À propos de la détermination des chloritoïdes en frottis : le cas des alluvions de la Meuse et d'affluents ardennais

Manuscrit reçu le 28 décembre 2020 et accepté le 3 mars 2021

Étienne JUVIGNÉ¹, Frédéric HATERT², Martin DEPRET² et Yannick BRUNI² (¹) Université de Liège, Unité de Géographie physique, Bât. 11, B-4000 Liège (Sart Tilman) (²) Université de Liège, Laboratoire de Minéralogie, Bât. 18, B-4000 Liège (Sart Tilman)

Résumé

La détermination de chloritoïdes dans des frottis de minéraux denses d'alluvions de la Meuse et de ses affluents a donné lieu à la publication de résultats interpellants. Le présent travail apporte une description détaillée des caractéristiques en frottis de ces minéraux provenant de sites de référence des massifs cambro-ordoviciens de Haute Belgique. L'analyse par diffractométrie de poudre de rayons X d'échantillons provenant de plaines alluviales du bassin de la Meuse montrent que la répartition géographique des chloritoïdes est complexe, et ne répond en tous cas pas à la décroissance des fréquences attendue au départ des roches mères.

Mots-clefs : Belgique, Ardenne, Meuse, alluvions, minéraux denses, chloritoïde

Abstract

The determination of chloritoids in smear slides of heavy minerals from alluvial deposits of the Meuse and its tributaries has given rise to puzzling results. The present work provides a detailed description of the smear characteristics of these minerals from reference sites of the cambroordovician massifs of High Belgique. X-ray powder diffractometry analysis of samples from alluvial plains of the Meuse basin shows that the geographical distribution of chloritoids is complex, and in any case does not respond to the decrease in frequencies expected from their source rocks.

Keywords: Belgium, Ardenne, Meuse, alluvia, heavy minerals, chloritoid

1. Introduction

Le terme "chloritoïde" désigne un groupe de minéraux qui comprend le chloritoïde *sensu stricto* $[Fe^{2+}Al_2O(SiO_4)(OH)_2]$, le magnésiochloritoïde $[MgAl_2O(SiO_4)(OH)_2]$, et l'ottrélite $[Mn^{2+}Al_2O(SiO_4)(OH)_2]$. Ces minéraux, qui forment en général de petites lamelles dans certaines roches métamorphiques, sont stables dans des conditions physico-chimiques bien distinctes : le magnésiochloritoïde nécessite une pression élevée pour cristalliser, alors que l'ottrélite est plutôt un minéral de basse température. L'ottrélite a été décrite pour la première fois en Belgique par Descloizeaux & Damour (1842), mais ce minéral a souvent été confondu avec le chloritoïde plus riche en fer, qui forme des lamelles noires dans les phyllades des massifs

métamorphiques de l'Ardenne. Plus récemment, Theye & Fransolet (1994) ont confirmé la présence d'ottrélite en grandes lamelles verdâtres, localisées aux épontes du filon de quartz d'Ottré. Les chloritoïdes se rencontrent ainsi dans beaucoup de roches métamorphiques de l'Ardenne, à savoir dans les phyllades des massifs cambro-ordoviciens de Stavelot, Serpont, Rocroi et Givonne, mais également dans les phyllades du dévonien inférieur que l'on observe au sein de l'Ardenne.



Figure 1 : Localisation des sites évoqués dans ce travail. Légende : 1= massifs cambro-ordoviciens avec roches à chloritoïdes connues ; sites d'échantillonnage par : 2= Edelman & Van Baren (1935) ; 3= Zonneveld (1947a) ; 4= Tavernier & Laruelle (1952) ; 5= Bustamante-Santa Cruz (1973) ; 6= Krook (1993) ; 7= Juvigné *et al.* (ce travail). Abréviations : N= Ninglinspo ; C= Chefna ; P=Parfondruy.

Dans la littérature relative aux associations de minéraux denses des alluvions de la Meuse et d'affluents ardennais, l'évolution géographique de la fréquence des chloritoïdes est interpellante tant sur le plan géographique dans les plaines alluviales (Edelman & Van Baren, 1935 ; Zonneveld, 1947a et b ; Tavernier & Laruelle, 1952 ; Bustamante-Santa Cruz, 1973) que sur le plan stratigraphique dans les terrasses de la Meuse (Zonneveld, 1947a et b ; Bustamante-Santa Cruz, 1973 ; Krook, 1993).

Le présent travail a pour objectif de :

(1) mettre en évidence de probables erreurs de détermination ;

(2) produire une description des propriétés optiques de ces minéraux perçues dans le microscope polarisant ;

(3) présenter de nouvelles déterminations optiques conjointement avec la diffractométrie de poudre ;

(4) produire un modèle de variations de fréquence dans les plaines alluviales, basé essentiellement sur la diffraction de poudre. La figure 1 permet de visualiser la localisation des cours d'eau évoqués dans le présent travail, des sites d'échantillonnage antérieurs et nouveaux, ainsi que des massifs métamorphiques connus pour leurs roches à chloritoïdes.

2. Analyse critique de la littérature

Indépendamment des différences qui existent réellement entre des associations de minéraux denses, des variations qui se présentent dans la littérature pour une même formation sont probablement dues à des causes techniques.

2.1. Prélèvements et travaux de laboratoire

Indépendamment des différences qui existent réellement entre des associations de minéraux denses, des variations qui se présentent dans la littérature pour une même formation sont probablement dues à des causes techniques :

 (1) Des échantillons prélevés dans des lits de rivières peuvent contenir des sables de construction provenant de régions extérieures aux bassins versants (ex. Edelman & Van Baren, 1935);

(2) En général, les associations varient en fonction de la classe granulométrique choisie (ex. : Van Andel, 1950) et plusieurs auteurs n'évoquent même pas la taille des grains investigués ;

(3) Les traitements chimiques destinés à dissoudre les vernis de fer-manganèse qui couvrent les grains peuvent faire disparaître certains minéraux (ex. : Bustamante, 1973) ;

(4) Les méthodes de séparation par gravité ou par centrifugation donnent des résultats d'autant plus différents qu'ils concernent des classes granulométriques de plus en plus fines (Juvigné *et al.*, 1999) ;

(5) La densité du bromoforme pouvant diminuer au fil des régénérations basées sur l'extraction de l'acétone par l'eau peut provoquer la récolte de minéraux nouveaux de moins forte densité ;

(6) La méthode de détermination va du parcours libre au ruban ; la première donne davantage de minéraux bien connus du déterminateur, la seconde évite ce type de déviation ;

(7) Des déterminations inexactes sont inapparentes si une classe 'indéterminés' n'est pas prévue. Enfin, il faut savoir que l'ensemble des détails techniques appliqués est rarement exposé

par les auteurs, si bien qu'il est difficile d'identifier les causes de variations d'origine technique lorsque celles-ci sont soupçonnées.

2.2. Typologies des chloritoïdes en frottis

Edelman & Van Baren (1935) écrivent « ...ont été groupés sous le nom de chloritoïde : 1° de véritables écailles de chloritoïde, 2° des fragments provenant indubitablement de schistes chloritoïdiques à imbrication fine. Ces fragments sont souvent presque opaques, mais présentent encore suffisamment de transparence dans les bords pour permettre la détermination, 3° Les fragments schisteux douteux que l'on pouvait difficilement placer ailleurs. L'addition de cette troisième catégorie de fragments est causée par le fait qu'elle est difficile à différencier de la seconde et qu'en outre elles se présentent toujours ensemble. Il n'est pas toujours facile de faire la distinction entre les chloritoïdes semi-opaques et les saussurites troubles de la 'Province saussuritique'' (NDR : sédiments du Rhin de la partie septentrionale du Limbourg), mais nous nous portons cependant garants quant à l'ordre des dimensions des rapports exposés. ».

Zonneveld (1947a, 1947b) identifie dans les alluvions de la Meuse, entre autres : (1) des 'chloritoïdes troubles' (*sensu* Van Baren, 1934) ; (2) des chloritoïdes clairs qui se présentent en 'feuilles' de couleur verte assorties d'un pléochroïsme vert-feuille « *Heldere chloritoïd – de heldere is de normale ottreliet, bekend uit de ottrelietschiefer van de Ardennen (Vielsam, etc.). Komt voor als groene blaadjes en een kenmerkend pleochroisme naar bladgroen.* » Zonneveld (1949) appelle « *ottrélite normale* » les deux types de chloritoïdes.

Van Andel (1950), dans un travail concernant des plaines alluviales du bassin du Rhin, signale dans les alluvions de la Sauer la présence de grains altérés et sombres identiques à ceux trouvés par Zonneveld (cf. supra). Il écrit : « Very dark alterite grains, perhaps particles of chloritoïd schist, have been found in the Sauer. They ressemble the turbid chloritoïd from southern Limburg (J.I.S. Zonneveld, 1947) and also particles of crushed chloritoïd-schist from Vielsalm».

Tavernier & Laruelle (1952), dans un travail concernant les plaines alluviales de la Meuse et d'affluents ardennais, distinguent trois variétés de chloritoïdes : « *chloritoïde clair s.s., de l'ottrélite et du chloritoïde trouble* ». Par ailleurs, ils précisent : « *Les deux premières variétés ont été groupées dans les tables sous la rubrique chloritoïde clair* »

Les auteurs reconnaissent entre autres :

(1) « une association à fragments schisteux et chloritoïdes troubles dans ... l'Ourthe orientale » ;

(2) « une association à grenats troubles et fragments schisteux dans l'Ourthe s.s. » ;

(3) « dans les alluvions de la Lesse... le grenat trouble, l'ottrélite et les fragments schisteux ».

Bustamante-Santa Cruz (1973) distingue trois catégories de chloritoïdes basées sur la couleur : brun, vert, vert clair. Bustamante-Santa Cruz (1974b) distingue :

(1) un « chloritoïde manganésifère » dont la couleur est brun-rouge et qui se trouve dans les alluvions de la Lienne ;

(2) des « *chloritoïdes s.s.* » qui sont en général vert clair à foncé et qui se trouvent dans les alluvions de la Lienne et de la Salm (Massif de Stavelot)₅ ainsi que dans celles du Serpont

(Massif du Serpont). Bustamante-Santa Cruz (1990) extrait des minéraux denses d'alluvions de la Lienne à Lierneux, de la Salm à Salm-Château, de l'Ourthe à La Roche, du Serpont à Bra et de la Meuse à Revin.

Il en isole à la loupe binoculaire des grains de diverses couleurs :

(1) dans la Lienne, ils sont verts, brun-rouge, vert foncé, vert clair, jaunes ;

(2) dans la Salm, brun-rouge, verts ;

(3) dans le Serpont, l'Ourthe et la Meuse, verts. Au terme d'analyses diverses (infrarouge, rayons X et thermique différentielle), il conclut que tous les grains qu'il a extraits sont des chloritoïdes.

Juvigné (1977) mentionne la présence de « *volumineux chloritoïdes et grenats des alluvions de l'Ourthe* » dans des dépôts éoliens du coude de l'Ourthe en Famenne. Il n'en donne aucune description. Juvigné (*in* Houbrechts, 2005) mentionne la présence de chloritoïdes dans des altérites de terrains emsiens sous la plaine alluviale de l'Aisne. Il ne donne aucune description des minéraux.

En résumé, un seul auteur (Bustamante-Santa Cruz, 1973) décrit les conditions de prélèvement, le traitement imposé à ses échantillons ainsi que les classes granulométriques en relation avec les déterminations. Aucun auteur ne produit de description du comportement optique des chloritoïdes dans le microscope polarisant, si ce n'est occasionnellement le pléochroïsme. Sur les trois auteurs qui ont utilisé l'expression *«chloritoïdes clairs »* (cf. supra), seul Zonneveld (1947a) leur attribue une couleur, le vert. Enfin, aucun auteur ne produit de description des grains avec lesquels ils invoquent des confusions possibles, à savoir des fragments de schiste, voire la saussurite ou les altérites.

2.3 Essais de comparaison de résultats

En raison des différences méthodologiques évoquées plus haut, la comparaison des associations produites par les différents auteurs ne devrait même pas être abordée. Néanmoins, nous allons essayer de le faire en respectant les nomenclatures appliquées par chacun de façon afin d'illustrer des différences importantes entre les auteurs.

2.3.1. Comparaison de résultats dans un même site

Les alluvions de la Salm à Grand Halleux ont été étudiées par Tavernier & Laruelle (1952) ainsi que par Bustamante-Santa Cruz (1973). Les premiers ont traité un seul échantillon, dont ils ont déterminé 100 grains de minéraux denses. Bustamante-Santa Cruz (1973) a déterminé 1413 grains répartis en 3 échantillons dont nous avons totalisé les résultats (Tableau 1).

Sur le plan quantitatif, les différences les plus interpellantes portent sur la fréquence des éléments : grains opaques (52% vs 1,3%) ; fragments de schistes (77% vs 15,1%) ; chloritoïdes (3% vs 39,2%) ; grenats (2% vs 20,3%). Même en totalisant les fragments de schiste et les chloritoïdes, un écart important subsiste : 80% vs 54,3%. Enfin, les intervalles de confiance au niveau de 3 sigmas, appliqués en raison du nombre très différent de minéraux déterminés, n'éliminent pas les énigmes précitées. Par ailleurs, de telles considérations statistiques ne sont

applicables que pour des items clairement identifiés, ce qui est loin d'être le cas pour les minéraux concernés dans les deux travaux.

Terrasse de Caberg/Maastricht. Bien qu'il ne s'agisse pas de la plaine alluviale de la Meuse mais d'une basse terrasse, cet exemple est retenu parce que :

(1) Zonneveld (1949) et Bustamante-Santa Cruz (1973) y ont trouvé environ 14% de chloritoïdes;

(2) Krook (1993) écrit n'en avoir pas trouvé malgré l'application de diverses techniques ;

(3) Bustamante-Santa Cruz (1995) produisant de nouvelles analyses n'en trouve plus que 5%.

Tableau 1 : Fréquence de minéraux denses des alluvions de la Salm à Grand-Halleux par Tavernier & Laruelle (1952) [Tavernier] et Bustamante-Santa Cruz (1973) [Bustamante]. Explications : la typologie des auteurs est respectée et la présentation des résultats a été uniformisée en recalculant les fréquences en fonction du tableau de résultats le moins détaillé, c'est à dire celui de Tavernier & Laruelle (1952). ; I.C.3 σ = intervalle de confiance au niveau de 3 sigmas ; case vide, l'auteur n'a pas prévu le minéral dans sa typologie.

	Tav	Tavernier		Bustamante		
Minéral	%	I.C.3σ	%	I.C.3σ		
Zircon	3	5.12	7.7	2.13		
Tourmaline	7	7.65	6.1	1.91		
Rutile	0		2.1	1.14		
Anatase	0		0.2	0.36		
Brookite	0		0			
Corindon			0.1	0.25		
Staurotide	0		0			
Disthène	0		0			
Andalousite	0		0.1	0.25		
Sillimanite	0		0			
Grenat clair	2	4.2				
Grenat trouble	0					
Grenat rose			3.2	1.4		
Grenat incolore+inclusions			17.1	3		
Chloritoïde clair	0					
Chloritoïde trouble	3	5.12				
Chloritoïde brun			27.2	3.55		
Chloritoïde vert			9.4	2.33		
Chloritoïde vert clair			2.6	1.27		
Zoïsite	4	5.88	0			
Epidote et clinozoïsite	0		1.8	1.06		
Orthite	0		0			
Hornblende verte	0		0.1	0.25		
Augite	3	5.12	0.5	0.56		
Titanoaugite	0		0.6	0.62		
Sphène	0		0.8	0.71		
Enstatite	0		2.6	1.27		
Picotite	1	2.98				

Basaltine	0		2.6	1.27
Schiste	77	12.62	15.1	2.86
Total	100		99.9	
N=	100		1413	
Opaques vs 100% mdt	52		1.3	

2.3.2. Évolution spatiale de la fréquence des chloritoïdes

Si en principe on attend une diminution de la fréquence des chloritoïdes à partir des massifs métamorphiques et vers l'aval des cours d'eau, les exemples de variations non conformes à ce principe sont nombreux. Ci-après, nous commentons à titre d'exemple, les données relatives à la Meuse depuis Sedan en France jusqu'à Roermond aux Pays-Bas (Tableau 2).

Tableau 2: Pourcentages de chloritoïdes dans les associations de minéraux denses transparents de la plaine alluviale de la Meuse depuis Sedan (amont) jusqu'à Roermond (aval) sans tenir compte de la distance. Les affluents susceptibles de fournir des chloritoïdes à la Meuse sont intercalés. Explications : E&V= Edelman & Van Baren (1935) ; Zon= Zonneveld (1947a) ; T&L= Tavernier & Laruelle (1952) ; Bus= Bustamante-Santa Cruz (1973); C&Sc= chloritoïde & schiste; C.c.= chloritoïde clair ; C.T.= chloritoïde trouble ; C.b.= chloritoïde brun ; C.v.= chloritoïde vert ; C.vc.= chloritoïde vert clair. n

Auteur	E&V	Zon	Zon	T&L	T&L	Bus	Bus	Bus
Localité\Typologie	C⪼	C.c.	C.t.	C.c.	C.t.	C.b.	C.v.	C.vc
Sedan				0	0			
Charleville-Mézières		1	2	0	0	0	0	0
Confluence Semois								
Deville				0	0			
Revin				2.4	0			
Vireux-Wallerand				0	0			
Givet				2.2	0			
Hastière-Lavaux				0	0	0	0	1.8
Confluence Lesse								
Houx				0	1.1			
Yvoir						0	0	1.8
Hun		3	12					
Profondville				0	0			
Namur		3	16	0	0			
Confluence Sambre								
Erpent						0	0	6.6
Marche-les-Dames		0	7					
Namèche				0	2.1			
Huy						0	0	2
Confluence Meh&Hoy								
Neuville-sous-Huy				0	3.4			
Hermalle-sous-Huy						0	0	1.4
Flémalle		0	11					
Confluence Ourthe								
Jupille				0	4.1			
Argenteau/Visé				1	9.3			

Confluence Berw&Voer							
Km2 : Ejsden	24						
Km7 : Gronsveld	21						
Confluence Geer							
Km12 : Amby/Maastricht	17						
Confluence Gueul							
Borsem/Maasmechelen					10.9	1.7	1.7
Km17 : Elsloo	24						
Confluence Geleenbeek							
Km22 : Urmond	24						
Km27 : Grevenbich	30						
Dielsen					6.2	2.9	2.3
Km32 : Roosteren	20						
Km37 : Echt	23						
Confluence Roodebeek							
Kessenich					2.5	3.8	1.3
Km42 : Maasbracht	24						
Weerterhof/Roermond		1	40				

Les résultats du tableau 2 sont représentés sous la forme d'un graphique (Fig. 2) afin de faciliter les comparaisons des données.



Figure 2 : Évolution de la fréquence des chloritoïdes dans les associations de minéraux denses transparents des alluvions de la Meuse depuis Sedan jusqu'à Roermond par différents auteurs : 1= Edelman & Van Baren (1935); Zonneveld (1949) ; Tavernier et Laruelle (1952) ; Bustamante (1973).

Dans l'ensemble, les pourcentages sont plus élevés d'une part chez Edelman & Van Baren (1935) et Zonneveld (1947) que d'autre part chez Tavernier & Laruelle (1952) et Bustamante-Santa Cruz (1973). Zonneveld (1947) est le seul qui signale la présence de chloritoïdes à

l'amont du Massif de Revin. Les accroissements qui peuvent se présenter d'un site à l'autre lorsqu'aucun affluent intermédiaire ne traverse des roches à chloritoïdes peuvent paraître énigmatiques, mais il faut tenir compte du fait que ces affluents recoupent des lambeaux de terrasses de la Meuse qui contiennent probablement des chloritoïdes dans des proportions inconnues.

2.4. Synthèse

Les minéraux nommés « chloritoïdes » dans des frottis d'alluvions de cours d'eau ardennais et de la Meuse n'ont fait l'objet d'aucune description précise de leur comportement optique sous le microscope polarisant, et les relations entre les typologies des auteurs respectifs ne peuvent être établies. Les analyses minéralogiques effectuées afin de déterminer des chloritoïdes n'ont jamais été mises en relation avec les fréquences de ces minéraux dans les alluvions. Les résultats contradictoires évoqués pourraient n'avoir que des causes méthodologiques. Toutes ces constatations justifient une mise au point sur la description des chloritoïdes tels qu'ils se présentent sous le microscope polarisant, ainsi qu'une révision de la façon de rapporter leur fréquence dans les associations de minéraux denses des alluvions fluviatiles.

3. Méthode

Dans le présent travail, notre choix a été le suivant. Les échantillons de référence ont été broyés. Tous nos prélèvements ont été effectués dans les plaines alluviales au contact des limons de crues et des cailloutis sous-jacents, soit dans des berges, soit par forages à la tarière de façon à éviter les contaminations inévitables dans les lits actuels.

À partir de ce stade, de façon à aboutir à des données comparables entre elles, chaque échantillon a été traité de la façon suivante :

(1) La classe granulométrique choisie est celle comprise entre 90 et 355 μ m de façon à éliminer (à 90 μ m) les minéraux des lœss, et par le fait même la plupart de ceux des altérites du massif paléozoïque lesquelles sont issues de roches à texture silteuse, voire argileuse, et (à 355 μ m) monter des frottis qui ne soient pas trop épais (355 μ m);

(2) Les vernis ferrugineux ont été dissous par ébullition dans HCl10%vol ;

(3) Les séparations densimétriques ont été réalisées en ampoules avec un volume d'échantillon inférieur à 10% du volume de bromoforme et en répétant les cycles 'agitations-récoltes' jusqu'à ne plus percevoir de grains denses dans le fond de l'ampoule ;

(4) La densité du bromoforme a été maintenue à 2,84 par régénération ;

(5) division de la récolte en deux aliquotes l'une destinée au frottis et l'autre pulvérisée au mortier pour être soumises à la diffraction des rayons X ;

(6) Des couvre-objets striés ont été utilisés, et la méthode du ruban a été appliquée ;

(7) Les minéraux indéterminables en lumière transmise ont été comptabilisés en parts supplémentaires.

Divers types d'échantillons de référence ont été analysés :

(1) des éclats de roches à chloritoïdes provenant de sites de référence ont été fournis par le Laboratoire de Minéralogie de l'Université de Liège ;

(2) compte tenu des confusions supposées avec des débris de schiste dans les frottis, quelques broyats d'échantillons de phyllade ont également été étudiés ; les échantillons sont des galets qui ont été choisis pour leur cassures verdâtres ou rougeâtres qui permettaient de soupçonner la présence de chloritoïdes. L'ensemble des galets récoltés provenaient du lit de la Salm et de la Lienne.

4. Les frottis de référence et d'alluvions

Les descriptions qui suivent ont pour seul objectif d'apporter des faits d'observations qui permettent de reconnaître des chloritoïdes des massifs cambro-ordoviciens ardennais dans des frottis de minéraux denses obtenus au départ d'échantillons de plaines alluviales de la Meuse et de plusieurs de ses affluents. La description des propriétés observées est donc privilégiée par rapport aux propriétés physiques et chimiques bien connues et disponibles dans les ouvrages spécialisés.

4.1. Les roches à chloritoïdes

Dans les roches à chloritoïdes (Fig. 3), ces minéraux sont d'apparence noire, mais en réalité vert très foncé, et ils ne représentent qu'une part minoritaire de la roche qui les contient. Ils s'y trouvent dispersés dans une matrice dont les cassures fraîches sont grises, mais exposées à l'altération, elles acquièrent une couleur verdâtre. La taille des minéraux ne dépasse pas 1 mm dans les échantillons des massifs de Stavelot et de Rocroi, tandis qu'elle atteint le centimètre dans celui du Massif du Serpont. Tant les chloritoïdes que la matrice ont été soumis à l'examen microscopique, car dans les frottis provenant d'alluvions ces deux composantes peuvent coexister dans un même grain.



Figure 3 : Échantillons de roches à chloritoïdes étudiés dans le présent travail : A et E, roche provenant de la Formation de Jalhay, Membre de Lierneux à Vielsalm-Sud (prélèvement par Jean-Marc Marion) ; B et F, roche provenant de la Formation d'Ottré, Membre de Bihain à Recht, mine Hinter den Sandgruben (prélèvement par Jean-Marc Marion). Vielsalm et Recht sont dans le Massif de Stavelot ; C et G, dalle de phyllade provenant du Massif du Serpont (Laboratoire de Minéralogie, ULiège) ; D et H, roche provenant du Massif de Rocroi (Laboratoire de Minéralogie, ULiège). Dans tous les cas, les chloritoïdes sont les cristaux d'apparence noire à l'œil nu.

4.1.1. Chloritoïdes du Massif de Stavelot

Les deux échantillons du Massif de Stavelot ont donné des résultats identiques, si bien que seuls ceux de l'échantillon de Vielsalm (Fig. 3 : échantillon A et E) sont rapportés ci-dessous à titre d'exemple parce que ses chloritoïdes sont plus volumineux que ceux de Recht.

4.1.1.1. Examen à la loupe binoculaire

Le broyat de cette roche a été soumis à une séparation par gradient de densité. Les récoltes des différentes fractions sont représentées à la figure 4.



Figure 4 : Broyat d'un éclat de la roche à chloritoïdes de Vielsalm séparé en six fractions par gradient de densité (*cf. supra*). Explications : (1) en jaune, la fourchette de densité de chaque récolte, ainsi que la part pondérale de l'échantillon global ; (2) en encart la composition minéralogique obtenue par diffraction sur poudre ; (3) dans tous les cas, la taille des grains du broyat est comprise entre 90 et 355 μ m (tamisage).

En %-poids, les fractions des deux plages de densité extrême sont les plus riches : 53% de grains dans la fraction la moins dense ($\delta < 2,68$), et 23,5% dans la fraction la plus dense ($\delta > 2,88$). On constate que :

(1) dans la fraction la plus dense, les grains opaques noirs en apparence sont les plus fréquents, et ils portent des amas gris clair et translucides sur lesquels on voit briller des cryptocristaux ;

(2) dans la fraction la moins dense, les grains sont en général incolores et translucides avec des cryptocristaux brillants ; quant aux grains noirs, ils sont petits et rares ;

(3) dans les récoltes de densité intermédiaire, on constate que la part de grains noirs diminue, et celle des grains incolores augmente avec la décroissance de la densité.

4.1.1.2. Identification par diffraction sur poudre

En soumettant chacune des fractions à la diffractométrie de poudre, on constate que sept minéraux sont présents dans tous les échantillons dans les fréquences suivantes :

-. le chloritoïde ($\delta = 3,4$) est le plus fréquent (20%) dans la fraction la plus dense ($\delta > 2,88$), et il reste présent au-dessus de 4% jusqu'à la densité 2,79. Il intervient pour moins de 1% dans les tranches de densité inférieure ;

-. le quartz ($\delta = 2,65$) intervient pour 76% dans la fraction correspondant à sa densité ($\delta < 2,68$), mais il est aussi largement représenté même dans la fraction la plus dense (66%) ;

-. la muscovite (2,77 < δ <2,88) est présente dans toutes les fractions à concurrence de 3 à 30% ; -. la chlorite (2,6 < δ <3,3) est présente de façon relativement constante (entre 5 et 9%) dans toutes les fractions;

- -. l'orthose (2,55 $<\delta$ <2,63) n'existe qu'à l'état de traces ;
- -. l'hématite est présente dans toutes les fractions à concurrence de moins de 3% ;
- -. le grenat est présent dans toutes les fractions à concurrence de moins de 5%.

La plupart des grains du broyat sont des complexes de grains noirs (chloritoïdes) auxquels est accolée de la matrice cryptocristalline constituée essentiellement de minéraux dits 'légers' ; dans ces conditions l'une et l'autre de ces deux composantes se retrouvent dans toutes les fractions de densité.

Compte tenu du problème posé dans l'introduction, on retiendra ici que dans les séparations densimétriques d'alluvions fluviatiles, les parts de chloritoïdes récoltées dans la fraction dense et perdues dans la fraction 'légère' peuvent varier en fonction de la densité du bromoforme usé, voire (partiellement) régénéré.

4.1.1.3. Identification au microscope polarisant

Comme l'habitude est de ne déterminer au microscope polarisant que les minéraux denses, nous ne traitons ici que cette seule fraction. Des grains noirs portant le moins possible de matrice ont été extraits à l'aiguille sous la loupe, et montés en frottis pour être examinés au microscope polarisant. Tous les grains sont du type représenté à la figure 5.

Lumière naturelle (LN). Tous les noyaux des grains sont pratiquement opaques (phénocristaux de chloritoïde), nous dirons sub-opaques, ce qui est probablement dû au fait qu'ils sont criblés d'hématite cryptogrenue. Aucun grain ne laisse apparaître ni la couleur verte, ni un quelconque pléochroïsme. Seules les adhérences de matrice cryptocristalline visibles sur les bords sont vaguement translucides.

Lumière polarisée analysée (LP). Le contraste entre l'extinction et la clarté est en général faible. Pour chaque phénocristal de chloritoïde, les propriétés optiques attendues pour la détermination

Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège, Vol. 81, articles, 2021, p. 72 - 100

sont réduites aux teintes d'interférence correspondant à une très faible biréfringence (0,006 < b < 0,011). En général, ces teintes n'apparaissent que très localement dans les parties les plus minces des grains où, avec le gypse, elles varient du jaune du 1^{er} ordre au bleu de 2^e ordre, ce qui implique que les épaisseurs correspondantes soient inférieures à une soixantaine de microns. Dans des cas rares, des minéraux qui ont un tel comportement optique sont prismatiques (Fig. 4 : rangées 1 et 2), on peut alors vérifier l'extinction oblique (extinction théorique : 30°) et l'allongement négatif.



Figure 5 : Chloritoïdes extraits à l'aiguille de la fraction dense de la roche à chloritoïde de Vielsalm, et examinés au microscope polarisant.

<u>Lumière convergente</u> (LC). La figure d'interférence est toujours fantômatique et inexploitable, car : (1) la dispersion des axes optiques théorique est forte ; (2) les inclusions nuisent à son observation ; (3) pour les formes prismatiques, la bissectrice des axes optiques est couchée comme le prisme sur le porte-objet et la figure est donc à l'infini.

<u>Remarque</u> : retour à Edelman & Van Baren (1935). Ces auteurs écrivent : « ... Ces fragments sont souvent presque opaques, mais présentent encore suffisamment de transparence dans les bords pour permettre la détermination, ... ». Une telle phrase désigne de toute évidence des grains sub-opaques dont des parties marginales sont limpides. Ces dernières sont en général peu épaisses, et on ne peut guère y attendre que des teintes de retard très basses, sans aucune autre propriété optique perceptible. Toutefois dans le cas d'une population détritique à large spectre, les parties minces de la plupart des minéraux donneront nécessairement des teintes de retard basses, et il est inacceptable d'attribuer nécessairement ces dernières à des chloritoïdes.

4.1.1.4. Apparence de la matrice cryptocristalline au microscope polarisant

Des grains contenant un maximum de matrice cryptocristalline ont été extraits à l'aiguille de la fraction de plus faible densité ($\delta < 2.68$) (Fig. 6). Il s'agit d'enchevêtrements de cryptocristaux limpides et transparents dont la taille individuelle est de quelques microns. Des micro-prismes (environ $2\mu m/10 \mu m$) incolores, probablement de quartz (revoir diffractométrie), constituent la plus grande partie de la masse ; ils sont souvent groupés en bouquets. Des plages légèrement verdâtres dans certains grains attestent probablement la présence d'une plus forte concentration en chlorite (revoir diffractométrie). Des micro-inclusions opaques peuvent diminuer la transparence de l'agglomérat. En lumière polarisée, ces grains se présentent comme une constellation de cryptocristaux dont les teintes, compte tenu de la taille du broyat et de l'orientation diverse des cristaux, ne dépassent pas le bleu de 2^e ordre avec intercalation du gypse et en addition.





4.1.1.5. Synthèse

Lorsqu'on a la certitude que les minéraux examinés proviennent d'une veine à chloritoïdes, les teintes d'interférence exprimant une très faible biréfringence (0,006 < b < 0,011) permettent de soupçonner l'identité d'un chloritoïde. Si le minéral est de forme prismatique, l'angle d'extinction oblique (jusqu'à 30°) et le signe de l'allongement (négatif) contribuent à conforter la conviction du déterminateur. Malheureusement, dans l'échantillon examiné de tels minéraux ne représentent qu'une infime minorité. De la matrice cryptocristalline identifiable en bordure d'un minéral sub-opaque peut permettre de supposer que celui-ci est un chloritoïde. Toutefois, lors de l'examen des frottis d'alluvions, il faut tenir compte du fait que les agglomérats cryptocristallins ne sont pas nécessairement ceux de roches à chloritoïdes.

4.1.2. Chloritoïdes du Massif de Serpont

Dans les minéraux denses des alluvions de la Meuse entre Liège et Namur, la présence de chloritoïdes est connue de façon discontinue et dans tous les cas, inférieure à 3%. Le Massif de

Serpont (plateau de Recogne) constitue une source possible. Dans le cas présent, des esquilles de ce chloritoïde de taille centimétrique (revoir la figure 1 : C et G) ont pu être prélevées en limitant autant que possible le prélèvement de roche hôte (Fig. 7). Un tel échantillon a été broyé et tamisé (voir plus haut), mais il n'a pas été soumis à la séparation densimétrique.

4.1.2.1. Examen à la loupe binoculaire

Les chloritoïdes sont les minéraux verts, tandis que les grains incolores sont des fragments de matrice de la roche hôte dont la présence s'explique par le fait que l'aliquote n'a pas été soumise à la séparation densimétrique (Fig.7).



Figure 7 : Éclats de chloritoïdes du Massif du Serpont vus à la loupe binoculaire.

Quelques exemples représentatifs du broyat d'un cristal sont présentés à la figure 8. Il s'agit essentiellement d'agglomérats de petits cristaux dans une matrice sub-opaque.

LN (Pléo clair)	LN (Pléo foncé)	LP: meilleure clarté	LP: meilleure extinctior	LP:+gypse: +	LP:+gypse: -
					99 🗐
			Ţ		
				-	
		<	Ú.		
				4	-

Figure 8 : Chloritoïdes du Massif de Serpont. <u>Remarque</u> : dans le microscope polarisant, la couleur verte est très discrète, mais elle n'apparaît pas sur les photos.

4.1.2.3. Synthèse

On peut donc raisonnablement estimer que le chloritoïde du Massif du Serpont soit identifiable dans une population de minéraux détritiques, même en présence de minéraux limpides du groupe de l'épidote. Toutefois, si les biréfringences de la zoïsite (b = 0,006) et de la clinozoïsite (b = 0.005) sont effectivement du même ordre de grandeur que celle des chloritoïdes (0.006 < 0.006)b < 0.011), celle de l'épidote s.s. varie dans une large gamme de valeur (0.010 < b < 0.060). Les différences essentielles (vs chloritoïdes) que l'on peut souvent percevoir sur les minéraux de très faible biréfringence du groupe de l'épidote sont : le vert-pelouse, la limpidité inhérente à la rareté des inclusions opaques, les irisations bleutées pour la clinozoïsite (teintes d'interférence anormales). Par ailleurs, si la figure d'interférence est en général fantômatique pour les chloritoïdes, elle est généralement claire pour les minéraux du groupe de l'épidote. Le signe optique (B⁺ pour les chloritoïdes) n'est discriminatoire que par rapport à l'épidote (B⁻). Quant à l'angle 2V, les recouvrements sont importants pour les trois minéraux B⁺ : chloritoïdes, 30°-68°; zoïsite, 0°-60°; clinozoïsite, 14°-90°. Concernant la confusion possible avec les altérites et/ou la saussurite, elle est à notre sens non-avenue dans la mesure où ces deux derniers ne diffusent pas les propriétés optiques nécessaires à leur détermination (cf supra) et devraient être classés systématiquement dans les minéraux indéterminés sous le label largement usité de 'minéraux troubles'.

4.1.3. Chloritoïdes du Massif de Rocroi

La Meuse traverse le Massif de Rocroi et y reçoit des affluents qui eux-mêmes drainent les terrains cambriens. Un échantillon d'une roche à chloritoïdes a été observé (revoir la figure 1 : D et H). Seule la fraction dense a été examinée.

4.1.3.1. Examen à la loupe binoculaire

Les minéraux sont noirs en apparence, mais en réalité vert très foncé. Les enrobages incolores et brillants consistent en matrice cryptocristalline (Fig.9).



Figure 9 : Éclats de chloritoïdes du Massif de Rocroi vus à la loupe binoculaire.

4.1.3.2. Au microscope polarisant

Quelques exemples représentatifs du broyat sont présentés à la figure 10.



Figure 10 : Chloritoïdes du Massif de Rocroi.

Un grain exceptionnel, composé d'au moins deux cristaux limpides et incolores, sans pléochroïsme perceptible a été trouvé (rangée 1). Pour l'essentiel de la masse, le comportement optique dans le microscope polarisant est pratiquement identique à celui des chloritoïdes de Vielsalm (voir plus haut).

4.1.4. Un chloritoïde en feuillets

Antérieurement, la présence d'un minéral tabulaire appelé chloritoïde a été signalée dans : (1) des dépôts éoliens partiellement issus de la plaine alluviale de l'Ourthe en Famenne (Juvigné, 1977) ; (2) des altérites du socle emsien sous les alluvions de l'Aisne (Juvigné, *in* Houbrechts, 2005) ; (3) des dépôts sableux d'une grotte mise au jour dans la carrière de Préalle à Aisne, environ 30 m plus haut que la plaine alluviale mitoyenne (Juvigné, *in* Marion *et al*, en préparation). Dans le cadre du présent travail, ce minéral a été trouvé systématiquement dans les alluvions des cours d'eau ardennais, mais jamais dans les échantillons de référence décrits plus haut, si bien qu'une détermination géochimique s'est imposée. Leur comportement optique dans le microscope polarisant est représenté à la figure 11.



4.1.4.1. Au microscope polarisant

Figure 11 : Fragment d'un minéral tabulaire avec notamment des inclusions en gouttelettes transparentes ; échantillon des alluvions de la Lhomme à Hatrival-gare.

<u>LN</u>. Ces tablettes sont limpides et gris bleuâtre, parfois discrètement pléochroïques du bleu au vert. Elles contiennent des inclusions transparentes, mais aussi des cryptocristaux.

<u>LP</u>. L'extinction est de qualité très variable, mais les inclusions cryptocristallines scintillent lors de la rotation de la platine ; les teintes d'interférence ne sortent pas du premier ordre ce qui est confirmé par l'introduction du gypse (N.B. l'épaisseur ne peut être estimée, mais la biréfringence peut être très faible). <u>LC</u>. La dispersion des axes optiques est forte, et on ne voit généralement qu'une branche d'hyperbole dans le champ, l'angle 2V est donc très grand. Dans les meilleurs cas, la biaxie positive est reconnaissable.

4.1.4.2. Analyse chimique

Cinq grains (As0, Bs1, Cs2, Ds3 et Es4) ont été extraits à l'aiguille afin d'être analysés au Microscope Électronique à Balayage équipé d'un système d'analyse élémentaire EDX. Les photos obtenues en mode électrons secondaires montrent une morphologie en feuillets (Fig. 12A). Les analyses chimiques indiquent la présence d'aluminium, de silice, de fer, de manganèse et de magnésium (Fig. 12B). Les pourcentages poids moyens en oxyde, repris en détails dans le tableau 3, sont de 43,87% d'Al₂O₃, 23,36% de SiO₂, 24,03% de FeO, 7,15% de

MnO et 1,59% de MgO. Le diagramme triangulaire FeO – MnO – MgO montre que les minéraux analysés appartiennent aux chloritoïdes *sensu stricto* (Fig. 12C).



Figure 12 : (A) Photo de l'échantillon DS3 au MEB ; (B) Spectre EDX avec les éléments chimiques ;
 (C) Position des analyses dans le diagramme triangulaire Fe²⁺ - Mn – Mg.

	1 0	DCI	a a	DCA	F 4
	AsO	BSI	Cs2	DS3	Es4
SiO ₂	27.07	22.95	23.52	24.73	18.51
Al_2O_3	41.81	45.33	43.28	48.43	40.51
FeO	23.27	24.76	25.09	17.90	29.11
MnO	6.81	6.03	7.02	5.43	10.46
MgO	1.03	0.93	1.09	3.51	1.41

Tableau 3 : Analyses chimiques des cinq grains analysés (% en poids).

4.2. Fragments de schiste ou chloritoïdes ?

Le risque de confondre des chloritoïdes avec des fragments de schiste a été évoqué par plusieurs auteurs en étudiant les frottis d'alluvions fluviatiles du bassin ardennais de la Meuse (*cf. supra*). Disons d'abord qu'il doit s'agir de débris de phyllade plutôt que de schiste. En effet, lorsqu'ils sont pris en charge par un cours d'eau, les débris de schistes dévoniens à houillers disparaissent

Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège, Vol. 81, articles, 2021, p. 72 - 100

rapidement du spectre du gravier et du sable par altération et érosion mécanique. Pour évaluer les risques de confusions entre des fragments de phyllade et des chloritoïdes, des échantillons de quelques galets ont été examinés après avoir subi le traitement appliqué aux échantillons de veines à chloritoïdes (voir plus haut).

4.2.1. Phyllade violet

Il s'agit d'un galet qui devrait provenir des phyllades violets bien connu dans le Salmien notamment des bassins de la Salm et de la Lienne (Fig. 13). Cette roche a été retenue parce que Bustamante-Santa Cruz (1973, 1974a, 1974b) a décrit un chloritoïde tantôt rouge, tantôt brun rouge dans les alluvions de la Lienne.



Figure 13 : Phyllade violet des alluvions de la Lienne à Trou de Bra (Massif de Stavelot). (A), galet ;
(B) broyat sous la loupe montrant notamment les micas particulièrement brillants ; (C, D, E) au microscope polarisant : (C) en LN ; (D) en LP ; (E) en LP+gypse.

4.2.1.1. Sous la loupe binoculaire

Tous les grains sont opaques. La couleur violette permet d'identifier aisément la roche. Les micas (cristaux incolores brillants) y sont abondants.

4.2.1.2. Au microscope polarisant

<u>LN</u>: Les grains sont opaques, mais en bordure, quelques microcristaux peuvent apparaître.

 \underline{LP} : Les parties épaisses restent opaques, mais les marges sont translucides et brunâtres, les microcristaux sont davantage discernables par leur luminosité. Il faut remarquer que ces cristaux ne peuvent être confondus avec ceux de la matrice des veines à chloritoïdes (revoir plus haut).

<u>*LP*+gypse</u> : les microcristaux qui émergent à la périphérie sont très petits et diffusent nécessairement des teintes d'interférence qui ne dépassent pas le bleu de 2^{e} ordre (en addition).

4.2.1.3. Diffractométrie

La composition minéralogique est la suivante : quartz 58,30% ; muscovite 30,9% ; *chloritoïde* 0,25% ; chlorite 0,71% ; orthose 0,01% ; hématite 9,41% ; grenat 0,41%.

4.2.2. Phyllade gris et verdâtre

Cette roche a été retenue parce que les plages verdâtres évoquent la possibilité de présence de chloritoïdes. Aucune granularité n'est identifiable à l'œil nu sur la cassure (Fig. 14).



Figure 14 : Phyllade gris et verdâtre des alluvions de la Lienne à Trou de Bra (Massif de Stavelot). (A) Galet ; (B) broyat vu à la loupe ; (C à E) ; grains représentatifs du broyat vus au microscope polarisant : en LN (C) ; en LP (D) ; en LP+gypse (E).

4.2.2.1. Sous la loupe binoculaire

Il existe une population de grains gris et une autre de grains verdâtres.

4.2.2.2. Au microscope polarisant

 \underline{LN} : En fonction de leur épaisseur, les grains sont opaques (noirs) ou sub-opaques (gris et translucides dans des parties marginales très minces).

 \underline{LP} : Les parties les plus épaisses restent opaques, mais les moins épaisses s'éclairent davantage dans les tons de brun.

<u>LP + gypse</u>: Quelques microcristaux scintillent nécessairement dans les teintes inférieures au bleu de 2^e ordre lors de la rotation de la platine.

4.2.2.3. Diffractométrie

La composition minéralogique est la suivante : muscovite 50,17% ; quartz 35,74% ; chlorite 11,41% ; grenat 1,4% ; chloritoïde 1,11% ; hématite 0,16% ; orthose 0,01%.

4.2.3. Phyllade altéré verdâtre

L'échantillon est un galet prélevé dans le lit de la Salm à l'aval immédiat de Grand-Halleux. Cette roche est très altérée et quasi friable. Néanmoins, il y subsiste des noyaux de roche non altérée. La couronne d'altération verdâtre et d'épaisseur constante a dû être acquise dans le lit de la rivière. Cette couleur, évoquant celle des chloritoïdes, nous a conduits à retenir cette roche pour un examen en frotti (Fig. 15).



Figure 15 : Phyllade altéré des alluvions de la Salm (Massif de Stavelot). (A) galet ; (B) broyat vu à la loupe ; (C à E) ; grains représentatifs du broyat vus au microscope polarisant : en LN (B) ; LP (C) ; en LP+gypse (E).

4.2.3.1. Sous la loupe binoculaire

Pratiquement tous les grains sont opaques. La variété des couleurs reflète celle des parties de la roche selon le degré d'altération. Le grain verdâtre provenant de la couronne d'altération est le plus fréquent dans l'aliquote ; il a été retenu pour être décrit au microscope polarisant.

4.2.3.2. Au microscope polarisant

 \underline{LN} : Au premier coup d'œil, les éclats se présentent comme des nébuleuses grisâtres subopaques dans les parties les plus épaisses. Dans les parties périphériques les moins épaisses, on distingue nettement des cryptocristaux transparents, trapus et à fort relief qui devraient être des grenats. De nombreux autres grains de même taille sont dispersés dans la masse.

 \underline{LP} : Les grains sont dans l'ensemble translucides et les teintes d'interférence dominantes sont du 1^{er} ordre (blanc à orange) même dans les parties les plus épaisses ; la charge en minéraux opaques est suffisamment faible pour ne pas opacifier même les zones les plus épaisses. La dispersion des orientations individuelles des cryptocristaux transparents fait que globalement le grain ne s'éteint pas lors de la rotation de la platine. Quant aux grenats, leur isotropie consiste

à adopter la couleur imposée par les cryptocristaux transparents qui se trouvent sur la même trajectoire.

<u>*LP+gypse*</u> : Il s'agit d'une constellation de grains microscopiques qui lors de la rotation de la platine ne s'éteint pas, mais échange les plages du 1^{er} ordre (soustraction) avec celles qui atteignent le bleu de 2^e ordre (addition).

4.2.3.3. Diffractométrie

La composition minéralogique est la suivante : quartz 37,82% ; muscovite 20,58% ; goethite 19,09% ; chlorite 11,62% ; paragonite 4,22% ; *chloritoïde* 2,91% ; orthose 2,05% ; rutile 1,7%.

4.2.4. Synthèse

Les fragments des phyllades examinés ne contiennent qu'un faible pourcentage de chloritoïdes attesté par la diffractométrie, mais on ne dispose d'aucune indication sur leur taille, et il est peu probable qu'il s'agisse de phénocristaux. La texture est fondamentalement différente de celle de la matrice des roches à chloritoïde. Il n'y a donc pas de confusions possibles, ni avec les phénocristaux de chloritoïdes, ni avec la matrice des roches qui contient ces derniers.

Chaque lecteur intéressé peut maintenant s'interroger sur les typologies des chloritoïdes qui ont été proposées dans la littérature relative aux frottis réalisés à partir d'alluvions de la Meuse et d'affluents ardennais (voir plus haut), mais il ne pourra s'agir que de conjectures laissées à l'appréciation de chacun.

5. Nouvelles déterminations dans des alluvions de cours d'eau d'origine ardennaise

5.1. Déterminations au microscope polarisant

Malgré l'expérience acquise par l'examen d'échantillons de référence, l'identification des différents chloritoïdes reste frustrante :

(1) Le chloritoïde en feuillets est l'ubiquiste du groupe, il est normalement couché dans le frottis et ses nombreuses inclusions transparentes n'empêchent pas l'émission des propriétés optiques nécessaires à la détermination dont la figure d'interférence et la biaxie positive qui le différencient des micas. Toutefois, lorsqu'il ne répond pas aux conditions précitées d'observation, il peut échapper au déterminateur.

(2) Le chloritoïde du Massif de Rocroi est identifiable lorsqu'il se présente en phénocristal isolé, lequel se différencie alors de la masse des autres minéraux limpides par :

(i) sa forme sub-prismatique peu émoussée assortie de teintes correspondant à sa biréfringence très faible ;

(ii) un léger pléochroïsme s'il est suffisamment épais.

(3) Le chloritoïde du Serpont vient ensuite, mais la structure polycristalline des grains noyés dans une gangue sub-opaque ne permet pas de recevoir les propriétés nécessaires à son identification dans une population *tout venant* d'alluvions fluviatiles.

(4) Quant aux chloritoïdes du Massif de Stavelot, l'enveloppe sub-opaque des grains dans lesquels il se trouve ne donne pratiquement jamais accès à ses propriétés optiques, il échappe

donc au déterminateur. En conséquence, la fréquence des chloritoïdes rapportée dans le tableau 4 (*partim* : microscope polarisant) est une valeur minimale dont on signalera au passage qu'elle ne se prête donc pas à l'analyse statistique.

5.2. Diffractométrie : analyse et distribution géographique de la fréquence

En conséquence de la frustration ressentie lors de la recherche de chloritoïdes dans les frottis d'alluvions fluviatiles, nous avons choisi d'étudier des aliquotes des mêmes échantillons par la diffractométrie de poudre et d'en dresser une carte de fréquence.

5.2.1. Diffractométrie

La confrontation des résultats est présentée dans le tableau 4. Il s'agit de confrontation dans la mesure où les résultats ne sont pas comparables d'un point de vue quantitatif. Pour un même échantillon, la détermination en frottis ne porte que sur les minéraux denses transparents et limpides, et il est apparu que 79 à 98% des grains ont échappé à toute détermination. La diffractométrie s'applique à l'ensemble des grains de toute taille au sein des éléments composites. On constate ainsi que les fréquences obtenues par la diffractométrie sont en général supérieures à celles des frottis, ce qui implique que les chloritoïdes sont plus fréquents dans les classes granulométriques fines inaccessibles en lumière transmise au microscope.

Tableau 4 : Confrontation de la fréquence des chloritoïdes obtenue sur des récoltes de minéraux denses de 90 à 355 μ m provenant de plaines alluviales de la Meuse et d'affluents ardennais. Explication : la diffractométrie ne conduisant pas à la distinction de divers types de chloritoïdes, la fréquence de ces minéraux en frottis est aussi présentée globalement.

			Frotti	s		Diffrac
Cours d'eau	Localité	Frottis N=	Min Ind.(%)	Mdt %	Chlo %	Chlo %
Parfondruy	La Gleize	288	98.3	1.7	0	1.87
Salm	Grand Halleux	286	94.8	0.7	4.6	1.2
Salm	Trois-Ponts	435	84.1	15.9	3.4	4.25
Amblève	Trois-Ponts	269	88.5	11.5	0	3.42
Lienne	Lierneux	359	96.7	0.3	3	0.98
Chefna	Quarreux	190	98.9	1.1	0	5.79
Ninglinspo	Sedoz	269	99.3	0.7	0	5.83
Amblève	Rouvreux	108	94.4	5.6	0	2.78
Ourthe E	Petit Mormont	415	84.1	15.9	0	5.94
Ourthe O	Wyompont	393	87.5	10.7	1.8	5.69
Aisne	Roche-à-Frêne	327	93.3	6.7	0	1.04
Ourthe	Bomal	437	98.4	1.6	0	0.73
Ourthe	Esneux	321	96.6	3.1	0.3	0
Ourthe	Tilff	530	93.3	6.7	0.8	2.4

Ourthe	Angleur	327	93.3	6.7	0	0.74
Vesdre	Chaudfontaine	511	91.6	8.4	0.8	
Lhomme	Hatrival-Gare	433	78.9	4.9	16.2	16.69
Lhomme	Eprave	302	87.4	5.6	7	4.46
Lesse	Neupont	484	96.1	3.3	0.6	1.87
Lesse	Wanlin	339	92.3	4.4	3.3	2.56
Meuse	Fépin	514	97.1	2.1	0.8	2.81
Meuse	Anhée	486	98.4	1.4	0.2	1.76
Viroin	Vierves/Viroin	392	70.4	29.6	0	
Meuse	Gives	485	97.9	1.9	0.2	1.24
Meuse	Visé	359	97.2	2.5	0.3	2.89

5.2.2. Distribution géographique de la fréquence

Les variations géographiques de la fréquence des chloritoïdes obtenues par diffractométrie sont présentées dans la figure 16. Rappelons que les fréquences évoquées ci-après ne sont valables que pour la fraction dense comprise entre 90 et 355µm.



Figure 16 : Fréquence des chloritoïdes obtenues par diffractométrie de poudre dans des récoltes de minéraux denses de 90 à 355 μ m provenant de plaines alluviales de la Meuse et d'affluents ardennais.

C'est dans la Lomme à Hatrival-gare que la fréquence est la plus élevée (19,7%). Juste avant la confluence avec la Lesse (à Eprave), elle n'est plus que de 4,5%, et comme la Lesse supérieure (à Neupont) est relativement pauvre (1,9%), la fréquence est réduite à 2,6% dans la Lesse inférieure (à Wanlin). On notera au passage que dans le frottis correspondant aux échantillons soumis à la diffractométrie, c'est aussi l'échantillon de la Lhomme à qui est le plus riche (16,2% des grains déterminables), et l'essentiel des chloritoïdes identifiés sont ceux en feuillets.

Par contre, de façon assez inattendue :

(1) c'est dans les cours d'eau qui traversent le Massif de Stavelot et sa zone particulièrement métamorphique que les fréquences sont les plus basses : 1% dans Lienne à Lierneux et 1,2% dans la Salm à Grand-Halleux ;

(2) les fréquences augmentent dans la Salm pour atteindre 4,3% avant la confluence de la Salm à Trois-Ponts. Cette augmentation peut être justifiée en étendant de façon hypothétique la présence de chloritoïdes des altérites de l'Emsien dans la vallée de l'Aisne (voir plus haut) aux altérites des roches paléozoïques de la Salm inférieure.

Dans l'Amblève, avant l'entrée dans Trois-Ponts, la fréquence est de 3,4%, et à Rouvreux, peu avant la confluence avec l'Ourthe elle n'est plus que de 2,8%. Sur ce tronçon, le ruisseau de Parfondruy (à La Gleize : 5,7%) et la Chefna (à Quarreux : 1,9%) débouchent dans l'Amblève avec des fréquences plus élevées que dans la Salm et la Lienne à la sortie des zones particulièrement métamorphiques. La fréquence dans le Ninglinspo (à Sedoz) est plus faible (0,6%).

Si on ne s'étonnera pas que la fréquence soit élevée dans l'Ourthe occidentale (5,6% à Wyompont) puisque le cours d'eau prend sa source dans le massif de Recogne (comme la Lhomme), il faut noter que l'Ourthe orientale transporte bien davantage de chloritoïdes (5,9% à Mormont) que la Salm et la Lienne dans les sites apparemment les plus favorables. À Bomal, il n'y a plus que 0,7% de chloritoïde dans l'Ourthe, malgré un apport de l'Aisne (1% à Rocheà-Frêne). À l'aval de la confluence de l'Amblève, si les 2,4% à Tilff, puis les 0,7% à Angleur sont des valeurs attendues compte tenu de données à l'amont immédiat, on s'étonnera de la stérilité des alluvions à Esneux.

Bien que le Viroin récolte les eaux du flanc nord du Massif de Rocroi, on ne trouve que 1.7% de chloritoïdes avant sa confluence avec la Meuse. Une remarque identique s'impose pour la Vesdre qui ne présente que 1.7% de chloritoïdes à Chaudfontaine, alors que ses confluents de tête de vallée drainent la partie septentrionale du Massif de Stavelot.

En ce qui concerne la Meuse, immédiatement après avoir traversé le Massif de Rocroi, à Fépin la fréquence des chloritoïdes est de 2,8%, puis elle décroît vers l'aval à 1,8% à Anhée, puis 1,2% à Gives. Mais alors qu'à Angleur à l'aval de la confluence de la Vesdre, l'Ourthe débouche dans la Meuse avec seulement 0,7% de chloritoïdes, la fréquence remonte à 2,9% à Visé dans la Basse-Meuse liégeoise. On peut donc attendre que dans ce tronçon de plus en plus riche en lambeaux de terrasses vers l'aval, ces derniers constituent une source secondaire de chloritoïdes.

5.2.3. Synthèse

Les variations spatiales de la fréquence des chloritoïdes dans les plaines alluviales des cours d'eau du flanc nord de l'Ardenne ne répondent pas à un schéma simple de décroissance des fréquences à partir de valeurs maximales que l'on attendait à la sortie des massifs métamorphiques dans lequel des roches à chloritoïdes sont bien connues. Il faut donc trouver d'autres explications.

Les échantillons de phyllade qui ont été traités par diffraction sur poudre (voir plus haut) attestent la présence de chloritoïdes cryptocristallins dans des roches du socle autres que les roches bien connues des différents massifs métamorphiques. N'importe quel affluent qui traverse ces roches peut donc provoquer des variations de fréquence du minéral dans les plaines alluviales des principaux cours d'eau ardennais.

La présence avérée de chloritoïdes dans des frottis provenant des altérites de l'Emsien dans la vallée de l'Aisne (voir plus haut) montre que le minéral peut exister dans toutes les roches paléozoïques détritiques issues de l'érosion des roches cambro-ordoviciennes pendant l'orogenèse calédonienne.

Dès le moment où la mer oligocène s'est retirée de l'Ardenne, le réseau hydrographique primitif a charrié dans ses alluvions des chloritoïdes issus du massif cambro-ordovicien émergé. Les dépôts de terrasses de la Meuse et de ses principaux affluents ardennais sont donc susceptibles de fournir également des chloritoïdes aux plaines alluviales actuelles par l'intermédiaire des sous-affluents qui les traversent.

6. Conclusions

Deux types de chloritoïdes diffusent des propriétés optiques qui permettent de les identifier au miscroscope polarisant :

(1) le plus répandu a une morphologie en feuillets, il est gris bleuâtre et contient énormément d'inclusions qui en général, ne nuisent pas au succès des manipulations dans le microscope ;

(2) le second est limpide incolore à vert clair, et il est bien représenté dans les alluvions qui dérivent du Massif du Serpont. Par contre, la variété qui est largement dominante dans le Massif de Stavelot est criblée d'inclusions opaques, si bien qu'elle ne délivre aucune des propriétés optiques requises pour la détermination ; il en résulte que cette dernière variété a été abusivement confondue avec des débris de schiste, ce qui a ainsi contribué à surestimer la fréquence des chloritoïdes dans des frottis. Dans l'ensemble, on se doit d'accepter que les pourcentages de chloritoïdes établis par détermination de minéraux denses transparents en frottis ne sont pas crédibles, et que par voie de conséquence, ils déforment la fréquence relative des minéraux dont la détermination est considérée comme certaine par le déterminateur. Le traitement statistique de telles données serait donc présomptueux, voire désobligeant pour la discipline.

La détermination systématique par diffraction des rayons X sur poudres, de la fréquence des chloritoïdes dans les alluvions de la Meuse et d'affluents ardennais fournit des données rigoureuses et affranchit le déterminateur de décisions dépendant de sa conviction. Toutes les roches détritiques dont une partie des éléments sont issus des massifs cambro-ordoviciens à quelle qu'époque des temps géologiques post-calédoniens que ce soit, peuvent contenir des chloritoïdes, et tous les cours d'eau qui les traversent peuvent y prélever le minéral. On ne peut donc limiter la provenance des chloritoïdes présents dans les alluvions fluviatiles aux seules roches mères des massifs métamorphiques. Les variations géographiques de la fréquence des chloritoïdes mises en évidence par la diffractométrie des rayons X sur poudre, appliquée aux alluvions de le Meuse en Belgique et à ses principaux affluents ardennais, conduit ainsi à s'affranchir d'un schéma simpliste selon lequel la fréquence doit diminuer depuis la traversée des roches mères.

7. Remerciements

Deux Collègues ont largement contribué à valoriser le présent travail : Étienne PAULISSEN (KUL) avec qui nous avons des échanges dans le cadre de la révision des modèles de terrasses

de la Basse-Meuse en préparation ; le rapporteur, par la pertinence de ses remarques et suggestions. L'un et l'autre sont ici chaleureusement remerciés.

8. Références

BÉTHUNE de P. 1977. La composition chimique des chloritoïdes belges. Bulletin de la Société belge de géologie, 86, 9-11.

BRUNI Y. et HATERT F. 2017. Étude minéralogique de l'or et de ses minéraux accompagnateurs sur le pourtour du massif cambro-ordovicien de Serpont, Belgique. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, 86, 113-168.

BUSTAMANTE-SANTA CRUZ L. 1973. *Les minéraux lourds des alluvions sableuses du bassin de la Meuse*. Thèse de doctorat, Katholieke Universiteit te Leuven, Faculteit der Wetenschappen, 355 p., Leuven.

BUSTAMANTE-SANTA CRUZ L. 1974a. Les minéraux lourds des alluvions du bassin de la Meuse. *Comptes rendus de l'Académie des Sciences de Paris*, Série D, 278, 561-564.

BUSTAMANTE-SANTA CRUZ L. 1974b. Contribution à l'étude des chloritoïdes belges. *Annales de la Société géologique de Belgique*, 97, 273-279.

BUSTAMANTE-SANTA CRUZ L. 1990. New contribution to the Belgian chloritoid study. *Natuurwet. Tijdschrift (Gent)*, 7, 61-69.

BUSTAMANTE-SANTA CRUZ L. 1995. Contribution to the petrographical characterization of Quaternary Meuse alluvia river terraces by way of heavy mineral analyses. *Neues Jahrbuch für Mineralogie*, Monatsheft, Jg. 1995, H. 12, 529-552.

DESCLOIZEAUX A. & DAMOUR A.A. 1842. De l'ottrélite, nouvelle espèce minérale. *Annales des Mines*, 2, 357-361.

EDELMAN C.H. & VAN BAREN F.A. 1935. *Sedimentpetrologische Onderzoekingen*, II. Veenman & Zonen, Wageningen. Overgedruckt uit de Mededeelingen van de Landbouwhogeschool, Deel 39, Verhandeling 2.

FRANSOLET A. 1978. Données nouvelles sur l'ottrélite d'Ottré, *Belgique. Bulletin de Minéralogie*, 101, 548-557.

HOUBRECHTS G. 2005. Utilisation des macroscories et des microscories en dynamique fluviale ; application aux rivières du massif ardennais (Belgique). PhD Thesis, University of Liège ; 328 pp.

JUVIGNÉ E. 1977. Déflation éolienne sur les alluvions de l'Ourthe au Pléistocène. *Revue belge de Géographie*, 101, 175-185.

JUVIGNÉ E., RENSON V. & SEMITITA P. 1999. *Microprobe analyses of transparent heavy minerals of Belgian loess*. Terrestrische Quartär Geologie, R. Becker-Hauman und M. Frechen, eds Logabook, Köln, 1999, 23-38.

KROOK L. 1993. Heavy minerals in the Belvédère deposits. *Mededelingen Rijks Geologische Dienst*, 47, 25-30.

MÉLON J., BOURGUIGNON P. & FRANSOLET A.-M. 1976. *Les minéraux de Belgique*. Ed. Lelotte, Dison, 285 p.

TAVERNIER R. & LARUELLE J. 1952. Bijdrage tot de petrologie van de recente afzettingen van het Ardennese Massbeken. *Nat. Wet. Tijdschrift*, 34, 81-98.

THEYE T. & FRANSOLET A.-M. 1994. Virtually pure ottrelite from the region of Ottré, Belgium, *European Journal of Mineralogy*, 6/4, 547-556.

VAN ANDEL T.H. 1950. *Provenance, transport and deposition of Rhine sediments*. Veenman & Zonen, Wageningen.

VAN BAREN F.A. 1934. *Het voorkommen en de beteekenis van kalihoudende mineralen in nederlandsche gronden*. Dissertatie, Wageningen.

ZONNEVELD J.I.S., 1947a. Het Kwartair van het Peel-Gebiet en de naaste omgeving (een sediment-petrologische studie. *Mededeelingen Geologische Stichting*, Serie C-IV-3, 221 p.N.S.

ZONNEVELD J.I.S., 1947b. Quelques remarques sur la stratigraphie et la paléogéographie quaternaires du Sud-Est des Pays-Bas. *Session extraordinaire des Sociétés belges de Géologie* : 372-383.

ZONNEVELD J.I.S., 1949. Zand-petrologische onderzoekingen in de terrassen van Zuid-Limburg. *Mededeelingen Geologische Stichting*, N.S., 3, 103-123.