales données méga et macroscopiques

Ces ferriargilanes sont généralement identifiables macroscopiquement. Divers types ont été distingués

\* Ces travaux ont pu être réalisés :

- A l'Université de Dijon pour la microscopie à balayage, avec le concours de MM. LENEUF et BERT.
- A l'Université de Paris VI<sup>e</sup> pour la microsonde, avec le concours de MM. WELD et HENRY.
- Au BRGM, la Source Orléans, pour la microsonde, avec le concours de MM. GONI, PIERROT, JOAN et GIRAUD, auxquels nous tenons à exprimer toute notre gratitude.

*Microscopie optique de différents ferriargilanes*

I.1 - *Ferriargilanes zonés* dans l'horizon d'argile tachetée (« réti-chron ») d'un sol ferrallitique centrafricain (CHATELIN. BCV 1 154).

LN × 100

I.2 - *Détail d'un ferriargilane zoné* cliché précédent (I.1). On distingue dans ce ferriargilane :

- une zone externe, argileuse gris clair.
- une zone interne, litée, à hydroxydes, gris foncé.

LN × 400

I.3 - *Ferriargilane zoné* dans un nodule en formation : sol lessivé hydromorphe du Tchad (MD. 6-1). La zone interne (noire) à hydroxydes du ferriargilane est en relation avec la cimentation du squelette quartzueux par les hydroxydes.

LN × 100

I.4 - *Ferriargilane zoné* dans la partie moyenne hydromorphe d'un sol lessivé du Tchad (MO. 9-1).

Le vide central apparaît gris foncé. La zone externe (blanche) du ferriargilane est séparée de la zone interne (noire) par une fissure (partie supérieure du cliché).

LP × 400

I.5 - *Ferriargilane avec répétition de la zonation*, dans un sol lessivé hydromorphe du Tchad (MD. 6-2). Il y a répétition des zones noires à hydroxydes et des zones claires argileuses.

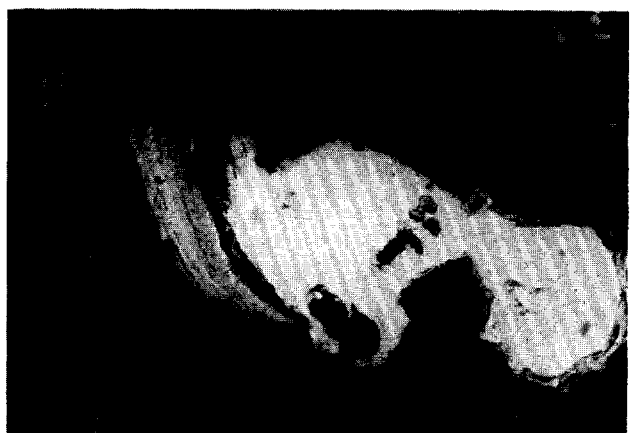
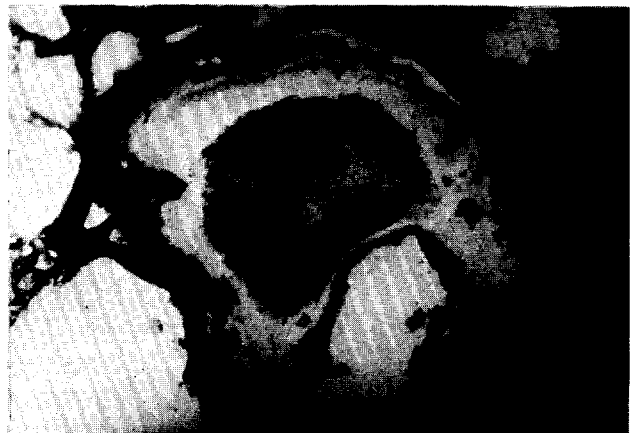
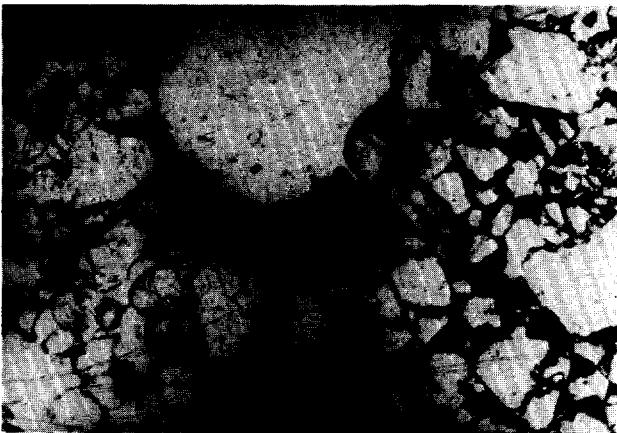
LN × 400

I.6 - *Ferriargilane avec répétition de la zonation*, dans un sol ferrallitique centrafricain. (CHATELIN. BCV 1 155).

Vers la gauche, la zone la plus externe (noire) est composée d'hydroxydes. Il manque vraisemblablement une zone argileuse, dont on observe la présence vers la droite du cliché.

LN × 400





*Microscopie électronique à balayage de ferriargilane dans un nodule sesquioxydique* (Echantillon : MO. 160 Tchad)

II.1 - *Vue d'ensemble* : Revêtement de ferriargilane sur un quartz, qui apparaît au centre (de coloration foncée).

× 420

II.2 - *Détail de l'encadré a* : Zone externe du ferriargilane, composée de revêtements argileux (argilanes) lités, orientés parallèlement à la surface du quartz, et présentant une surface lisse ondulée.

× 4 200

II.4 - *Détail de l'encadré b* : Zone interne du ferriargilane, correspondant à des lamelles orientées parallèlement à la surface du quartz, et composées de globules de fer amorphe (ferranes).

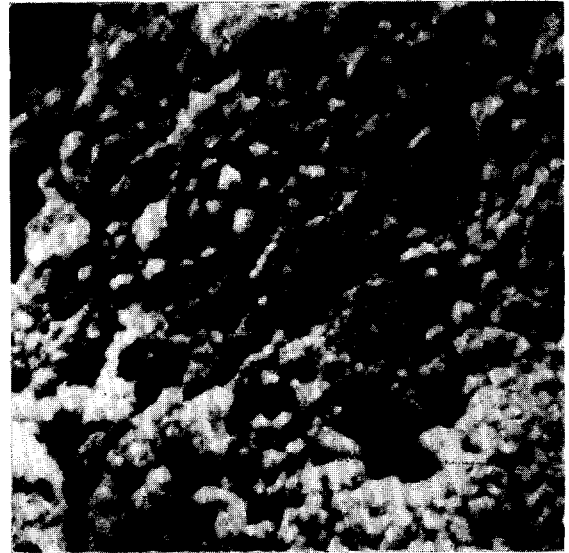
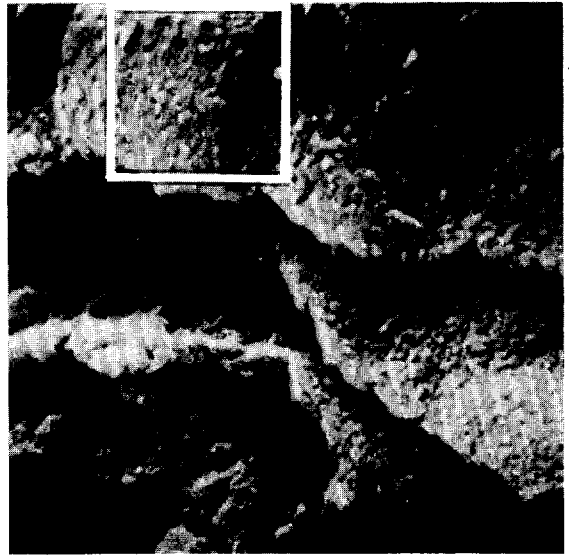
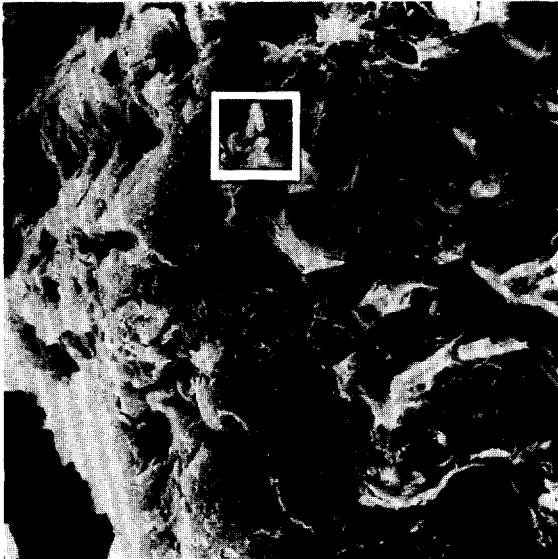
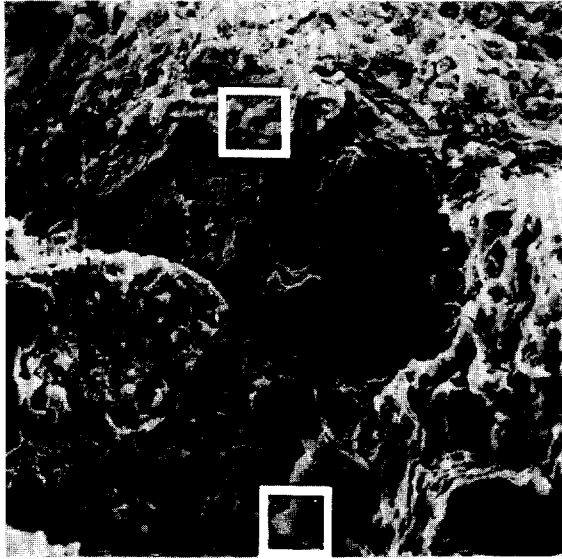
× 8 400

II.3 - *Détail de l'encadré a'* : L'argilane est lui-même composé d'un empilement de plaquettes de kaolinite.

× 24 000

II.5 - *Détail de l'encadré b'* : Surface du ferrane avec les globules de fer amorphe. Comparer ces globules à ceux obtenus expérimentalement (III.5).

× 22 000



*Microscopie électronique à balayage de différentes accumulations de fer à la surface d'un quartz (Echantillon : MO. 160 Tchad)*

III.1 - *Vue d'ensemble :*

Quartz entouré de ferriargilane (cf. II.1).

Cristallisations à la surface du quartz :

a - aspect spongieux

b - en glomérules.

× 840

III.2 - *Détail de l'encadré a :*

Aspect spongieux pouvant correspondre à certaines formes cristallines d'hématite (cf. III.3).

× 4 200

III.4 - *Détail de l'encadré b :*

Sur la surface (noire) du quartz, présence de glomérules composés de cristaux ellipsoïdaux de goéthite. Ces glomérules sont 10 fois plus grands que les globules de fer amorphe (situés en bas et à droite de la photographie).

× 4 200

*Microscopie électronique à balayage de composés du fer préparés expérimentalement (Echantillons NALOVIC).*

III.3 - *Hématite cristallisée :*

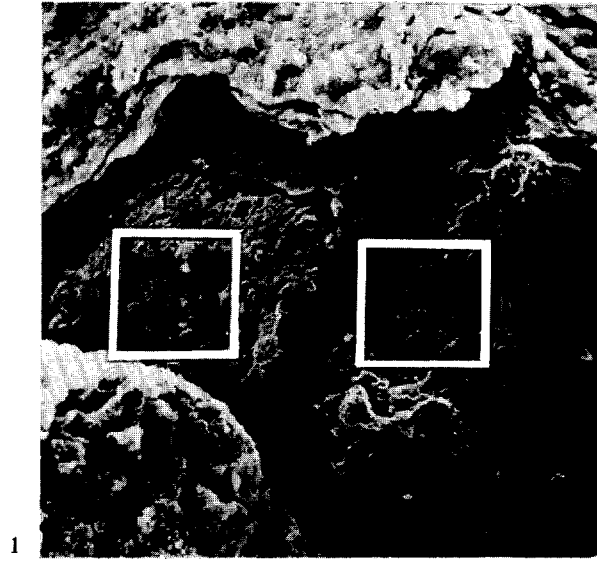
(Détermination aux rayons X). Cette hématite est obtenue par lessivage d'hydroxydes de fer artificiels.

× 9 200

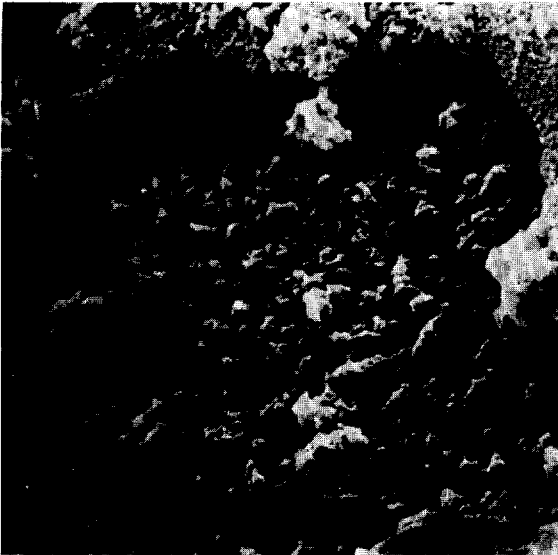
III.5 - *Fer hydraté amorphe en globules :*

Comparer aux globules naturels de la photo : II.5.

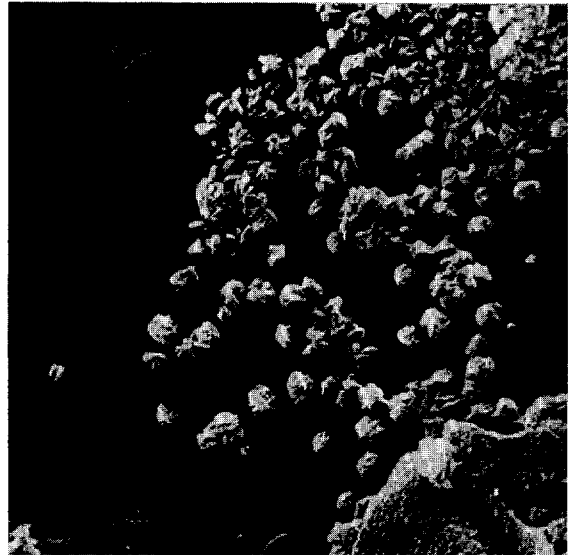
× 18 000



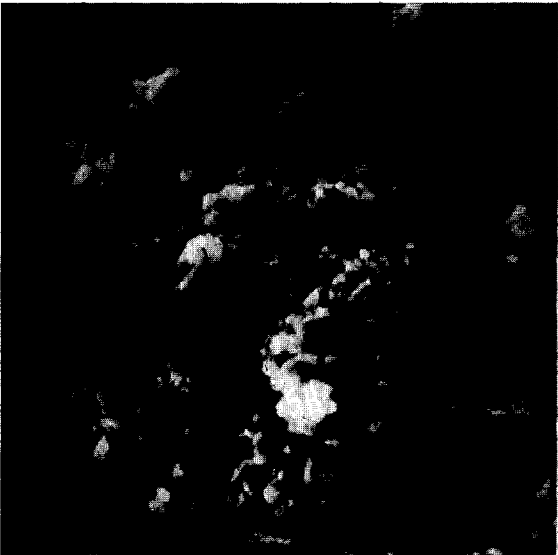
1



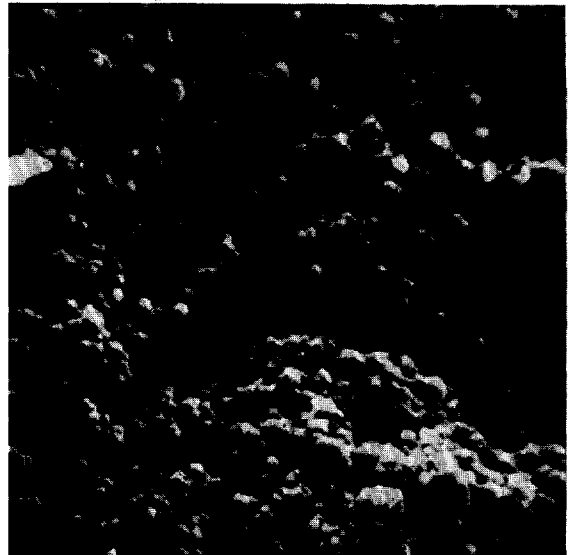
2



4



3



5

d'après leur couleur, leur aspect de surface et leur composition globale obtenue par analyse de micro-prélèvements. Ainsi peut-on mettre en évidence dans des profils ou des toposéquences, une distribution verticale et latérale de plusieurs types de cutanes en fonction des conditions d'engorgement (BOCQUIER 1971, BRABANT 1972). La séquence suivante a été plusieurs fois observée :

— Cutanes rouges, homogènes, composés d'un mélange de fer et d'argile, localisés dans les horizons supérieurs et à l'amont, en milieu non engorgé.

— Cutanes rouge et jaune zonés, où le fer et l'argile apparaissent séparés ; ils se localisent dans les horizons et les situations intermédiaires, en milieu temporairement engorgé. C'est précisément le milieu des accumulations d'hydroxydes (nodules, cuirasses).

— Cutanes jaunes (brun), homogènes, principalement argileux ou argilo-humiques, dans les horizons inférieurs et aval, en milieu plus longuement affecté par l'hydromorphie.

Cette distribution, à l'échelle du profil et du paysage, suggère de relier à une hydromorphie croissante la ségrégation du fer et de l'argile, alors que ces deux constituants migrent conjointement en milieu non engorgé.

## B. - Principales données microscopiques

L'examen pétrographique ne permet pas d'aboutir généralement à l'identification précise des constituants de ces ferriargilanes. La composition de ceux-ci est néanmoins différente de celle du fond matriciel dans lequel ils se situent. L'analyse micromorphologique permet toutefois de montrer :

— *l'origine illuviale de ces cutanes*, par la nature de leur contact avec le fond matriciel, par l'orientation des constituants argileux parallèle à la surface de dépôt (photos I.2 et I.6), et par leur composition différente de celle du fond matriciel voisin ;

— *un ordre constant de zonation* dans les cutanes zonés : les composés du fer sont en position interne<sup>s</sup> l'argile est la plus proche du vide (photos I.1, I.2, I.4) ;

Cette succession ordonnée se répète quelquefois, mais de telles répétitions sont assez rares (photos I.5 et I.6.) Par ailleurs, une fissuration peut exister entre les zones internes (fer) et externes (argile) du ferriargilane, mais cette fissuration est secondaire : elle ne signifie donc pas une discontinuité dans le dépôt

(photo I.2). En revanche on observe parfois la présence d'un lit de fin squelette entre les deux zones du ferriargilane, qui pourraient alors correspondre à des dépôts successifs.

Enfin on a relevé dans certains cas une zonation apparemment inverse, avec le fer en position externe. Mais on montre (photo I.6) que cette disposition correspondrait à la disparition d'une zone argileuse externe, dont on peut retrouver des traces soit dans d'autres parties du ferriargilane, soit dans des ferriargilanes voisins.

— *des relations chronologiques* entre le dépôt de ferriargilanes et la formation de nodules d'hydroxydes. Dans le cas de certaines nodules, on a pu mettre en évidence que l'accumulation des hydroxydes était postérieure à la mise en place des ferriargilanes (photo I.3) (BOCQUIER 1971). Néanmoins il est incontestable que la nodulation puisse être antérieure au dépôt de certains ferriargilanes, comme on peut l'observer fréquemment — aussi bien en milieu ferrallitique que tropical contrasté — avec les cutanes localisés à la périphérie ou dans les fissures des nodules ou des cuirasses.

La microscopie optique a donc permis de montrer principalement la nature illuviale de ces cutanes. Elle souligne de plus l'intérêt particulier que peuvent présenter les ferriargilanes zonés pour poursuivre l'étude de la composition et de l'organisation interne de ces cutanes.

## C - Les données de la microscopie à balayage

Les observations réalisées concernent précisément des ferriargilanes zonés déposés au contact de quartz, et situés dans des nodules ferrugineux de sols tropicaux lessivés (échantillons MO. 160. Tchad - Planches II et III).

En assurant la continuité et la localisation des observations pour une gamme de grossissements allant de  $\times 420$  à  $\times 24\,000$ , on précise de la manière suivante la microstructure et la composition de ces formations illuviales :

1 — *Microstructure*. Les deux zones des ferriargilanes se distinguent clairement (Photos II.1, 2, 4) :

la zone externe (ici supérieure) est composée d'une succession de fins revêtements argileux lités, orientés parallèlement à la surface du quartz et présentant une surface lisse et ondulée (Photo II.2).

. la zone interne (ici inférieure, immédiatement au-dessus du quartz) est formée de plusieurs lamelles plus épaisses, également parallèles à la surface du quartz, mais composées principalement de fins globules ( $0,2 \mu$  environ) (Photo II.4).

2 — *Composition*. En augmentant considérablement les grossissements (jusqu'à  $\times 24\,000$ ) sur chacune de ces deux zones (Photos II.2, 3, 4, 5), on identifie :

. des structures cristallines phylliteuses, dans la zone externe (Photo II.3). Leurs forme, dimension et type d'empilement permettent de déterminer des minéraux argileux du type de la kaolinite (BORST *et al.* 1969, STOOPS 1970, ESWARAN *et al.* 1971). Une diffractométrie sur un micro-prélèvement a confirmé cette détermination.

. un état amorphe globulaire du fer hydraté dans la zone interne (Photo II.5). Ces globules de fer réellement amorphe ont déjà été signalées par ESWARAN *et al.* (1971). Des préparations expérimentales de fer hydraté réalisées en milieu acide et lessivé (NALOVIC 1971, NALOVIC *et al.* 1972), et dont l'état amorphe est vérifié par diffractométrie, présentent le même aspect sous le microscope à balayage (Photo III.5).

De plus, l'observation de cet échantillon a permis de déceler et d'identifier en partie, des cristallisations d'hydroxydes à la surface du quartz (Photo III.1). Ces accumulations de fer avaient échappé à l'examen pétrographique et diffractométrique, du fait de leur faible dimension ( $1 \mu$ ) et de leur dispersion. Ce sont :

— des cristallisations en amas spongieux (Photo III.2), qui pourraient morphologiquement correspondre à certaines formes cristallisées d'hématite, obtenues expérimentalement (Photo III.3). Mais aucune certitude ne peut être acquise actuellement pour cette détermination.

— des glomérules de l'ordre d'un micron (non visibles au microscope optique), et qui sont composés de cristaux ellipsoïdaux enchevêtrés de goethite. Des clichés à plus fort grossissement ( $\times 12\,000$ ) ont confirmé les caractères d'identification de ce minéral (STOOPS 1970).

Trois formes de composés du fer coexistent donc sur une surface de  $50 \mu$  de côté. Si la forme amorphe caractéristique de ces ferriargilanes est très largement dominante, deux autres formes cristallines sont néanmoins présentes et peuvent témoigner, soit de conditions différentes d'accumulation du fer à partir d'ions

ou bien de particules, soit d'une évolution possible des formes amorphes, comme le suggérerait la photo III.2.

Ainsi un examen au microscope à balayage d'un échantillon non perturbé peut permettre de recueillir, aisément et rapidement, des informations nombreuses tant sur la nature que sur l'arrangement des constituants dans le milieu naturel. Cet exemple — comme celui présenté par CHEVERRY *et al.* (1972) — montre également que de tels examens peuvent révéler la présence de constituants, qui échappaient aux déterminations analytiques habituelles.

## D - Les données obtenues à la microsonde

Les échantillons soumis à la microsonde sont des nodules de sols tropicaux lessivés (MO. 160 Tchad), des concrétions de solonetz solodisés (MF. 235 Tchad), et des nodules de sol ferrallitique (VAL. 1 Cameroun). Les données obtenues sont des images de distribution et des courbes de traversées.

1 — *Les images de distribution*. Elles sont réalisées par le balayage d'une surface de  $100$  à  $300 \mu$  de côté, préalablement choisie au microscope pétrographique. On obtient par exemple pour l'échantillon VAL. 1 Cameroun :

— *une image électronique* (Photo IV.1). Proche d'une image optique, elle montre d'abord la localisation du ferriargilane dans le fond matriciel du nodule ; elle met également en évidence sa zonation en une partie claire, externe, proche du vide central, et une partie foncée au contact de la masse nodulaire. L'image électronique renforce le contraste entre ces deux zones du ferriargilane, et indique alors que les constituants de la zone interne ont une masse atomique supérieure à ceux de la zone externe.

— *Des images X*, qui fournissent, pour un même emplacement, les répartitions de trois éléments choisis : Si, Al, Fe (Photos IV.2, 3, 4 : sur ces photos, plus la concentration en un élément est élevée, plus la surface apparaît claire).

L'image de la répartition de Si (Photo IV.2) montre ainsi — outre la présence d'un quartz, à droite — que la silice est la plus abondante dans la zone externe du ferriargilane, et qu'elle devient absente dans la zone interne. Comme cette variation de la silice est sensiblement parallèle à celle de l'aluminium (Photo IV.3), on en déduit qu'un aluminosilicate (ici l'argile kaoli-

## PLANCHE IV

*Microsonde : Images de distribution d'un ferriargilane dans un nodule sesquioxydique (Echantillon : VAL. 1 Cameroun).*

Dimension des images :  $300 \times 300 \mu$

IV.1 - Image électronique :

A partir du vide central, on distingue les deux zones du ferriargilane, puis la masse nodulaire avec un quartz et des vides.

IV.2 - Image X : Si

A droite un quartz (zone blanche), puisque Al et Fe sont absents de cette plage. La silice est la plus abondante dans la zone externe du ferriargilane. Elle est absente dans la zone interne.

IV.3 - Image X : Al

Al est dosé ici avec plus de sensibilité que Si, mais les deux distributions sont sensiblement analogues. On distingue nettement une concentration croissante depuis la zone externe du ferriargilane jusqu'au vide central. La masse nodulaire environnante contient également des aluminosilicates, mais en proportion moindre que dans la zone externe du ferriargilane.

IV.4 - Image X : Fe

La distribution du fer est remarquablement constante et continue depuis la zone interne du ferriargilane jusque dans la masse nodulaire environnante. En revanche le fer décroît vers le vide central.





1

Image e<sup>+</sup>



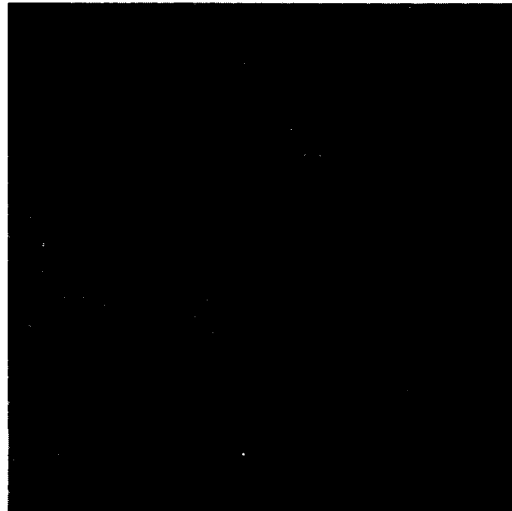
2

Si



3

Al



4

Fe

*Microsonde : Images de distribution d'un ferriargilane à la surface d'une concrétion* (Echantillon : MF.235 Tchad).  
Dimension des images  $200 \times 200 \mu$

V.1 - Schéma tiré de l'image  $e^+$

A partir du vide externe, le ferriargilane, qui recouvre la masse nodulaire, se décompose en deux zones :

- externe plus argileuse,
- interne plus riche en fer, et renfermant quelques petits quartz.

V.2 - Image X : Si

Le ferriargilane, dans son ensemble, est plus riche en Si que la masse nodulaire. Présence de quartz.

V.3 - Image X : Al

Pas de distribution significative de Al, mais les variations sont analogues à celles de Si.

V.4 - Image X : Fe

Le fer diminue sensiblement dans la zone externe en direction du vide. Dans la zone interne, individualisée, les teneurs semblent les mêmes que celles de la masse nodulaire.

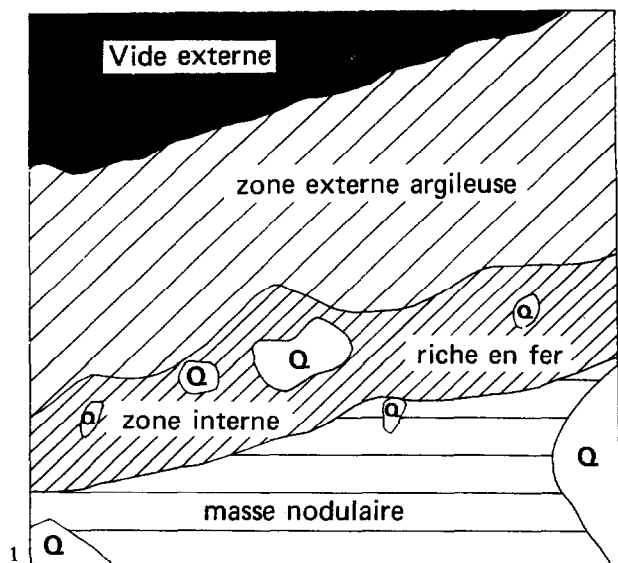
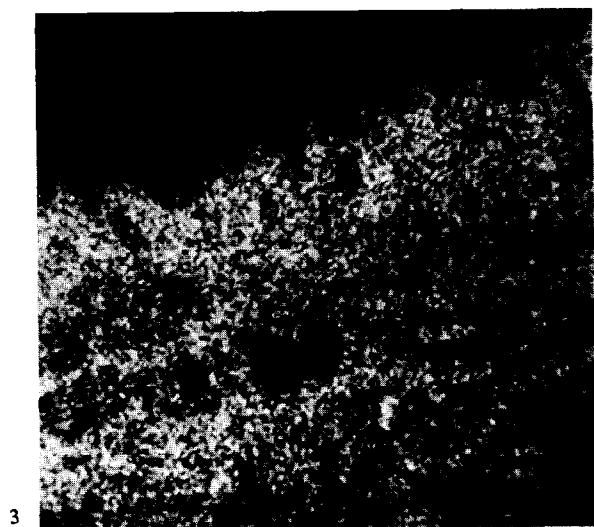


Schéma image e<sup>+</sup>



Si



Al



Fe

nique) est le plus abondant dans la zone externe du ferriargilane et plus particulièrement en bordure du vide central.

L'image de la répartition de Fe (Photo IV.4.) diffère des précédentes. D'une part, la distribution du fer est remarquablement constante et continue de la zone interne du ferriargilane vers la masse nodulaire environnante : il n'y a pas en effet de discontinuité, comme celles suggérées par Si et Al, entre ferriargilane et nodule. D'autre part, dans la zone externe, le fer diminue vers le vide central, à l'inverse de Si et Al.

Des variations analogues de ces trois éléments ont été retrouvées dans d'autres analyses de ferriargilanes à la microsonde. Ainsi l'étude d'un ferriargilane recouvrant la surface externe d'une concrétion (MF. 235 Tchad) met également en évidence (Photos V.1, 2, 3, 4) que la zone externe est la plus argileuse et la moins riche en fer, alors que la zone interne du ferriargilane présente les mêmes concentrations en fer que la masse nodulaire voisine.

De telles distributions d'éléments géochimiques, fournies par ces images X, permettent donc certaines déterminations minéralogiques simples par l'examen de la combinaison des éléments présents. De plus, en précisant des discontinuités et des gradients de concentration, ces images livrent également des données sur la dynamique capable d'assurer de telles distributions d'éléments.

2 — *Les traversées.* Ces dosages ponctuels semi-quantitatifs alignés suivant un axe, recourent des structures déjà étudiées par des images X. Présentés sous forme de courbes, ils permettent de comparer d'une manière plus précise les variations simultanées de plusieurs éléments. Ainsi la planche VI présente l'exemple d'une traversée d'un ferriargilane (échantillon VAL. 1 Cameroun), avec les courbes des dosages de Si, Al et Fe, dont les ordonnées ont été décalées pour faciliter les comparaisons. Ces courbes nous montrent :

— qu'il n'y a pas de variations brusques et importantes de teneurs dans la zone de contact entre le ferriargilane et la masse nodulaire. Le crochet minimum des teneurs en fer au contact inférieur (vers B) correspond à une fissure, et celle-ci est sans doute secondaire puisque les teneurs sont analogues de part et d'autre de ce crochet. On ne relève donc pas de discontinuité géochimique évidente entre le ferriargilane et le nodule.

— que Si et Al ont des variations analogues et concomitantes, qui expriment leur combinaison dans

un alumino-silicate (phylliciteux), alors que les variations de Fe peuvent être opposées.

— que précisément, de part et d'autre du vide central, on distingue dans le ferriargilane :

. une zone externe, où les variations du fer et de l'aluminosilicate sont parallèles.

. une zone interne, où ces variations deviennent en revanche opposées, comme elles le sont toujours dans la masse nodulaire.

La partie la plus interne du ferriargilane présenterait donc le même type de relation entre le fer et l'argile, que celui de la masse nodulaire environnante.

## E - L'interprétation de ces données

Les données obtenues par la microscopie électronique sur ces ferriargilanes permettent donc quelques progrès. Mais ces données sont encore insuffisantes et pourraient être complétées par exemple, par des microdosages de carbone et d'éléments traces.

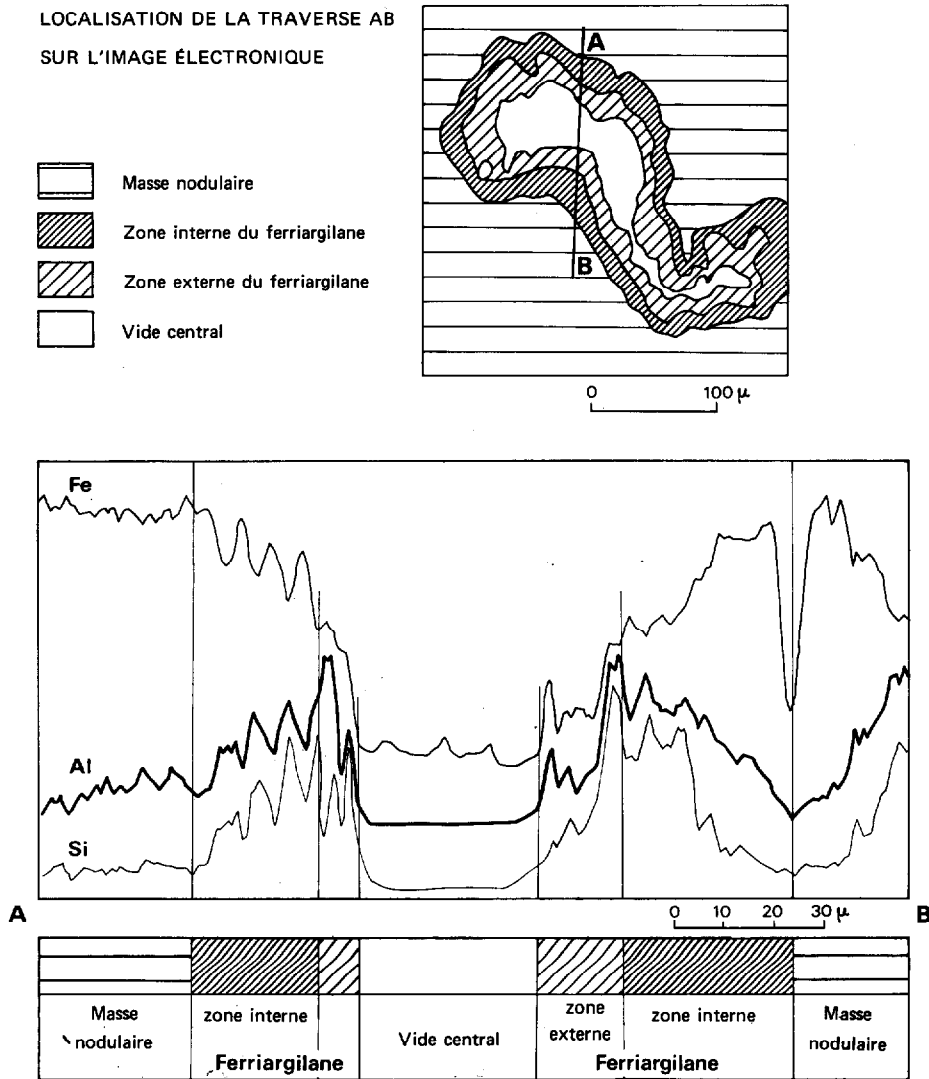
Elles permettent néanmoins de reconnaître dans les cas étudiés, qu'au contact ferriargilane/nodule il y a continuité pour les teneurs en fer et pour le type de relation fer/argile. Que les ferriargilanes soient antérieurs ou postérieurs à l'accumulation de fer intranodulaire, ils participeraient donc — dans les cas étudiés — à cette accumulation.

La zonation des ferriargilanes apparaît alors comme une différenciation in situ plutôt que comme une succession de dépôts. La diminution des teneurs en fer en direction du vide pourrait correspondre à la fois :

— à un gradient granulométrique lors du dépôt continu du fer particulaire et de l'argile.

— et à une déferrification due aux conditions réductrices, lorsque ces horizons sont temporairement engorgés.

On pourrait alors admettre comme le suggèrent certaines observations microscopiques, que la zone externe du ferriargilane, argileuse et déferrifiée, puisse elle-même migrer par la suite, et donner dans les horizons inférieurs ou latéraux voisins ces argilanes déferrifiés qui sont habituellement observés. La zone interne du ferriargilane, principalement ferrugineuse et à l'état hydraté et réellement amorphe, demeurerait sur place sous forme de lamelles successives, telles que nous le montre le Stéréoscan. En revanche les données



obtenues ne nous renseignent en rien sur la diffusion éventuelle du fer vers le centre du nodule.

## CONCLUSION

La mise en œuvre de ces techniques de microscopie électronique en pédologie, implique donc qu'elles soient d'abord reliées très fidèlement aux autres techniques d'observation et d'analyse. Il est désormais possible techniquement, d'assurer ce relais entre les

différentes échelles d'observation, jusqu'à l'ultramicroscopie.

Ainsi intégrées, ces nouvelles techniques s'avèrent remarquables pour leur rapidité d'emploi, pour leur précision, et même indispensables pour la mise en évidence de constituants qui n'existent qu'à l'état ultramicroscopique et dispersé. Elles sont donc appelées à jouer un plus grand rôle aussi bien pour l'identification des constituants, que pour l'étude de leur arrangement, sinon de leur composition et de leur transformation.

*Manuscrit reçu au SCD le 1<sup>er</sup> février 1973*

## BIBLIOGRAPHIE

- ALONSO (J.), BESOAIN (E.), CATALINA (F.), 1963. — Observation de microscopie électronique d'argiles volcaniques du Chili et d'allophanes de la Nouvelle Zélande. *Int. Clay Conf.* Stockholm, vol. I, pp. 167-173.
- BALTZER (F.), LE RIBAUT (L.), 1971. — Néogenèse de quartz dans les bancs sédimentaires d'un delta tropical. Aspect des grains en microscopie électronique et optique. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 273, pp. 1083-1086.
- BARBAROUX (L.), CHAUVEAU (M.), MOREL (Y.), OTTMANN (F.), 1971. — Quelques applications de la lyophilisation à l'étude des sédiments meubles ou en suspension, en lames minces ou au microscope électronique. *Rev. Géogr. phys. Géol. dynam.*, Paris, XIII, 4, pp. 369-378.
- BARDOSSY (G.), PANTO (G.), 1971. — Investigation of bauxites with the help of electron-probe. *Tschermak's Mineral. Petrogr. Mitt.*, Oesterr. 15, 3, pp. 165-184.
- BEUTELSPACHER (H.), VAN DER MAREL (H.W.), 1968. — Atlas of electron microscopy of clay minerals and their admixtures. Elsevier, Amsterdam, London, New York, XII, 333 p.
- BLACKWELDER (P.L.), PILKEY (O.H.), 1972. — Electron microscopy of quartz grain surface textures. The U.S. Eastern Atlantic continental margin. *Journ. sediment. Petrol.*, vol. 42, n° 3, pp. 520-526.
- BOCQUIER (G.), 1971. — Genèse et évolution de deux toposéquences de sols tropicaux du Tchad. Interprétation biogéodynamique. Thèse Sci. Strasbourg, ORSTOM, Paris, 364 p. *multigr.*
- BORST (R.L.), KELLER (W.D.), 1969. — Scanning electron micrographs of API reference clay minerals and other selected samples. *Int. Clay Conf.* Tokyo, vol. I, pp. 871-902.
- BOULET (R.), 1972. — Modalités d'action du lessivage dans les sols tropicaux développés sur arène granitique. (Haute Volta). Etude micromorphologique. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, vol. X, n° 4, pp. 321-341.
- BOWSER (C.J.), CALLENDER (E.), ROSSMANN (R.), 1970. — Electron probe and X Ray studies of fresh water ferromanganese nodules from Wisconsin and Michigan. *Geol. Soc. Amer., Program. Annu. Meet.*, 2, 7, pp. 500-501.
- BRABANT (P.), 1972. — Notice explicative de la carte pédologique de reconnaissance à 1/200 000. Feuille de Rey Bouba. ORSTOM, Yaoundé, 114 p. *multigr.*
- BREWER (R.), 1964. — Fabric and mineral analysis of soils. J. Wiley and Sons, New York, London, Sydney, 470 p.
- BUSSON (G.), 1968. — Les sables mats, émoussés luisants et non usés, observés au microscope électronique à balayage. *Bull. Museum Nat. Hist. Nat.*, 2<sup>e</sup> série, t. 40, pp. 850-856.
- CAILLEUX (A.), SCHNEIDER (H.), 1968. — L'usure des sables vue au microscope électronique à balayage. *Sci., Progr., Nat.*, n° 3 395, pp. 92-94.
- CASTAING (R.), GUINIER (A.), 1950. — Application des sondes électroniques à l'analyse métallographique. *Int. Conf. Electron Microscopy 1.1950.* Delft., pp. 60-63.
- CASTAING (R.), 1960. — Electron probe microanalysis. *Adv. Electron. Electron Phys.*, 13, pp. 317-386.
- CASTAING (R.), DESCHAMPS (P.), PHILIBERT (I.), 1966. — Optique des rayons X et microanalyse. Hermann, Paris, 708 p.
- CAYE (R.), PIERROT (R.), PREVOSTEAU (J.-M.), 1970. — Méthodes de visualisation des milieux poreux en vue de leur analyse quantitative au microscope. *Bull. Soc. Fr. Mineral, Cristallogr.*, 93, pp. 571-578.
- CAYE (R.), PREVOSTEAU (J.M.), RAGOT (J.-P.), 1971. — Exemples d'applications de l'analyseur d'images « Quantimet B ». *Bull. Soc. Fr. Céramique*, 90, pp. 69-76.
- CASCAS (P.M.), TYNER (E.H.), GRAY (L.J.), 1968. — The electron microprobe X ray analyzer and its use in soil investigations. *Adv. Agron.*, 20, pp. 153-198.
- CASCAS (P.M.), TYNER (E.H.), HARMER (R.S.), 1970. — Ferromanganiferous soil concretions : a scanning electron microscope study of their micropores structures. *Soil Sci. Soc. Amer. Proc.*, 34, pp. 641-644.
- CASCAS (P.M.), TYNER (E.H.), SYERS (K.J.), 1970. — Distribution of apatite and other mineral inclusions in a rhyolitic pumice ash and beach from New Zealand : an electron microprobe study. *J. Soil Sci.*, 21, pp. 78-84.

- CHEVERRY (C.), FROMAGET (M.), BOCQUIER (G.), 1972. — Quelques aspects micromorphologiques de la pédogenèse des sols de polders conquis sur le lac Tchad. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, vol. X, n° 4, pp. 373-387.
- CRONAN (D.S.), THOMAS (R.L.), 1970. — Geochemistry of ferromanganese oxyde concretions in lake Ontario. *Geol. Soc. Amer. Program. Annu Meet.*, 2, 7, p. 529.
- DEICHA (G.), SELLA (C.), 1971. — Investigation des cavités intra-granulaires par fractographie électronique à balayage. *C.R. Soc. Géol. Fr.*, fasc. 3, pp. 179-181.
- DELVIGNE (J.), MARTIN (H.), 1970. — Analyse à la microsonde électronique de l'altération d'un plagioclase en kaolinite par l'intermédiaire d'une phase amorphe. *Cah. ORSTOM, sér. Géol.*, II, 2, pp. 259-295.
- DOORNKAMP (J.-C.), KRINSLEY (D.), 1971. — Electron microscopy applied to quartz grains from a tropical environment. *Sedimentology*, vol. 17, n° 1/2, pp. 89-101.
- ESWARAN (H.), 1968. — Point count analysis as applied to soil micromorphology. *Pedologie* (Ghent), 18, 2, pp. 238-252.
- ESWARAN (H.), 1970. — Micromorphological indicators of pedogenesis in some tropical soils derived from basalt from Nicaragua. *Geoderma*, 7, pp. 15-31.
- ESWARAN (H.), 1971. — Morphology of allophane, imogolite and halloysite. *Clay Minerals*, 9, pp. 281-285.
- ESWARAN (H.), 1971. — Electron scanning studies of the fabric of fracture surface. *Soil. Sci. Soc. Amer. Proc.* 35, 5, pp. 787-790.
- ESWARAN (H.), DE CONINCK (F.), 1971. — Clay mineral formations and transformation in basaltic soils in tropical environments. *Pédologie*, (Ghent), 21, 2, pp. 181-210.
- GILLESPIE (J.E.), ELRICK (D.E.), 1968. — Micromorphological characteristics of an Oneida soil profile. *Can. J. Soil. Sci.*, 48, pp. 133-142.
- GILLESPIE (J.E.), PROTZ (R.), 1972. — The micromorphology and electron microprobe analysis of two residual soils one developed on granite the other on marble, in Peterborough country, Ontario. *Can. J. Soil. Sci.*, 52, pp. 79-89.
- GILLOT (J.E.), 1969. — Study of the fabric of fine-grained sediments with the scanning electron microscope. *J. sediment. Petrol.*, 39, pp. 90-105.
- GONI (J.), GUILLEMIN (C.), 1964. — Sur la localisation des éléments en trace dans les minéraux et les roches. *Bull. Soc. Fr. Mineral. Cristallogr.*, 87, pp. 149-156.
- GONI (J.), 1966. — Contribution à l'étude de la localisation et de la distribution des éléments en traces dans les minéraux et les roches granitiques. *Mém. B.R.G.M.*, n° 45, 68 p.
- GREENLAND (D.J.), OADES (J.M.), SHERWIN (T.W.), 1968. — Electron-microscope observation of iron oxydes in some red soils. *J. Soil. Sci.*, 19, 1, pp. 123-125.
- GREENLAND (D.J.), WILKINSON (G.K.), 1969. — Use of electron microscopy of carbon replicas and selective dissolution analysis in the study of the surface morphology of clay particles from soils. *Int. Clay Conf. Tokyo*, vol. I, pp. 861-870.
- HILL (D.E.), SAWNEY (B.L.), 1969. — Electron microprobe analysis of thin sections of soil to observe the loci of cation exchange. *Soil. Sci. Soc. Amer. Proc.*, 33, pp. 531-534.
- HILL (D.E.), SAWNEY (B.L.), 1971. — Electron microprobe analysis of soils. *Soil. Sci.*, 112, 1, pp. 32-38.
- HUBSCHMAN (J.), LE RIBAULT (L.), 1972. — Détermination, par exoscopie des quartz, de l'origine des limons quaternaires dans le Sud-Est du bassin aquitain. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 275, pp. 1477-1480.
- INNES (R.P.), PLUTH (D.J.), 1970. — Thin section preparation using an epoxy impregnation for petrographic and electron microprobe analysis. *Soil. Sci. Soc. Amer. Proc.*, 34, pp. 483-485.
- JEANSON (C.), 1966. — Essai de Pédologie expérimentale : Morphologie d'un sol artificiel structuré par les lombricidés. *Mém. Mus. Hist. Nat.*, A, XLVI, 3, pp. 209-357.
- JEANSON (C.), 1969. — Répartition du fer dans un sol artificiel. Etude à la microsonde électronique. III Internat. Working Meeting on soil micromorphology. *Zeszyty problemowe postepow nauk rolniczych*. pp. 154-156.
- JEANSON (C.), 1971. — Nouvelles données microscopiques sur la contribution de la faune à l'élaboration de la structure du sol. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 272, pp. 422-424.
- JEANSON (C.), 1972. — Etude microscopique de dépôts de fer, de manganèse et de calcium dans un sol expérimental ; leur association avec des microorganismes. *Rev. Ecol. Biol. Sol.*, t. IX, 3, pp. 479-489.
- JEANSON (C.), 1972. — Le sol au microscope. *Sci. Progr. Découverte*, 3, 444, pp. 28-34.
- JEANSON (C.), VERBEKE (R.), 1972. — Nouvelles bases de consolidation de matériaux friables et de sols. Répercussion sur la fabrication de lames minces. *Rev. Ecol. Biol. Sol.* (à paraître).
- JONGERIUS (A.), SCHOONDEROEK (D.), JAGER (A.), KOWALINSKI (ST.), 1972. — Electro-optical soil porosity investigation by means of Quantimet-B equipment. *Geoderma*, vol. 7, n° 3-4, pp. 177-198.
- KRINSLEY (D.), TAKAHASHI (T.), 1962. — Surface textures of sand grains ; an application of electron microscopy. *Science*, 135, pp. 923-925.
- KRINSLEY (D.), MARGOLIS (S.V.), 1969. — A study of quartz sand grain surface textures with the scanning electron microscope. *Trans. New York Acad. Sci.*, II, vol. 31, n° 5, pp. 457-477.
- KUBIENA (W.L.), 1967. — Die Mikromorphometrische Bodenanalyse. *F. Enke Verlag*, Stuttgart, 196 p.
- LAVES (D.), BERGNER (D.), 1970. — Die anwendung der Elektronenstrahlmikroanalyse der Bodenkunde. *Albrecht-Thaer Arch.*, 14, 11, pp. 913, 923.
- LENEUF (N.), 1972. — Aspects microscopiques de la surface de grains de quartz du continental terminal de Côte d'Ivoire. *Cah. ORSTOM, sér. Géol.*, vol. IV, n° 1, pp. 53-65.
- LE RIBAULT (L.), 1971. — Présence d'une pellicule de silice amorphe à la surface de cristaux de quartz des formations sableuses. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 272, pp. 1933-1936.
- LE RIBAULT (L.), 1971. — Comportement de la pellicule de silice amorphe sur les cristaux de quartz en fonction de différents milieux évolutifs. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 272, pp. 2649-2652.
- LE RIBAULT (L.), 1972. — La mémoire des grains de sable. *La Recherche*, n° 28, pp. 985-987.
- LEROUX (J.), RICH (C.I.), RIBBE (P.H.), 1970. — Ion selectivity by weathered micas as determined by electron microprobe analysis. *Clays and Clay Miner.*, vol. 18, n° 6, pp. 333-338.
- LOFOLI (P.), 1971. — Fractographie électronique de grains de sable. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 273, pp. 462-465.

- LYNN (W.C.), GROSSMAN (R.B.), 1970. — Observations of certain soil fabrics with the scanning electron microscope. *Soil. Sci. Soc. Amer. Proc.*, 34, pp. 645-648.
- MAGNAN (Cl.), 1961. — Traité de microscopie électronique. Hermann, Paris, 2 vol. 1318 p.
- MARGOLIS (S.V.), 1968. — Scanning electron microscopy : an improved method for examining quartz grain surfaces textures. *Geol. Soc. Amer. Abstr. with Programs*, p. 189.
- MARGOLIS (S.V.), 1968. — Electron microscopy of chemical solution and mechanical abrasion features of quartz sand grains. *Sediment. Geology*, 2, pp. 243-256.
- MOON (C.F.), 1972. — The microstructure of clay sediments. *Earth Sci. Rev.*, vol. 8, n° 3, pp. 303-321.
- NALOVIC (Lj.), 1971. — Comportement du fer en présence des éléments de transition dans la nature. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 273, sér. D, pp. 1664-1667.
- NALOVIC (Lj.), HUMBEL (F.X.), 1971. — Contribution à l'étude de la localisation des différentes formes de composés du fer au sein de quelques sols du Cameroun. *Cah. ORSTOM, sér. Pédol.*, IX, pp. 271-306.
- NALOVIC (Lj.), PINTA (M.), 1972. — Comportement du fer en présence des éléments de transition. Etude expérimentale : précipitation, déshydratation, dissolution. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 271, sér. D, pp. 628-631.
- NALOVIC (Lj.), PINTA (M.), 1972. — Comportement du fer en présence des éléments de transition. Etude expérimentale : lessivage des hydroxydes hydratés par de l'eau, à l'air libre. *C.R. Acad. Sc.*, Paris, t. 275, sér. D, pp. 153-156.
- NIXON (W.C.), 1969. — Scanning electron microscopy. *Contempor. Phys.*, 10, 1, pp. 71-96.
- NORRISH (K.), 1968. — Some phosphate minerals of soils. *Int. Congr. Soil. Sci.* 9, 1968, Adelaïde, 4, pp. 713-723.
- ODIN (G.S.), 1971. — Recherches sur la glauconie à l'aide du microscope électronique à balayage ; relations entre propriétés cristallochimiques et structure fine. *Rev. Géogr. phys. Géol. dynam.*, Paris, XIII, 4, pp. 379-382.
- PREVOSTEAU (J.M.), RAGOT (J.P.), 1970. — Possibilités d'utilisation du microscope téléviseur quantitatif pour l'étude de la texture et de la granulométrie des minerais. *Rev. Industr. mineral.*, pp. 1-6.
- QUERSHI (R.H.), JENKINS (D.A.), DAVIS (R.T.), REES (J.A.), 1969. — Application of micropobe analysis to the study of phosphorus in soils. *Nature*, 221, pp. 1142-1143.
- RADCZEWSKI (O.E.), SCHNEIDERHOHN (P.), 1962. — Elektronenmikroskopische untersuchung von Nadeleiseneroïden in pulverpräparaten und dünnschnitten. *Beitr. Mineral. u. Petrogr.*, 8, pp. 349-353.
- RAUSEL-COLOM (J.A.), SWEATMAN (T.R.), WELLS (C.B.), NORRISH (K.), 1965. — Studies in the artificial weathering of mica. In « Experimental Pedology ». Hallsworth E.G. and Crawford D.V. ed. Butterworths, London, pp. 40-72.
- RUTHERFORD (G.K.), 1969. — Initial study of the genesis of a laterite from Guyana using micromorphology and the electron microprobe. III *Intern. Working Meeting soil micromorphology*. Wrocław.
- SAWHNEY (B.L.), 1968. — Cesium uptake by vermiculite flakes: electron microprobe and X-ray diffraction analyses. *Abs. 17th. An Clay Miner. Conf.* Bloomington, Indiana, pp. 22-23.
- SAWHNEY (B.L.), VOIGT (G.K.), 1969. — Chemical and biological weathering in vermiculite from Transvaal. *Soil. Sci. Soc. Amer. Proc.*, 33, pp. 625-629.
- SEHGAL (J.L.), STOOPS (G.), 1972. — Pedogenic calcite accumulation in arid and semi-arid regions of the Indo-gangetic alluvial plain of Erstwhile Punjab (India). Their morphology and origin. *Geoderma*, 8, pp. 59-72.
- SIEFFERMANN (G.), MILLOT (G.), 1969. — Equatorial and tropical weathering of recent basalts from Cameroon : allophanes, halloysite, metahalloysite, kaolinite and gibbsite. *Int. Clay Conf.* Tokyo, vol. 1, pp. 417-430.
- SMALLEY (I.J.), CABRERA (J.G.), 1970. — The shape and surface texture of loess particles. *Geol. Soc. Amer. Bull.*, 81, pp. 1591-1596.
- SOUTENDAM (C.J.A.), 1967. — Some methods to study surface textures of sand grains. *Sedimentology*, 8, pp. 281-290.
- STOOPS (G.), 1967. — Le profil d'altération au Bas-Congo (Kinshasa). *Pedologie* (Ghent), 17, 1, pp. 60-105.
- STOOPS (G.), 1970. — Scanning electron microscopy applied to the micromorphological study of a laterite. *Pedologie* (Ghent), XX, 2, pp. 268-280.
- STOOPS (G.), DE METS (M.), 1970. — Scanning electronenmikroskopie toegepast in de Bodemmikromorfologie. *Natuurwet. Tijdschr.* (Ghent), 52, 1-2, pp. 10-16.
- STOOPS (G.), MATHIEU (Cl.), 1970. — Aspects micromorphologiques des argiles à silex de Thiérache. *Science du Sol*, n° 2, pp. 103-116.
- SWEATMANN (T.R.), LONG (J.V.P.), 1969. — Quantitative electron-probe microanalysis of rockforming minerals. *J. Petrology*, 10, pp. 332-379.
- SYERS (J.K.), WILLIAMS (J.D.), CAMPBELL (A.S.), WALKER (T.W.), 1967. — The significance of apatite inclusions in soil phosphorus studies. *Soil. Sci. Soc. Amer. Proc.*, 31, pp. 752-756.
- TAYLOR (C.M.), RADTKE (A.S.), 1965. — Preparation and polishing of ores and mill products for microscope examination and electron microprobe analysis. *Econ. Geol.*, 60, pp. 1306-1319.
- TERCINIER (G.), 1972. — Les sols bauxitiques de karst des atolls surélevés du Pacifique. *Science du Sol*, 1, pp. 103-122.
- TRICHET (J.), 1970. — Contribution à l'étude de l'altération expérimentale des verres volcaniques. *Thèse Sci. Nat.* Paris. Ecole Normale Supérieure. Travaux du Laboratoire de Géologie, n° 4. Paris, 153 p.
- TRICHET (J.), 1970. — Rappel de notions simples concernant la microscopie électronique et l'analyse élémentaire par microsonde. *Seminaire microscopie du Sol. Grignon*, 10 p. multigr.
- TYNER (E.H.), CESCAX (M.P.), CRAY (L.J.), LUEHRS (F.U.), 1967. — Iron and manganese distribution in soil concretions. *Trans. Ind. Natl. Conf. Electron Microprobe Anal.* n° 37.
- VEEN (A.W.L.), MAASKANT (P.), 1971. — Electron microprobe analysis of plasma in an impervious horizon of a tropical groundwater podzol. *Geoderma*, 6, pp. 101-107.
- VERBEKE (R.), 1969. — Sur un procédé de consolidation profonde des roches peu cimentées et des sols. *Bull. Soc. géol. Fr.*, 7, XI, pp. 426-433.
- YOSHINAGA (N.), YOTSUMOTO (H.), IBE (K.), 1968. — An electron microscopic study of soil allophane with an ordered structure. *Amer. Miner.*, 53, pp. 319-323.