

**Zeitschrift:** Mémoires de la Société Vaudoise des Sciences Naturelles  
**Herausgeber:** Société Vaudoise des Sciences Naturelles  
**Band:** 27 (2017)

**Artikel:** Influence des formations superficielles sur l'évolution des sols du Jura suisse : origine, composition et transformation du matériel minéral parental  
**Autor:** Martignier, Lorraine  
**Kapitel:** 3: Matériel et méthodes  
**DOI:** <https://doi.org/10.5169/seals-632528>

### **Nutzungsbedingungen**

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

### **Conditions d'utilisation**

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

### **Terms of use**

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

**Download PDF:** 13.02.2026

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

## CHAPITRE 3. MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 3.1. Sites d'étude

Les deux sites d'étude, la Combe des Amburnex et La Côte de Ballens, se trouvent de part et d'autre de la première crête du Jura, à une altitude maximale de 1 410 m. L'intérêt de cette position quasi sommitale était de rechercher la présence des lœss (POCHON, 1978), mélangés à du matériel autochtone. Le choix de travailler sur des toposéquences de sols (en l'absence de dynamiques fluviales), permet d'étudier ces mélanges le long d'un versant, tout en suivant le transfert des matières du haut vers le bas. À travers les différents paysages traversés (versants forestiers, pâturages boisés, prairies de fauche), les deux toposéquences permettent l'investigation de diverses unités paysagères typiques de la Haute Chaîne du Jura. Ces différents milieux reflètent également une diversité des processus pédologiques, et par conséquent, une variété des types de sol rencontrés. C'est cette diversité, tout en répondant à une certaine cohérence le long du versant, qui était recherchée dans le choix des sites. Le travail de terrain (prospection, choix du site, sondages, creusage des fosses, description et prélèvement) fut mené durant l'année 2009 aux Amburnex et l'année 2010 à Ballens. Les fosses pédologiques des deux sites furent rebouchées pendant l'automne 2010. Le long de chaque toposéquence, des sondages préliminaires furent réalisés afin d'identifier les unités homogènes du paysage édaphique. L'emplacement des fosses pédologiques fut déterminé suite à cette prospection, en choisissant les endroits qui semblaient être les plus représentatifs de leur unité. Le choix des emplacements n'a pas été réalisé le long d'une ligne exacte, mais de façon préférentielle afin que les différents profils présentent une continuité le long du versant (topographie, substrat, végétation).

#### 3.1.1. Combe des Amburnex

##### Localisation et contexte général

La zone étudiée est localisée au sud-ouest de la chaîne du Jura, à proximité du col du Marchairuz (VD). La combe des Amburnex, dans laquelle se trouve le site d'étude (coordonnées CH-1903: 508'346, 156'264), est située derrière la première crête du massif jurassien. La toposéquence étudiée se situe sur le bord sud-est de la combe, perpendiculairement au synclinal (figure 3.1). Elle est orientée au nord-ouest et mesure 200 m de long. Le point haut de la toposéquence, à une altitude de 1 410 m, se trouve sur un replat situé dans le versant latéral de la combe. Le point bas atteint une petite dépression marécageuse à une altitude de 1 360 m.

##### Contexte géologique stationnel

La Combe des Amburnex est un grand synclinal orienté parallèlement à la chaîne du Jura (SO-NE) et présentant une remarquable homogénéité latérale. Le cœur du pli synclinal est constitué de roches du Crétacé, tandis que les crêtes voisines sont composées des calcaires durs du Jurassique (figure 3.1). Le fond de la combe est par endroit rempli de dépôts quaternaires, principalement des alluvions et de la tourbe.

Le substrat géologique de la toposéquence est essentiellement composé des niveaux du Berriasien et du Valanginien (figure 3.2). Trois sous-unités principales du Berriasien sont identifiées: le Purbeckien, le Calcaire de Thoiry et les couches de la Corraterie (ADATTE, 1988). Le Purbeckien est un niveau marno-calcaire gris, d'une puissance de 25 m, présentant un faciès d'eau douce riche en tiges et d'oogones de characées. Il induit en général la formation d'une combe ou d'un replat identifiables sur le terrain (AUBERT, 1941). Bien qu'il ne soit pas affleurant sur le site



d'étude, sa présence sous-jacente est cependant attestée par la topographie plane du sommet de la toposéquence. Le Calcaire de Thoiry est un calcaire micritique à bioclastes gris-blanc très dur. Plus difficilement altérable, il induit une pente raide dans le versant étudié, où des bancs affleurent avec un pendage d'environ 80° en direction du nord-ouest. Les couches de la Corratierie sont composées d'une succession de calcaires, de marno-calcaires et de marnes. Le Calcaire de Thoiry et les couches de la Corratierie représentent une épaisseur cumulée de 80 à 100 m (FALCONNIER, 1951).

À la limite entre les niveaux du Berriasien et du Valanginien se trouvent les Marnes d'Arzier, constituées d'une alternance de bancs jaunes et gris, dont certains sont riches en fossiles

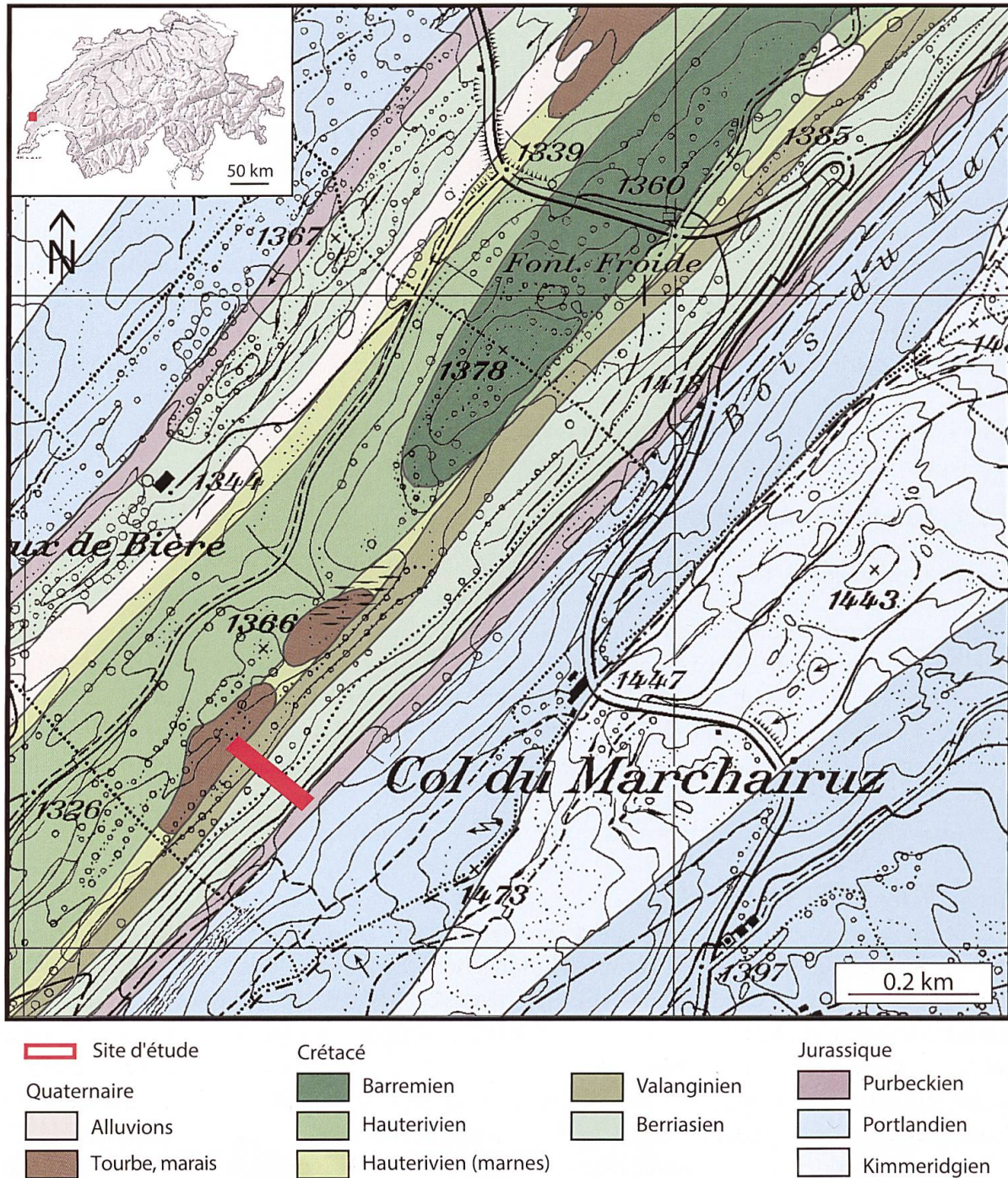


Figure 3.1. Localisation du site d'étude des Amburnex et extrait de la carte géologique du Marchairuz (redessinée d'après FALCONNIER, 1951). Reproduit avec l'autorisation de swisstopo (BA16016).



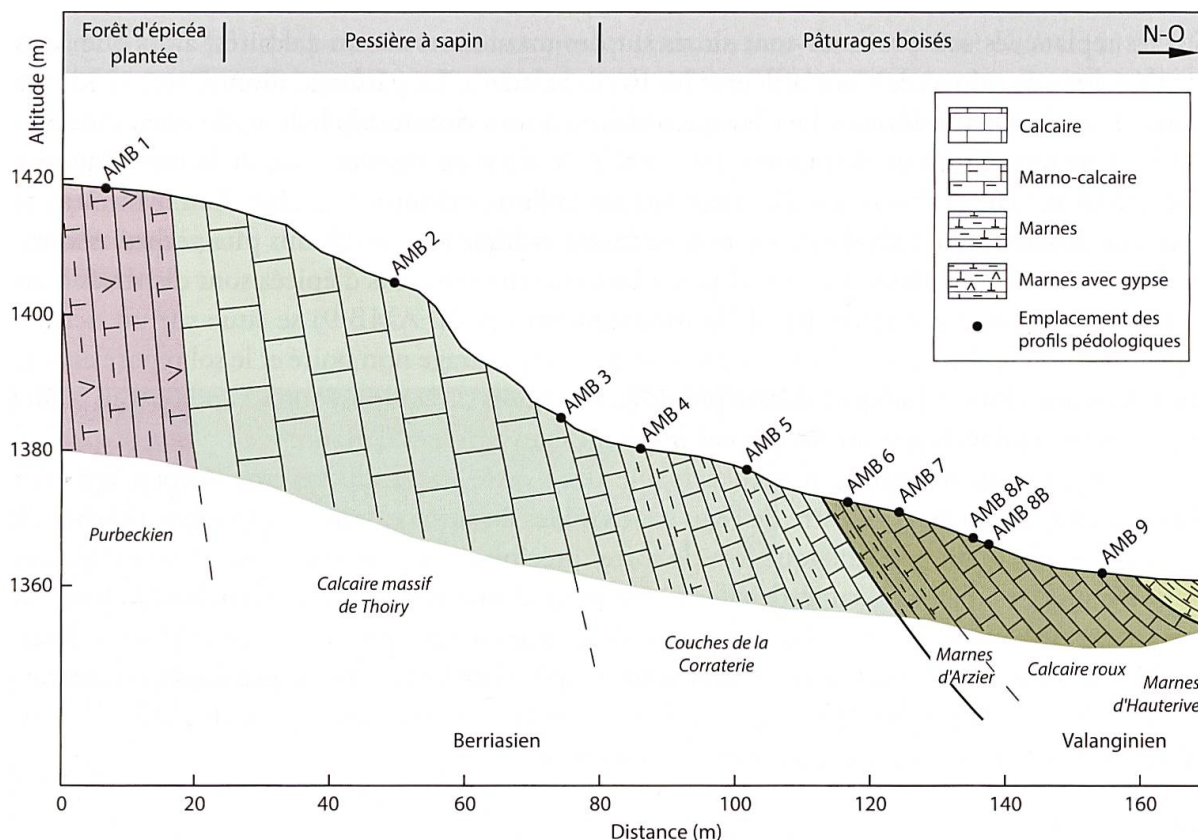


Figure 3.2. Coupe schématique de la toposéquence des Amburnex représentant les différents substrats lithologiques et l'emplacement des profils pédologiques.

(SCHARDT, 1891). Leur épaisseur n'excède pas quelques mètres au Col du Marchairuz (ADATTE, 1988). Le Valanginien est quant à lui constitué du Calcaire Roux, calcaire oolithique riche en débris d'échinodermes, en fossiles de brachiopodes et en oxydes de fer (SCHARDT, 1891) dont les bancs décimétriques se délitent facilement en plaques. Un banc marneux intercalaire fossilifère est situé sous le profil de sol AMB 8. La toposéquence se termine avant d'atteindre l'Hauterivien (Marnes d'Hauterive), qui compose le fond de la dépression et y induit des conditions humides. Suite à l'érosion différentielle des substrats géologiques, la topographie du versant est constituée d'une alternance de talus où sont visibles les bancs calcaires affleurants et de replats aux sols plus profonds sur marne.

### Description de la toposéquence

Le point le plus élevé de la toposéquence est caractérisé par un replat couvert d'une plantation d'épicéas. La végétation de sous-bois est pratiquement absente et la litière est essentiellement composée d'aiguilles d'épicéa. Le profil AMB 1 repose sur un dépôt morainique entièrement carbonaté identifié comme une moraine jurassienne. En se déplaçant vers le nord-ouest, le replat fait place à une pente raide sous une végétation de type pessière à sapin (VITTOZ, 1998). La roche (Calcaire de Thoiry) affleure en bancs métriques et forme par endroits de petites falaises. Entre ces bancs fracturés, l'accumulation de litière en décomposition entraîne la formation de sols riches en matière organique (profil AMB 2). Le bas de la pente sous forêt (profil AMB 3) est caractérisé par une accumulation de colluvions (cailloux, pierres, blocs) et de particules fines ruisselées et/ou solifluées. La pente diminue progressivement en atteignant les pâturages boisés, séparés de la forêt par un mur en pierres sèches. La topographie est constituée par une alternance de deux replats (profils AMB 4 et AMB 6) séparés par un petit talus (profil AMB 5B).



Sur les replats, les sols profonds sont situés sur des marnes ou marno-calcaires, alors que dans le talus, les sols minces laissent affleurer les bancs calcaires. Le pâturage montre une tendance humide sur le replat inférieur. Des bosquets d'épicéa sont disséminés le long du talus intermédiaire. Une légère rupture de pente (profil AMB 7) mène au dernier talus de la toposéquence (site AMB 8). Par endroit, des affleurements de cailloux calcaires (Calcaire Roux) révèlent la présence de bancs fracturés. La végétation herbacée indique des conditions plus sèches, notamment sur les buttes caillouteuses. Quelques arbustes et des bosquets d'épicéa sont dispersés dans la pente. Finalement, le point bas de la toposéquence (profil AMB 9) se situe sur un dernier replat jouxtant la dépression. La végétation est de type pâturage non boisé et le sol repose encore sur le Calcaire Roux. Quelques mètres plus loin, en dehors de la toposéquence, une petite plaine marécageuse se développe sur les marnes imperméables (marnes d'Hauterive).

Aucun ruisseau ou talweg n'est observable dans cette partie du versant. Cependant, des signes de ruissellement concentré de l'eau sont visibles en surface dans les pâturages proches de la zone d'étude. Il est probable que lors de fortes précipitations, ces écoulements soient activés et provoquent de l'érosion superficielle. La présence d'une nappe d'eau s'écoulant le long du versant est également observée dans certains profils situés sur des bancs marneux (AMB 4, AMB 6 et AMB 8), profils qui étaient régulièrement remplis d'eau, et ce même pendant la sécheresse de l'été 2010. Le profil AMB 6 avait notamment dû être stabilisé avec des étais suite à l'effondrement de la face situé à l'amont, d'où l'eau suintait.

### Intérêt du site

Les substrats lithologiques, ainsi que la végétation (résultant majoritairement de l'action anthropique), sont régulièrement distribués le long du versant SE de la combe des Amburnex où se situe le site d'étude. Il est donc possible d'imaginer que les grands types de formations superficielles et de sols se retrouvent de façon constante sur tout le versant de la combe. La taille de la toposéquence choisie, modeste à l'échelle du paysage (200 m de long et 50 m de différence d'altitude), permet de travailler à une échelle d'investigation très fine. Le long de la toposéquence, le substrat géologique varie beaucoup sur une courte distance (200 m au total). Du calcaire massif, du calcaire roux, des marno-calcaires et des marnes se retrouvent en alternance, façonnant un paysage géologique diversifié. En revanche, cette variété de substrat a été recouverte par un dépôt allochtone soliflué sur toute la pente (*cover-bed*). Ce matériel fin s'est accumulé de façon préférentielle sur les replats et ne s'est pas maintenu dans les pentes plus fortes. Les horizons superficiels de tous les profils de sols, à l'exception du profil AMB 2, sont constitués de ce dépôt. L'épaisseur varie de 10 à 50 cm et la discontinuité lithologique entre le *cover-bed* et le matériau autochtone sous-jacent est en général facilement identifiable. L'étude de ces profils rapprochés va permettre de mieux comprendre les processus de mise en place d'un tel dépôt, ainsi que de caractériser sa composition et son homogénéité. En bas de la toposéquence, le site d'étude s'arrête à la limite des marais qui couvrent le fond de la dépression. Si l'étude de l'accumulation de matériaux organiques pouvait se révéler très intéressante comme témoin de l'évolution climatique durant les derniers milliers d'années, cette investigation n'est cependant pas directement liée à la problématique de la présente recherche.

### 3.1.2. Côte de Ballens

#### Localisation et contexte général

Le site d'étude se situe sur le flanc sud-est de la première chaîne du Jura, sur la commune de Ballens (VD). La toposéquence est longue de 3.5 km et l'amplitude altitudinale est d'environ



700 m (figure 3.3). Le point haut de la toposéquence, au lieu-dit *Les Prés de Ballens* (514°461, 159°435; 1 403 m d'altitude), se situe non loin du Mont-Tendre. Le point bas, quant à lui, se trouve à proximité du village de Ballens sur le plateau de Bière, au lieu-dit *Les Chaux* (517°158, 157°253; 695 m d'altitude). Le climat sur le flanc sud du Jura est légèrement plus chaud et plus sec que celui de la combe des Amburnex. L'effet du relief se fait ressentir le long de la toposéquence, impliquant une diminution des températures et une augmentation des précipitations en altitude.

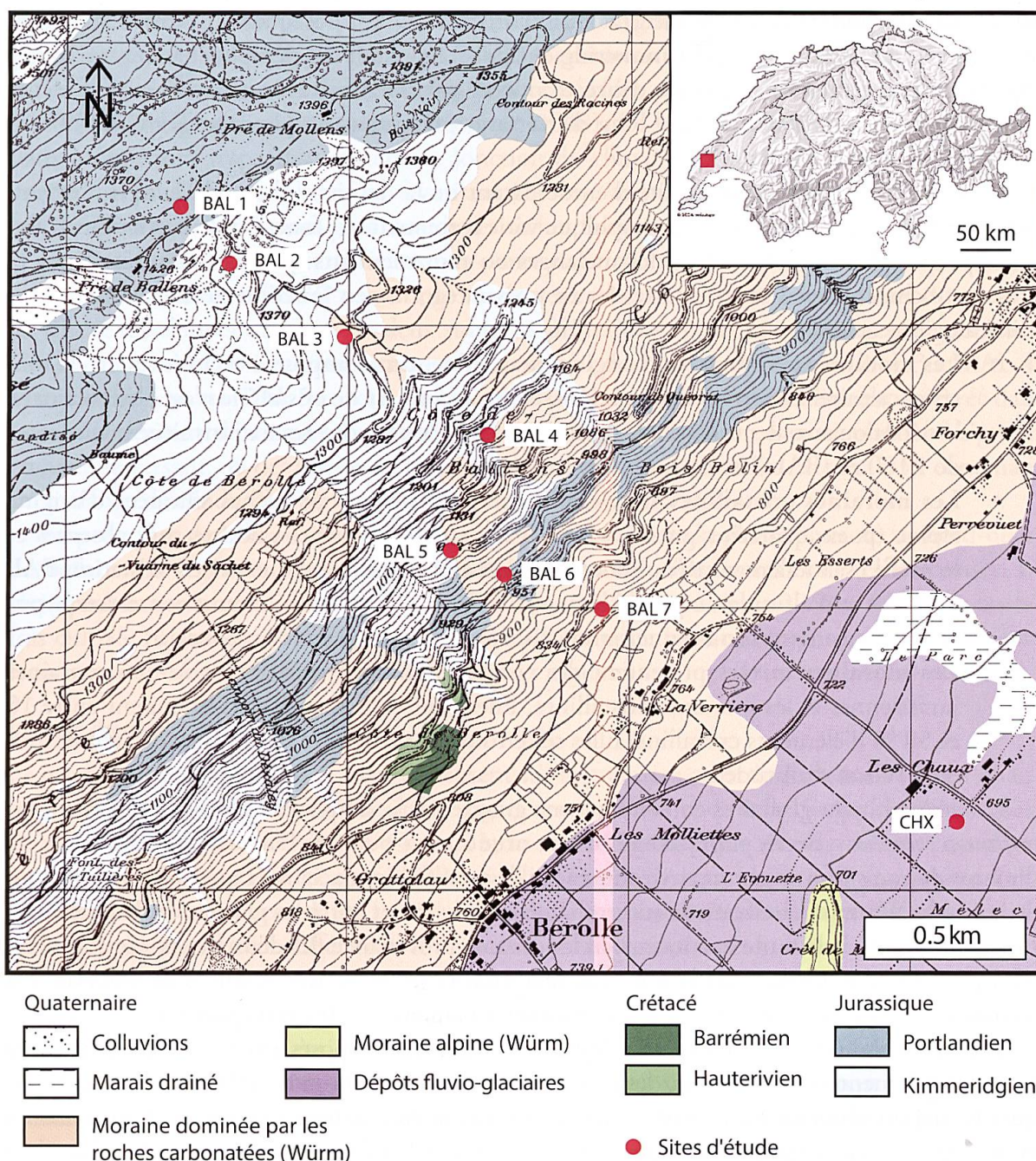


Figure 3.3. Localisation des sites d'étude le long de la toposéquence de Ballens et carte géologique de la zone (redessinée d'après AUBERT, 1941; CUSTER, 1935; FALCONNIER, 1951; VERNET, 1973). Reproduit avec l'autorisation de swisstopo (BA16016).



## Contexte géologique stationnel

Quatre principaux types de sédiments ou de roche sont observés le long de la toposéquence de Ballens : les roches calcaires en place (Jurassique supérieur), les moraines würmiennes, les dépôts fluvio-glaciaires et les loëss (principalement remaniés).

Les bancs du Kimmeridgien sont des calcaires massifs et compacts d'une puissance de 150 à 200 m. Le Portlandien est également composé de calcaires compacts, parfois dolomitiques, d'une épaisseur de 130 à 150 m (FALCONNIER, 1951). Ces deux niveaux du Jurassique, très résistants à l'érosion, se retrouvent fréquemment en position sommitale dans le paysage actuel. Ils forment l'ossature de nombreux chaînons anticlinaux, tel que le Mont-Tendre (AUBERT, 1941). Le Portlandien forme le substrat du point haut de la toposéquence. En descendant le long du versant, il fait place au Kimmeridgien, puis réapparaît un peu plus bas (entre 900 et 1 000 m d'altitude environ), avant d'être recouvert par les substrats quaternaires. Différents bancs calcaires massifs affleurent le long du versant, présentant un pendage d'environ 30° en direction du sud-est.

Les moraines présentes sur le site d'étude datent de la dernière phase glaciaire du Würm. Cependant, leur composition pétrographique varie fortement, en fonction de leur origine (glacier alpin ou glacier jurassien) et des mélanges ou remaniements qu'elles ont subis. Dans la présente recherche, elles sont départagées en trois catégories, en fonction de leur composition minéralogique actuelle :

- **Les moraines carbonatées** d'origine jurassienne sont composées exclusivement de matériel calcaire. La terre fine est carbonatée et aucune roche cristalline n'est observée dans le dépôt ou aux alentours (bloc erratique). C'est le cas pour les stations situées au-dessus de 1 100 m (BAL 3 et BAL 4).
- **Les moraines cristallines** sont entièrement constituées de roches silicatées d'origine alpine (p. ex. quartzite, gneiss, schiste, grès, etc.). Les roches calcaires sont absentes et le profil est totalement décarbonaté. Ce substrat, présent uniquement à la station BAL 6A (950 m d'altitude), a probablement subi une décarbonatation antérieure. Les hypothèses concernant son origine seront discutées plus loin dans ce manuscrit.
- **Les moraines mixtes** présentent des compositions intermédiaires entre les moraines jurassiennes et les moraines cristallines. Elles sont carbonatées et contiennent entre 10 et 50 % d'éléments cristallins. Elles se retrouvent sur tout le bas du versant, en dessous de 1 100 m d'altitude.

Les dépôts fluvio-glaciaires constituent une grande partie du plateau Bière. Le « *Ballens glaciofluvial complex* », décrit par FIORE (2007) et situé au sud-ouest de Ballens, est composé de sédiments de transition entre un environnement de type fluvio-glaciaire et glacio-lacustre datant de la fin du Würm. Cette zone devait probablement se situer entre les glaciers du Rhône et du Jura au moment de la fonte et concentrait les eaux en provenance des deux fronts. Ce complexe n'est pas situé directement sur la toposéquence étudiée, mais de tels dépôts sont observés à la station *Les Chaux* (CHX), sous un dépôt morainique mixte de 70 cm d'épaisseur.

Les loëss originaires des moraines alpines du Plateau et déposés sur les sommets du Jura furent rapidement redistribués par les processus de ruissellement et de solifluxion. C'est pourquoi les dépôts observés sur la toposéquence sont considérés comme majoritairement remaniés et ont par conséquent pu se mélanger à du matériel issu de l'altération des roches locales.

## Description de la toposéquence

Le sommet de la toposéquence est situé dans les pâturages boisés des *Prés de Ballens*. La topographie est modelée par la présence de bancs calcaires affleurants, provoquant une microto-

pographie composée de l'alternance de talus raides parsemés de blocs calcaires et de petites dépressions remplies de matériel fin accumulé. La strate herbacée présente des tendances sèches sur les talus et des tendances plus grasses sur les zones planes (pâture et apport d'engrais en granules). Les épicéas, ainsi que quelques autres arbustes, sont principalement cantonnés aux talus, les zones planes étant gardées ouvertes (coupe en fin d'été 2010). Dans les pentes, les calcaires du Portlandien et du Kimmeridgien affleurent et se délitent en blocs décimétriques. Les sols sont minces et organiques (BAL 1) et contiennent des pierres et blocs calcaires jusqu'en surface. Dans les dépressions, l'accumulation de matériel fin redistribué permet le développement de sols plus épais et dépourvus de squelette calcaire en surface (BAL 2). Les conditions acides mesurées (pH 4-5), ainsi que la texture limono-argileuse, indiquent la présence de loess remaniés, probablement mélangés à des résidus d'altération des roches locales.

En descendant vers le sud-est, les pâturages boisés font place à la forêt de type hêtraie sapinière (*Abieti-Fagenion*; DELARZE & GONSETH, 2008). Le hêtre et l'épicéa sont dominants et leurs proportions respectives varient en fonction du climat stationnel. En haut de versant, les conditions plus froides et humides favorisent l'épicéa, accompagné du sapin blanc, alors qu'en bas de versant les conditions plus chaudes et sèches favorisent le hêtre, accompagné de l'érable et parfois du chêne. En haut du versant, la pente est encore faible ( $< 5^\circ$ ), puis elle augmente au milieu de la côte (environ  $20^\circ$ ), avant de s'atténuer en bas de versant. Tout au long du versant, les sols se développent à partir de deux substrats principaux : la roche en place et les moraines. Ces dernières sont entièrement carbonatées au-dessus de 1 100 m d'altitude (BAL 3 et BAL 4) et mixtes en dessous (BAL 5 et BAL 7). Une moraine complètement cristalline est observée dans la partie inférieure du versant, à une altitude de 950 m (BAL 6). Un cas particulier est à signaler en haut de versant, où des poches de matériel fin ruisselé sont observées (site BAL 3), contenant un mélange de résidu d'altération locale et de loess redistribués.

Le point bas de la toposéquence est situé aux *Chaux*, dans la plaine agricole au nord-ouest de Ballens. La végétation est une prairie semée, composée d'herbacées et de légumineuses. Le champ est actuellement pâturé et fauché. Il n'a pas été labouré depuis 20 ans, mais était autrefois cultivé. La topographie est plane et le sol se développe sur une moraine mixte, elle-même recouvrant des dépôts fluvio-glaciaires sableux et argileux.

### Intérêt du site

La toposéquence de Ballens se situe également sur la première crête du Jura, mais elle est quant à elle orientée au sud-est. L'échelle d'investigation est différente de celle du site des Amburnex, de par la taille du transect choisi. Cette fois, le substrat géologique est relativement constant, puisque ce sont les calcaires durs du Portlandien et du Kimmeridgien qui composent l'ensemble du versant. Cependant, la variabilité de la couverture sédimentaire est plus grande qu'aux Amburnex et ses différentes influences pourront ainsi être étudiées. En effet, dans la moitié supérieure de la toposéquence ( $> 1\,100$  m d'altitude) se trouvent des sols sur loess et des sols influencés par le substrat calcaire, que ce soit sous forme d'assises géologiques en place ou de moraines jurassiennes entièrement carbonatées. Dans la moitié inférieure ( $< 1\,100$  m), en revanche, les différents dépôts morainiques forment une mosaïque où la proportion d'éléments cristallins varie, influençant de la sorte le développement des sols. L'influence du gradient altitudinal (température, précipitations) pourra également être investiguée à travers l'étude des quatre stations situées dans la pente (BAL 4 à 7). Cependant, le substrat minéral et la végétation varient d'une station à l'autre et il ne sera pas forcément aisé de discriminer le rôle des différents facteurs. S'il y a néanmoins une influence, il est attendu qu'elle se manifeste de façon plus marquée sur le comportement et la qualité de la matière organique (DIAZ, 2011).



### 3.1.3. Synthèse

Bien que le massif du Jura soit presque entièrement composé de roches carbonatées, les différents faciès et compositions chimiques des couches lithologiques engendrent une diversité de substrats géologiques. En effet, les calcaires massifs purs, les calcaires roux, les calcaires dolomitiques, les marno-calcaires, les marnes fossilifères, les marnes dolomitiques, ou encore les marnes argileuses n'auront pas le même comportement face à l'altération (fracturation, érosion, gélivité, etc.) et influenceront par conséquent le développement des sols de façon différente. De plus, ces roches-substrat sont en général recouvertes par une mosaïque de formations superficielles, témoins des dynamiques du Quaternaire (moraines, dépôts fluvio-glaciaires, cryoclastes, colluvions, matériel fin soliflué, matériel issu de l'altération chimique des roches, etc.). À l'hétérogénéité des substrats géologiques s'ajoute donc la diversité de la couverture sédimentaire récente. Dans un tel contexte, discriminer les diverses origines des dépôts sédimentaires et comprendre la variété des processus pédologiques en jeu paraissent indispensables pour appréhender la diversité de la pédogenèse jurassienne.

Les deux sites d'étude reflètent bien ces influences croisées entre le substrat géologique et les dépôts superficiels. De plus, les toposéquences varient de par leur orientation et leur amplitude d'altitude et sont, de cette façon, représentatives d'une part importante de la Haute Chaîne du Jura. Cette étude n'a pas pour but d'extrapoler le comportement édaphique à toute la surface du Jura. En revanche, ces sites « modèles » devraient permettre de mettre en lumière et de mieux comprendre certains des principaux processus à l'œuvre dans la région, plus particulièrement en ce qui concerne l'identification des différents substrats parentaux, leur altération et leur intégration lors de la pédogenèse.

### 3.1.4. Description des profils pédologiques

Les fosses pédologiques ont été ouvertes sur une surface de départ de 1 m<sup>2</sup> au sol. La profondeur des profils varie ensuite en fonction de la profondeur du substrat (dalle calcaire en place, marnes, moraine). Pour chaque fosse pédologique, une description de la station et du profil est réalisée (BAIZE & JABIOL, 2011). Avant la description, la face du profil étudiée est rafraîchie. Les horizons sont définis d'après des critères d'observation (couleur, squelette, structure, texture). Chaque horizon est ensuite décrit en détail d'après les critères suivants :

- données stationnelles : lieu-dit, date, coordonnées GPS, altitude, exposition, pente, type de végétation, substrat géologique (d'après la carte géologique), type de formations superficielles ;
- données pour chaque horizon déterminé : profondeur, squelette (pourcentage, taille, nature et aspect), structure, texture, couleur (code Munsell), abondance des carbonates (réaction à HCl 10 %), pH (pH-mètre Hellige), abondance et taille des racines, limite et transition avec l'horizon sous-jacent, présence de taches d'oxydo-réduction, de charbons, de carbonates secondaires, ou tout autre élément remarquable.

Une première détermination du type d'horizon est faite directement sur le terrain selon le *Référentiel pédologique* (AFES, 2009). Cette dénomination est complétée suite aux analyses en laboratoire puis le solum est rattaché à une référence. Cependant, toutes les analyses nécessaires à la caractérisation des profils (par exemple la CEC) n'ont pas été effectuées lors de la présente étude, et en conséquence certains rattachements restent incomplets. Dans le cas des sols de type BRUNISOL ou ORGANOSOL, le rattachement à une référence (BRUNISOL DYSTRIQUE ou EUTRIQUE, ORGANOSOL SATURÉ ou INSATURÉ) est déterminé en fonction des valeurs de pH H<sub>2</sub>O, étant donné que le taux de saturation n'a pas été mesuré. Les descriptions de terrain sont accompagnées de photos du profil et de la station, ainsi que d'un dessin schématique du profil

de sol. Les principales caractéristiques des horizons pédologiques sont décrites ci-dessous :

- Horizon A : horizon organo-minéral de surface. L'activité biologique permet l'intégration de la matière organique et la création du complexe argilo-humique, ainsi que le développement d'une structure grumeleuse.
- Horizon S : horizon structural issu de l'altération et de la transformation du substrat minéral primaire. La structure est de type polyédrique et n'est pas liée à l'activité biologique.
- Horizon E : horizon éluvial. Du matériel (fer, aluminium, argiles) a été emporté par la lixiviation ou le lessivage et s'accumule dans des horizons plus profonds (BT).
- Horizon BT : horizon d'accumulation. Le matériel issu de l'horizon E se redépote dans cet horizon. Dans les sols étudiés, il est essentiellement question de l'accumulation d'argiles, auxquelles peuvent être adsorbés des oxy-hydroxydes de fer.
- Horizon C : horizon d'altération minéral de profondeur. Le substrat minéral parental a subi une altération physique et / ou chimique, mais n'a pas encore acquis de structuration pédologique.
- Horizon Mma : roche meuble peu altérée, marnes.
- Horizon R : roche dure peu altérée.
- Horizon D : matériaux durs fragmentés et déplacés où les éléments grossiers dominent (p. ex. moraine).

Des préfixes peuvent être ajoutés au nom des horizons. Les principaux préfixes utilisés dans les sols étudiés sont les suivants :

- ca : signifie que l'horizon ou la roche est carbonaté (réagit au HCl 10 %).
- ci : signifie que l'horizon (p. ex. A ou S) est décarbonaté mais encore calcique, riche en ions  $\text{Ca}^{2+}$  (la terre fine ne réagit pas au HCl 10 %).
- si : signifie que les éléments grossiers sont siliceux (p. ex. Dsi).
- x : signifie que les éléments grossiers sont mixtes (p. ex. Dx).

Si plusieurs horizons d'un même profil ont des caractéristiques similaires mais doivent être tout de même différenciés, un numéro est rajouté au nom de l'horizon (p. ex. Sca1, Sca2). Dans le cas où une rupture lithologique est observée dans un profil, c'est-à-dire que la présence de deux ou plusieurs dépôts minéraux parentaux est identifiée, un chiffre romain est ajouté avant le nom de l'horizon. Les dépôts sont numérotés depuis le plus récent (en surface) jusqu'au plus ancien (en profondeur). Le chiffre I n'est pas indiqué.

## 3.2. Méthodologie

En ce qui concerne l'étude des formations superficielles, l'identification de l'origine des matériaux parentaux repose sur une « signature » de ces dépôts minéraux donnée par les analyses suivantes : minéralogie, granulométrie minérale et composition en éléments chimiques (figure 3.4). Afin d'investiguer plus en détail la composition de la fraction minérale fine (argiles et limons fins) ainsi que les transformations qu'elle subit dans les sols, l'analyse de la minéralogie des fractions  $< 2 \mu\text{m}$  et  $2-16 \mu\text{m}$  est effectuée. L'observation de la fraction  $< 2 \mu\text{m}$  au microscope électronique à transmission (*Transmission Electron Microscope*; TEM) permet de visualiser certaines de ces particules et d'examiner leurs interactions et leur état d'altération. Des analyses complémentaires sont ensuite effectuées pour répondre à des questions spécifiques, comme l'exoscopie des grains de quartz au microscope électronique à balayage (*Scanning Electron Microscope*; SEM) ou la micromorphologie ciblée. Lors de plusieurs analyses, les échantillons de sol et de roche calcaire sont entièrement décarbonatés dans le but de pouvoir comparer la composition du résidu insoluble.



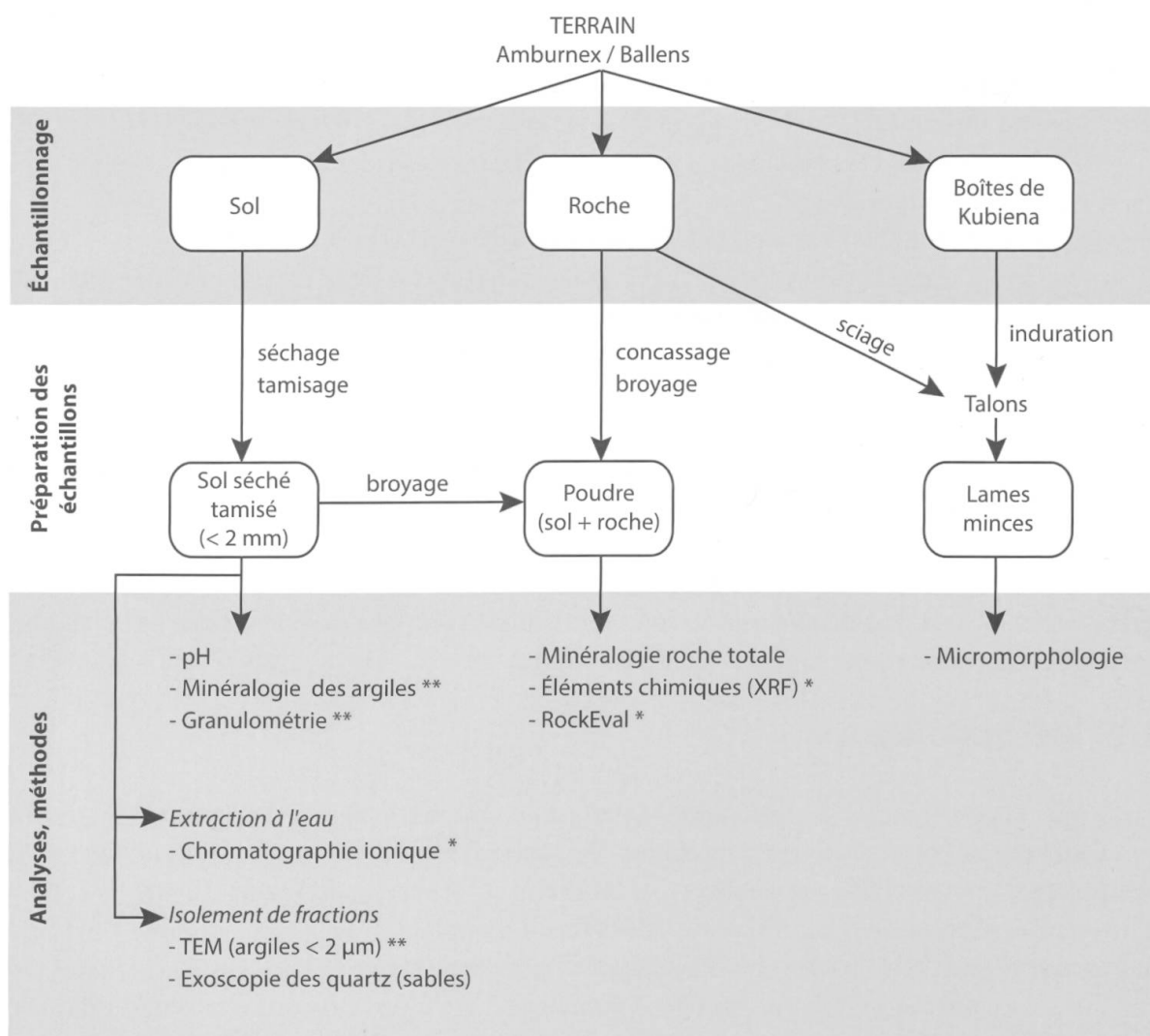
Les méthodes utilisées sur tous ou une partie des échantillons sont les suivantes :

- minéralogie (roche totale, fractions < 2 µm et 2-16 µm) ;
- granulométrie minérale ;
- pH H<sub>2</sub>O ;
- observation de la fraction < 2 µm au microscope électronique à transmission (échantillons sélectionnés) ;
- micromorphologie (échantillons sélectionnés) ;
- exoscopie des grains de quartz (échantillons sélectionnés).

De plus, des données supplémentaires sont disponibles pour le site de Ballens (DIAZ, 2011).

Les analyses effectuées uniquement sur les échantillons de Ballens entrent dans les catégories suivantes :

- composition des éléments chimiques majeurs et traces ;
- pyrolyse RockEval ;
- chromatographie ionique sur les cations extraits à l'eau.



Note : \* analyses ayant été réalisées uniquement sur les échantillons de Ballens ;

\*\* analyses ayant également été réalisées sur des échantillons de roches calcaires, après décarbonatation de fragments concassés.

Figure 3.4. Tableau synthétique représentant les étapes se succédant depuis le travail de terrain jusqu'aux méthodes analytiques, en fonction du type d'échantillonnage réalisé.

### 3.3. Échantillons

#### 3.3.1. Échantillonnage

En fonction du type d'analyse prévue, l'échantillonnage a été réalisé sous trois formes différentes : le sol (bulk), les roches et les boîtes de Kubiena.

##### Le sol

L'échantillonnage s'est fait de manière systématique, en suivant les limites d'horizons décrits quand cela était possible. L'intervalle d'échantillonnage est de 10 cm. Il a été adapté à 5 cm à la surface des profils (horizons plus minces) et à 20 cm en profondeur (horizons d'altération plus épais). Quand la transition entre deux horizons est distincte, l'échantillonnage évite dans la mesure du possible de les mélanger. En revanche, quand la transition est graduelle ou la limite sinueuse, le prélèvement se fait en respectant la profondeur, d'où l'apparition d'échantillons de transition. L'échantillonnage est réalisé de bas en haut du profil de sol, afin de ne pas contaminer les horizons sous-jacents. Pour chaque échantillon, entre 500 g et 1 kg de terre sont prélevés dans des sachets en plastique. Chaque échantillon est désigné en fonction du nom du profil dont il provient, suivi par la profondeur d'échantillonnage en cm (par exemple AMB3 5-10).

##### Les roches

Quand le substrat géologique en place est atteint au fond du profil, un fragment de roche est prélevé. D'autres échantillons de roche sont également collectés quand cela est jugé intéressant (moraines, colluvion, etc.). Les roches prélevées sont désignées en fonction du nom du profil dont elles sont issues, suivi par la lettre « R » (par exemple AMB9-R).

##### Les boîtes de Kubiena

Cette technique est utilisée pour récolter des échantillons de sol non perturbés, dans le but de les indurer et de préparer des lames minces. De petites boîtes en plastique d'environ 3 x 4 cm sont enfoncées directement dans la face rafraîchie du profil de sol, aux endroits jugés intéressants (limites d'horizon, changements de texture ou de couleur, taches, carbonates secondaires, etc.). Les boîtes sont ensuite ressorties avec soin afin de ne pas modifier la structure interne du sol. La terre dépassant de la boîte est enlevée à l'aide d'un couteau. La profondeur d'échantillonnage et l'orientation de la boîte sont indiquées. Avant de pouvoir être indurées, les boîtes de Kubiena sont conservées au frais.

#### 3.3.2. Préparation des échantillons

Les échantillons de terre sont séchés à l'air libre ou dans une étuve à 40 °C pendant plusieurs jours. Ils sont ensuite tamisés à 2 mm afin de séparer la terre fine du squelette. Ce dernier est gardé pour d'éventuelles observations ultérieures. Une partie de la terre fine (entre 15 et 20 g) est broyée à l'aide d'un broyeur à agate jusqu'à l'obtention d'une poudre fine et régulière (< 40 µm). Les échantillons de roche sont sciés avec une scie circulaire à diamant afin de former des talons, qui sont utilisés pour la confection de lames minces. La roche restante est sciée ou concassée en petits morceaux, en enlevant dans la mesure du possible la surface altérée de la roche. Ces morceaux, une fois secs, sont également broyés à l'agate. Pour les roches calcaires, une partie des fragments est conservée et utilisée pour les analyses minéralogiques et granulométriques après décarbonatation. Les boîtes de Kubiena sont percées et lyophilisées, puis indurées avec de la résine sous pression. Les talons ainsi obtenus sont utilisés pour la confection de lames minces.



### 3.4. Analyses physico-chimiques

#### 3.4.1. pH H<sub>2</sub>O

La mesure du pH est réalisée dans une solution aqueuse (pH H<sub>2</sub>O), afin d'évaluer l'acidité actuelle du sol. Le pH H<sub>2</sub>O est mesuré dans une solution d'eau déminéralisée, en respectant un rapport de masse de 1 : 2.5 pour respectivement la terre fine tamisée et l'eau. Entre 5 et 20 g de terre sont utilisés en fonction de la quantité d'échantillon disponible. La solution est agitée à intervalles réguliers pendant deux heures avant que la mesure du pH ne soit effectuée. Pour les échantillons de Ballens, la solution ainsi obtenue est filtrée (filtres Exapure en nylon 0.45 µm) et stockée au congélateur après l'ajout d'une goutte d'acide nitrique concentré suprapur pour éviter toute précipitation. Ces échantillons sont ensuite analysés par chromatographie ionique.

#### 3.4.2. Minéralogie

Les analyses minéralogiques sont réalisées grâce à la méthode de diffraction des rayons X (*X-Ray Diffraction*; XRD), d'après le principe de la loi de Bragg. Le protocole d'analyse se réfère à la méthode développée par ADATTE *et al.* (1996). Deux types de préparation sont réalisés sur les échantillons : l'analyse de la roche totale et celle des argiles minéralogiques (fractions < 2 µm et 2-16 µm).

##### Roche totale (RT)

La composition minéralogique totale des échantillons est déterminée à partir de poudres de sol et de roche. La poudre (environ 2 g) est compressée dans un portoir, de façon à obtenir une surface plane. Les pastilles sont ensuite analysées à l'aide d'un diffractomètre ARL Xtra (Thermo). Les diffractogrammes résultants représentent l'intensité du rayon diffracté en coups par seconde (cps) en fonction de son angle d'incidence (°2θ). Les intensités des pics correspondant aux minéraux identifiés sont relevées, puis converties en abondance relative pour chaque minéral. Le dosage quantitatif des minéraux est réalisé à partir de standards externes. Les minéraux amorphes ou mal cristallisés (par exemple certains oxy-hydroxydes de fer ou phyllosilicates) ainsi que la matière organique ne peuvent pas être quantifiés et sont inclus dans la fraction indosée.

##### Argiles minéralogiques (fractions < 2 µm et 2-16 µm)

Cette préparation est réalisée sur les échantillons de sol (terre fine tamisée à 2 mm) et les fragments de roches calcaires. Environ 15 g d'échantillon sont ré-humectés, puis décarbonatés à l'aide d'acide chlorhydrique (HCl) 10 % dans un bain à ultrasons pendant 3 minutes. Le résidu est ensuite lavé avec de l'eau distillée afin d'enlever l'excédent de HCl. La solution est centrifugée à 3 000 tours/min pendant 10 minutes afin de récupérer le culot. Ce cycle est répété jusqu'à obtention d'un pH neutre. Les fractions < 2 µm et 2-16 µm sont séparées par centrifugation en fonction de la loi de Stokes et sont coulées sur des verres de montre distincts, puis séchés à l'air. Avant d'être analysés au diffractomètre, les échantillons < 2 µm subissent un traitement au glycol, dans le but de pouvoir mieux distinguer les phyllosilicates gonflants. L'identification des pics se fait de la même façon que pour la roche totale. Cependant, les résultats obtenus sont relatifs car des standards externes ne sont pas utilisés pour doser les phyllosilicates des fractions < 2 µm et 2-16 µm.

#### 3.4.3. Granulométrie minérale

Les analyses granulométriques sont réalisées sur les échantillons de sol tamisés à 2 mm et les fragments de roche calcaire. Les échantillons carbonatés sont traités à HCl 10 %, puis le maté-

riel résiduel est lavé de la même façon que pour l'analyse minéralogique des argiles (§ 3.4.2.). Le culot est récupéré dans de l'eau et transféré dans des flacons en plastique. Pour les échantillons non carbonatés, environ 0.3 g de terre sont pesés dans des flacons en plastique. La matière organique est détruite à l'aide de peroxyde d'oxygène 35 % (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) dans un bain-marie à 50 °C. Le pH est contrôlé durant la réaction, afin d'éviter la déstructuration des argiles (pH < 3-4). La réaction est stoppée après une semaine et l'excès de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> est évaporé. Du dispersant (hexamé-taphosphate de sodium ou Calgon) est ajouté aux échantillons, qui sont ensuite agités pendant 12 heures. Les mesures sont réalisées selon la méthode de la diffraction laser sur un appareil Mastersizer 2000 (Malvern), en utilisant le module Hydro 2000S par voie humide. Les tailles des particules analysées sont calculées en utilisant l'approximation de Fraunhofer. Les résultats sont exprimés en pourcentage relatif du volume des particules, en fonction des classes granulométriques définies. Trois intervalles de taille différents sont utilisés pour calculer les classes granulométriques :

- 5 classes « pédologiques » : 0-2 µm, 2-20 µm, 20-50 µm, 50-200 µm et 200-2 000 µm. Ces classes, qui correspondent respectivement aux argiles, limons fins, limons grossiers, sables fins et sables grossiers, sont fréquemment utilisées dans le texte pour décrire les textures des horizons.
- 12 classes « sédimentologiques » : 0-1 µm, 1-2 µm, 2-4 µm, 4-8 µm, 8-16 µm, 16-32 µm, 32-63 µm, 63-125 µm, 125-250 µm, 250-500 µm, 500-1 000 µm, 1 000-2 000 µm. Les valeurs obtenues pour ces 12 classes sont principalement utilisées lors de la réalisation de traitements statistiques (CAH, ACP).
- 100 classes logarithmiques : espacement régulier des intervalles selon l'échelle logarithmique, entre 0.01 µm et 2 mm. Ces classes granulométriques servent à reconstituer les courbes de distribution des échantillons. Elles permettent d'obtenir une meilleure résolution graphique, autorisant ainsi la déconvolution des courbes.

Les tailles granulométriques ainsi obtenues sont converties en unités  $\Phi$  selon la formule suivante (PETTIJOHN *et al.*, 1973 ; tableau 3.1) :

$$\text{taille en } \Phi = -\log_{10}(\text{taille en mm}) / \log_{10}(2)$$

Tableau 3.1 : Correspondance entre les valeurs calculées en unités  $\Phi$  et en µm.

| $\Phi$ | -1   | 0    | 1   | 2   | 3   | 4  | 5  | 6  | 7 | 8 | 9 | 10 |
|--------|------|------|-----|-----|-----|----|----|----|---|---|---|----|
| µm     | 2000 | 1000 | 500 | 250 | 125 | 83 | 32 | 16 | 8 | 4 | 2 | 1  |

La très petite prise d'échantillon nécessaire pour cette analyse pose un problème de représentabilité par rapport à l'échantillon total. Différentes méthodes de prélèvement ont été testées (quartage, prise au hasard) et des réplicats (n = 5) ont été réalisés. Il s'est avéré que la prise d'échantillon par quartage présentait un écart-type plus élevé que la prise non quartée, c'est-à-dire « au hasard », directement dans le sachet d'échantillon mélangé (figure 3.5). En conséquence, cette dernière technique a été préférée pour sa simplicité. L'écart-type de la prise non quartée présente une répartition régulière et des valeurs < 1.1 % pour chacune des douze classes granulométriques testées (classes « sédimentologiques »). Il a de ce fait été décidé de ne pas réaliser de réplicats pour l'ensemble des échantillons. Le biais créé lors de la prise non quartée est considéré comme étant du même ordre de grandeur pour tous les échantillons, ce qui permet de les comparer. En revanche, il semble que les sables soient régulièrement sous-estimés lors de cette analyse.

## Échantillon AMB6 160-180

Moyenne et écart-type (n=5)

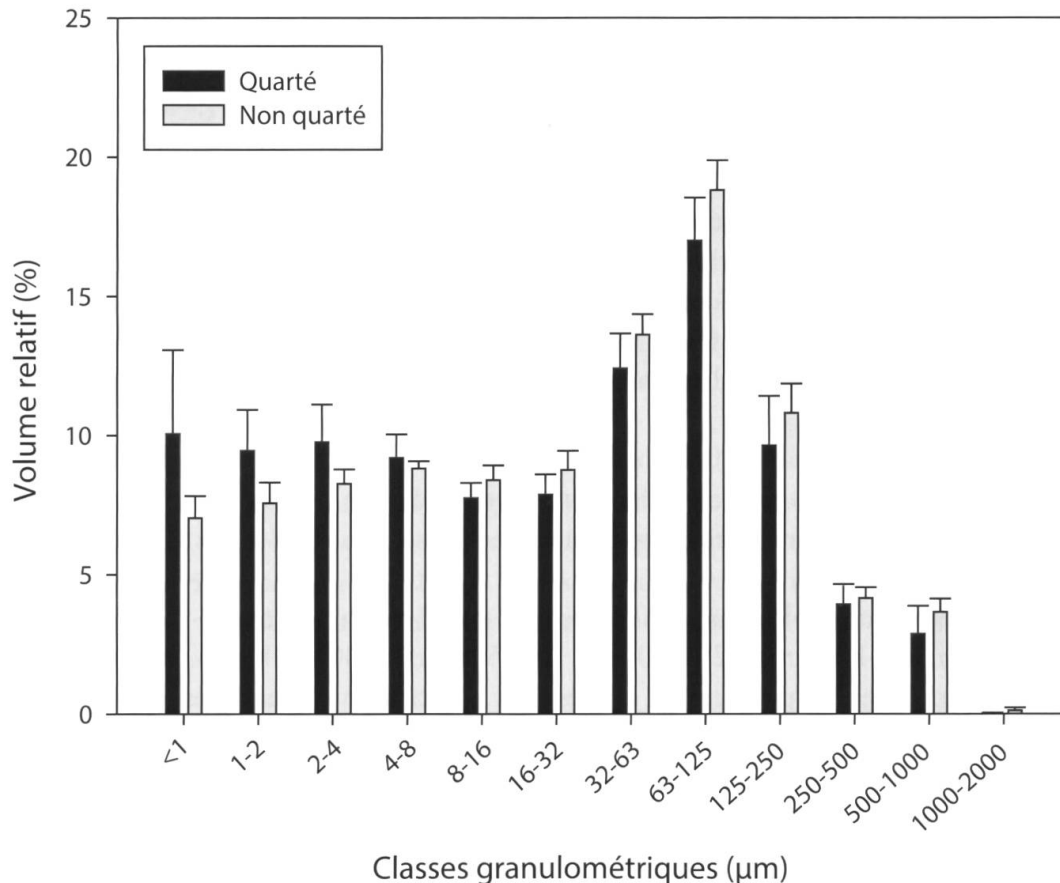


Figure 3.5. Résultats des analyses granulométriques réalisées sur l'échantillon AMB6 160-180 selon deux méthodes de prise d'échantillon (quartage et prise non quartée; n=5). La prise non quartée (« au hasard ») présente un écart-type plus faible que la prise quartée. Les fractions argileuses sont sous-estimées et les fractions sableuses légèrement surestimées dans la prise non quartée, par rapport à la prise quartée.

### 3.4.4. Éléments chimiques majeurs et traces

Entre 10 et 15 g d'échantillon de sol et de roche en poudre sont mélangés à du Mowiol 2 %, pressés sous forme de pastilles et séchés à 105 °C. Les échantillons sont analysés selon la méthode de la fluorescence aux rayons X (*X-ray fluorescence*; XRF) par un appareil FRX Philips PW2400. Les éléments légers (poids moléculaire < fluor) ne sont pas dosés par cette méthode. Une perte au feu à 1050° C permet de corriger la masse de l'échantillon lors du dosage des éléments majeurs et traces. Le pourcentage des éléments en traces et majeurs est calculé avec la méthode UniQuant, qui comporte une erreur standard de 50 ppm. Cependant, une plus grande précision n'était pas nécessaire du fait des objectifs de cette étude. Les éléments majeurs sont donnés en pourcentage relatif d'oxydes, puis convertis en pourcentage par élément. Les éléments dosés sont les suivants :

- majeurs: Si, Ti, Al, Fe, Mn, Mg, Ca, K, Na, P ;
- en traces: S, V, Cr, Ni, Zn, Rb, Sr, Zr, Ba, Pb.

### 3.4.5. RockEval

La pyrolyse RockEval® permet de caractériser le degré d'évolution des matières organiques mures dans les sols et les sédiments de manière semi-quantitative (DISNAR *et al.*, 2003 ; SEBAG *et*



*al.*, 2006). Les échantillons en poudre (entre 10 et 60 mg selon le taux de matière organique) sont chauffés graduellement dans un four. Deux étapes successives interviennent : une première phase de pyrolyse sous atmosphère inerte ( $N_2$ ) et une seconde phase d'oxydation en présence d'oxygène. Les résultats obtenus et utilisés dans la présente étude sont le pourcentage de carbone organique total (TOC) et de carbone minéral ( $C_{min}$ ). Le TOC est calculé comme la somme du carbone pyrolysé et oxydé.

### 3.4.6. Chromatographie ionique

Les cations en solution aqueuse extraits lors de la mesure du pH (§ 3.4.1.) sont dosés par chromatographie ionique grâce à un appareil ICS-2100 (Dionex). Dans les échantillons de sol de Ballens, les ions dosés sont le sodium, l'ammonium, le potassium, le magnésium et le calcium (en mg / L). Les résultats sont ensuite transformés en mg / g de sol, en fonction de la masse de l'échantillon ( $5\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ ), corrigée par la teneur en humidité résiduelle, et du volume d'eau (12.5 ml) utilisés pour l'extraction.

## 3.5. Traitement des données

### 3.5.1. Déconvolution des pics

#### Minéralogie (fraction $< 2\text{ }\mu\text{m}$ )

Lors de l'analyse minéralogique de la fraction  $< 2\text{ }\mu\text{m}$ , il est souvent difficile d'identifier les différents phyllosilicates présents dans les échantillons de sol. En effet, sous l'action de la pédogenèse, ces minéraux sont altérés et transformés, et les formes intermédiaires sont nombreuses et souvent mal cristallisées. Pour améliorer l'identification des pics relatifs à ces minéraux, la portion du diffractogramme traitant des pics primaires des phyllosilicates (entre  $4$  et  $11^\circ 2\theta$  environ) est déconvoluée séparément à l'aide du logiciel PeakFit™ (Systat Software Inc.). La partie du diffractogramme correspondante est isolée et lissée par une fonction utilisant la transformée de Fourier. Chaque échantillon est ensuite traité par la méthode des résidus. Des courbes de type Pearson VII sont ajoutées manuellement, puis les courbes sont ajustées automatiquement jusqu'à l'obtention d'une corrélation satisfaisante avec le diffractogramme d'origine (coefficient de détermination  $R^2 > 0.95$ ). Le mode de chaque courbe est représentatif d'un minéral donné et l'amplitude du pic représente l'abondance de ce minéral. Cette technique permet de différencier les minéraux suivants : smectite, chlorite, interstratifiés illite-vermiculite-Al-Fe (IV-Al-Fe), interstratifiés illite-vermiculite (IV), interstratifiés illite-smectite (IS1 et IS2) et micas.

#### Granulométrie

Les courbes granulométriques obtenues lors de l'analyse par diffraction laser sont souvent polymodales. La déconvolution de ces spectres avec le logiciel PeakFit™ permet d'individualiser les différentes populations de grains qui composent la courbe totale d'un échantillon (figure 3.6). La déconvolution est réalisée manuellement selon la méthode des résidus, en utilisant des courbes gaussiennes. Ces dernières sont ensuite ajustées par le logiciel afin d'atteindre une corrélation adéquate (coefficient de détermination  $R^2 > 0.95$ ) avec le spectre d'origine. Chaque courbe gaussienne est caractérisée par son mode et son aire (abondance relative du volume de la population de grains). La totalité des modes identifiés est représentée dans un histogramme de fréquences et un nombre restreint de classes « dominantes » est choisi (entre 5 et 6 modes principaux). Ces modes synthétiques sont ensuite utilisés pour caractériser la distribution des populations de grains pour chaque échantillon, en fonction de leur abondance relative.

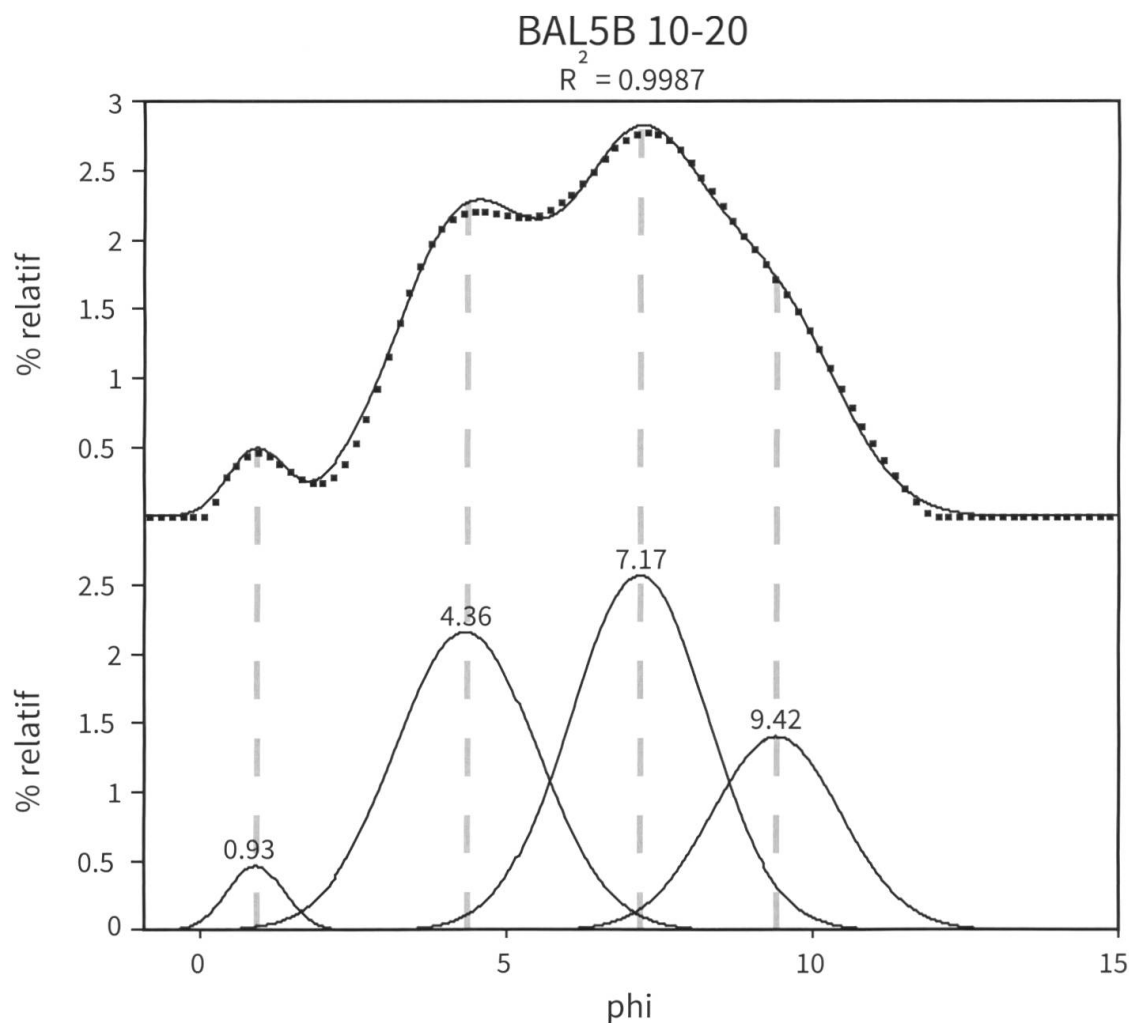


Figure 3.6. Exemple de déconvolution d'une courbe de distribution granulométrique (échantillon BAL5B 10-20). Les quatre courbes gaussiennes représentent quatre populations distinctes de grains, identifiées par leur mode granulométrique (en unités  $\Phi$ ). La courbe résultant de l'assemblage de ces quatre modes identifiés présente un coefficient de détermination  $R^2 > 0.99$  par rapport à la distribution d'origine.

### 3.5.2. Préparations des données pour les traitements statistiques

Avant de pouvoir effectuer différents traitements statistiques sur les données, ces dernières doivent être préparées dans le but d'éviter la création d'artéfacts ou de fausses corrélations. Dans le cadre de ce travail, les principaux traitements statistiques utilisés sont la classification ascendante hiérarchique (CAH) et l'analyse en composantes principales (ACP), réalisées à l'aide du logiciel Matlab.

#### Données closes à 100 %

Les données closes sont fréquemment rencontrées lorsque les résultats sont exprimés en pourcentages relatifs (p. ex. données granulométriques ou minéralogiques). Or, dans de telles conditions, les variables ne sont pas indépendantes entre elles et les résultats des traitements statistiques sont faussés. En conséquence, les données doivent être transformées avant leur utilisation (AITCHISON, 1999 ; TAUBER, 1999). Dans le cas des données granulométriques, la transformation par *isometric log-ratio* (ilr) est choisie, permettant la génération de coordonnées dans un système orthogonal (PAWLOWSKY-GLAHN & EGOZCUE, 2006). La transformation ilr est réalisée à l'aide du logiciel CoDaPack 2.0 (COMAS-CUFÍ & THIÓ-HENESTROSA, 2011). Les analyses en

composantes principales (ACP) peuvent ensuite être exécutées en utilisant les données ilr. Dans le cas des données minéralogiques, le problème est évité en utilisant pour les statistiques les valeurs brutes des intensités de chaque minéral en coups par seconde (cps), au lieu des pourcentages relatifs calculés.

### **Données présentant de grands écarts de valeur au sein d'une même variable**

En fonction de la variabilité des échantillons, des écarts considérables entre les valeurs minimale et maximale peuvent être observés au sein des variables. Si cet écart est  $> 10^3$ , la transformation logarithmique suivante est appliquée aux données :

$$x_t = \log_{10}(x_i + 1)$$

où  $x_t$  représente les données transformées et  $x_i$  les données initiales. Cette transformation permet la conservation des valeurs nulles et réduit le poids des valeurs fortes.

### **Normalisation des données**

Dans le cas où les traitements statistiques sont appliqués à un jeu de données mélangeant des variables exprimées en unités différentes (par exemple le pH, la minéralogie ou la profondeur), les données sont centrées-réduites avant de procéder aux analyses. La normalisation des données est réalisée en soustrayant à chaque valeur la moyenne de la variable considérée, puis en divisant par l'écart-type, comme suit :

$$x_t = (x_i - \mu) / \sigma$$

où  $x_t$  représente les données transformées et  $x_i$  les données initiales, et  $\mu$  et  $\sigma$  respectivement la moyenne et l'écart-type de la variable considérée. Les données résultantes présentent une moyenne de 0 et un écart-type de 1 au sein de chaque variable (distribution de la loi normale centrée-réduite).

## **3.6. Microscopie**

### **3.6.1. Micromorphologie**

Les lames minces de sol sont observées et décrites au microscope optique sous une lumière polarisée (*Plane Polarized Light*; PPL). Les structures cristallines (minéraux et cellulose principalement) sont identifiées en utilisant la lumière analysée (*Cross Polarized Light*; XPL) et la façon dont les différents cristaux réfléchissent la lumière lors de la rotation de la platine. Les principaux critères de description des lames sont les suivants (STOOPS, 2003 ; STOOPS *et al.*, 2010) : le type de structure, la taille et la forme des agrégats, la porosité, la présence et la répartition de grains minéraux (squelette), la présence de racines et de boulettes fécales, la teinte, la texture et l'arrangement du matériel fin (matrice) et les éléments figurés. Ces derniers comprennent par exemple les revêtements argileux liés au lessivage des argiles, les revêtements ferreux autour des racines, les amas de carbonates secondaires, les nodules indurés, etc. Dans le cadre de la présente étude, il a été décidé de réaliser une étude micromorphologique ciblée, c'est-à-dire se focalisant sur certains éléments choisis en fonction de questionnements précis, plutôt qu'une description détaillée de chaque lame mince de sol.



### 3.6.2. Caractérisation des argiles et autres particules < 2 µm (TEM)

La fraction décarbonatée < 2 µm de certains échantillons de sols et de roches calcaires est observée au microscope électronique à transmission. Une goutte de la solution préparée pour l'analyse minéralogique des argiles (§ 3.4.2.) est posée délicatement sur une grille en cuivre avec microfilm de carbone. Cette dernière est insérée dans un microscope Phillips CM-200 équipé d'une caméra haute résolution et situé au CSEM à Neuchâtel. Les manipulations et analyses sont effectuées par le Dr M. Daddras du CSEM. Les observations au microscope sont réalisées à une accélération de 200 KV et toutes les images sont prises à une distance de travail de 360 mm. Sur certaines particules, des observations en mode haute résolution (HR-TEM) sont réalisées. Le but est notamment de discerner les feuillets des phyllosilicates et de mesurer la distance interfoliaire, caractéristique de ces minéraux. Des analyses en micro-diffraction permettent d'étudier l'état de cristallinité sur un point précis d'une particule. Une sonde EDS (pour *Energy Dispersive X-ray Spectrometer*) permet l'analyse de la composition chimique des particules observées.

### 3.6.3. Exoscopie des grains quartz (SEM)

Des échantillons de sol et de roche calcaire sont sélectionnés en fonction de leur pourcentage relatif élevé en sables, d'après les résultats des analyses granulométriques. Entre 10 et 20 g de sol sec tamisé sont réhumectés et mis à agiter une nuit dans des flacons en présence de dispersant. Les agrégats résiduels sont écrasés et les échantillons sont tamisés à l'eau. Les fractions 63-125, 125-250 et > 250 µm sont conservées. Si nécessaire, la matière organique est détruite par ajout d'eau oxygénée. Les fragments de roche sont décarbonatés en utilisant du HCl 10 %, puis le résidu est lavé et tamisé de la même façon que les sols. Les fractions sableuses sont séchées à l'air libre, puis montées sur des portoirs et couvertes d'or et de carbone. Les échantillons sont observés à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type Tescan Mira LMU. Une sonde EDS permet d'effectuer des analyses chimiques *in situ* afin de discriminer les grains de quartz des autres particules minérales (silicates, oxy-hydroxydes de fer, plagioclases, etc.). Les grains de quartz sont caractérisés par leur forme (anguleux, sub-anguleux, arrondis, ronds, carriés) et par les marques présentes à leur surface. Ces dernières sont décrites en se référant au travail de LE RIBAUT (1977). L'état des marques (polies, fraîches) ainsi que leur position (sommets, arêtes, faces) et leurs éventuels chevauchements sont indiqués.