# CHAPITRE III

# L'effet de la chauffe sur les fabriques magnétiques "anormales"

#### Introduction

Lors des mesures d'anisotropie de susceptibilité magnétique (ASM) sur les sites échantillonnés dans les chaînons de Lagrasse et des Chaudrons, il est apparu que, bien que l'anisotropie de susceptibilité magnétique présente dans l'ensemble une fabrique acquise précocement par raccourcissement parallèle aux couches, certaines étaient obliques par rapport aux directions de raccourcissement connues et pour certaines vérifiées par la microtectonique. Ces fabriques, que l'on a qualifiées "d'anormales" sont, quelles que soit leur nature lithologique, systématiquement localisées à proximité de chevauchements. Il s'agit des écailles de calcaire gris ilerdien supérieur du duplex, des bancs horizontaux de même lithologie sur lequel il repose, et de la terminaison Ouest du pli de Lagrasse constituée de calcaires rouges sparnaciens (Fig. III-1, 2).

Lors des mesures paléomagnétiques (voir chapitre précédent), ces sites ont été chauffés par paliers de température successifs à raison d'une heure par palier jusqu'à 500°C en moyenne. Dans le cas des fabriques «anormales», la fabrique devient, avec la chauffe, cohérente avec les marqueurs microtectoniques. Dans le cas de fabriques normales, celles-ci tendent simplement à être mieux définies.

Il a été très tôt montré que la susceptibilité magnétique des roches sédimentaires était renforcée par traitement thermique (Dunlop, 1974; Thompson & Oldfield, 1973). Cette amélioration du signal facilite la mesure de l'anisotropie des roches faiblement susceptibles et faiblement anisotropes. Elle permet donc d'obtenir une meilleure définition des fabriques.

Ainsi, l'étude de l'évolution de la fabrique d'anisotropie de susceptibilité magnétique par traitement thermique a déjà été abordée par différents auteurs (Urrutia-Fucugauchi, 1981; Perarneau & Tarling, 1985; Schultz-Kruttisch & Heller, 1985; Jelenska & Kadzialko-Hofmokl, 1990; Li et al., 1998; Borradaile & Lagroix, 2000). Dans toutes les études sur les roches sédimentaires, la fabrique obtenue après chauffe est soit de type sédimentaire, soit de type tectonique et en accord avec les directions de raccourcissement locales. Ceux-ci interprétent donc le renforcement de la fabrique comme une recristallisation de minéraux ferromagnétiques mimant l'orientation des minéraux paramagnétiques. Toutefois, la composante d'ASM ajoutée lors de la chauffe peut parfois être parasite (Borradaile & Henry, 1997; Kropáček, 1976).

Pour pouvoir considérer ces fabriques chauffées à des fins structurales, nous avons entrepris une étude des propriétés magnétiques des roches approfondie afin de comprendre l'effet de la chauffe sur l'anisotropie de susceptibilité magnétique et la signification de la fabrique magnétique avant la chauffe.

Nous traiterons dans ce chapitre successivement les deux lithologies, calcaires sparnacien et ilerdien, dont les différences de fabrique d'anisotropie de susceptibilité magnétique avant/après chauffe peuvent être résumées par les figures III-1 et III-2.

Dans un premier temps seront présentés les résultats obtenus sur le site sparnacien (CAP 24) (Fig. III-1) de l'extrémité Ouest du pli. Echantillonné dans deux bancs superposés, il présente la particularité de montrer avant chauffe deux fabriques distinctes avec près de 90° de diffèrence entre les axes principaux de susceptibilité. Cette particularité a fait de ce site un site nilote qui a donné lieu à un article sous presse sur lequel nous nous baserons.

Dans un second temps, nous présenterons les études similaires menées de façon systématique sur les calcaires ilerdien supérieur constituant les écailles du duplex et le mur du pli de Lagrasse (Fig. III-2). En effet, ce sont les sites chauffés qui ont été utilisés pour l'interprétation cinématique du duplex de la Cagalière et il nous a semblé par conséquent indispensable de comprendre la nature du signal après chauffé.

Dans chacun de ces cas, différents types de mesures ont été réalisés afin de déterminer la minéralogie magnéti-

# CAP 24 Sparnacien

136

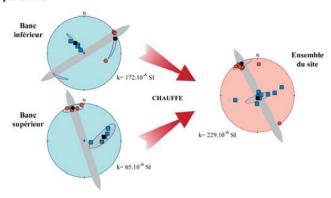


Figure III-1 : Site Sparnacien à l'extrémité Ouest du pli de Lagrasse échantillonné dans deux

Figure III-1: Site Sparnacien a l'extremite Ouest du pli de Lagrasse échantillonne dans deux banes superposés.

Projections stéréographiques après débasculement de la stratification des fabriques de susceptibilité magnétique et susceptibilité moyenne, avant et après chauffe des échantillons par paliers successifs jusqu'à 500°C. La direction indiquée sur chacune des projection est la direction de raccourcissement déduite de chacune des fabriques.

que (désaimantations 3 axes, cycles d'hystérésis, courbes thermomagnétiques...) et d'étudier les fabriques dans différentes gammes de coercivité (ASM, AARA partielles).

Tout ceci nous mènera à comparer l'effet de la chauffe dans des faciès différents et à des positions différentes par rapport aux chevauchements majeurs.

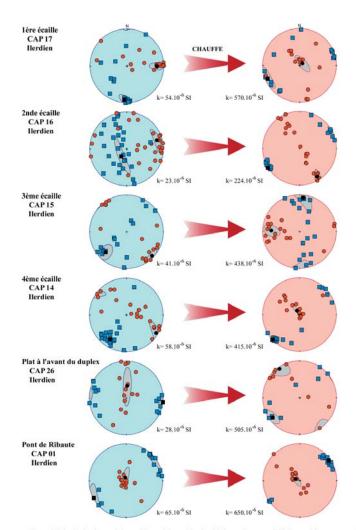


Figure III-2 : Projections stéréographiques débasculées des fabriques de susceptibilité magnétique et susceptibilité moyenne de sites de l'Ilerdien inférieur, avant et après chauffe des échantillons par paliers successifs jusqu'à 600°C.

# I. DONNÉES AARA/ASM DU SITE SPARNACIEN A LA TERMINAISON OUEST DU PLI

Cette étude des calcaires rouges du Sparnacien a été motivée par l'observation, dans deux bancs superposés, de deux fabriques d'anisotropie de susceptibilité magnétique distinctes, donnant, après chauffe des échantillons, une seule et même fabrique pour les deux bancs cohérente avec les marqueurs microtectoniques observés (Fig. III-2). La seule différence observée à l'œil entre les deux bancs est une légère différence de couleur. Les calcaires du banc inférieur sont légèrement plus rouges que les calcaires du banc supérieur. Ceci correspondant aussi à une différence de susceptibilité, le banc inférieur plus rouge étant également plus susceptible.

Sur chacun de ces bancs, les fabriques magnétiques de 6 échantillons ont été étudiées en utilisant avant et après chauffe trois techniques différentes: l'anisotropie de susceptibilité magnétique (ASM), l'anisotropie de rémanence anhystérétique (AARA) basse coercivité (0-50 mT), ainsi que celle de haute coercivité (50-100 mT). L'ASM nous permettant d'accéder à l'orientation préférentielle de l'ensemble des constituants de la roche, l'AARA a été utilisée pour isoler la seule partie ferromagnétique et s'affranchir d'éventuelles inversions d'axes (Rochette, 1988) avec différentes gammes de coercivité afin de toucher différentes tailles de grains ferromagnétiques. L'ASM a été remesurée après chaque palier de chauffe afin d'en voir son évolution et des mesures d'anisotropie d'aimantation rémanence isotherme (AARI) sont venues compléter l'étude des fabriques avant chauffe.

L'ASM en cours de chauffe ainsi que l'ASM et l'AARA avant/après chauffe ont fait l'objet d'un article, présenté ci-après, que nous complèterons ensuite en contraignant mieux la minéralogie magnétique grâce à des cycles d'hystérésis. Une fois déterminés les minéraux à l'origine de l'aimantation induite et de l'aimantation rémanente, nous en récapitulerons les fabriques et nous chercherons l'origine des différentes fabriques et de leur évolution à travers l'observation des lames minces.

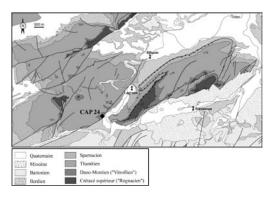


Figure III-3: Position du site Sparnacien CAP 24

# A. Article 3: Cryptic magnetic fabric of tectonic origin revealed by heating of sedimentary samples from the Corbières, France.

[article sous presse à Phys. Chem. earth., 2002, 27/25-31, p.1253-1262]

# Cryptic magnetic fabric of tectonic origin revealed by heating of sedimentary samples from the Corbières, France.

by

Christine Souque, Philippe Robion and Dominique Frizon de Lamotte

Université de Cergy-Pontoise, Département des Sciences de la Terre, (CNRS UMR 7072) ; 95 031 Cergy Cedex ; France

#### Abstract :

It is largely recognized that heating enhances magnetic signal and that this is probably due to crystallization in a pre-existing petrofabric. This paper presents an example where heating not only enhances the magnetic fabric, but reveals a primary tectonic fabric overprinted by a late crystallization. We focus on a site of red Paleocene silts from the Lagrasse area (Aude, France), which exhibits, in two superimposed beds, primary (due to layer parallel shortening) and secondary (due to late crystallization) fabrics. Partial anisotropy of anhysteretic remanent magnetization (pAARM) and magnetic mineralogy investigations led us to consider that heating allows the growth of oxides, enhancing a cryptic pre-existing fabric.

#### Introduction

In weakly deformed rocks, enhancement of anisotropy of low field magnetic susceptibility (AMS) during experimental heating has been used by several authors to help in petrofabric interpretations (Perarneau and Tarling, 1985; Jelenska and Kadzialko-Hofmokl, 1990; Li et al., 1998; Borradaile and Lagroix, 2000; see other references in Tarling and Hrouda, 1993). This research was aimed at providing an easy tool for highlighting sedimentary fabrics by heating rocks that have low susceptibility and/ or weak anisotropy. Upon heating, new ferromagnetic phases are known to form and grow in orientations that mimic the natural preexisting petrofabric. The importance of highlighted fabrics has been emphasized through compatibility with independent data such as current directions or regional tectonic trends.

However, there are inherent limitations that must be considered in measurement of AMS and enhancement of AMS. In an AMS measurement, the magnetic mineral sources are not only the ferromagnetic fraction (minerals with natural remanences), but also the matrix fraction (dia-, paramagnetic and antiferromagnetic phases) of the bearing rock (see Rochette et al., 1992; Borradaile and

Henry, 1997 for exhaustive reviews). Thus, care should be taken in enhanced AMS fabric analyses and attention to the heating products of each magnetic mineral fraction. Another important limitation pointed out by Borradaile and Henry (1997) and Borradaile and Lagroix (2000) is multicomponent anisotropy. If rocks have suffered a complex deformational history, the interpretation of fabric enhancement is not straightforward. Competing fabrics may coexist and interpretations must take into account the weight of each. As suggested by Borradaile and Lagroix (2000), a way to progress in the understanding of multicomponent anisotropy, and their respective enhancement, is to use a technique such as remanence anisotropy. Used in parallel with AMS, remanence anisotropy data can constrain the enhancement of fabrics due to the ferromagnetic fraction of grains. We present results illustrating a case where incremental heating reveals a cryptic magnetic fabric.

# Geological context of the studied samples

Samples were acquired from the Lagrasse area, which is part of the Corbières-Minervois transfer zone in the northeastern foreland basin of the Pyrenees (Fig. 1). The

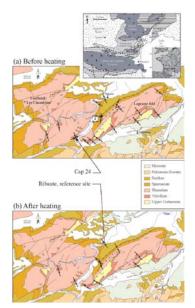


Fig. 1: Location of the Lagrasse fold in the thrust system of the north-eastern Pyrenean foreland. Geological map of the Lagrasse fold (modified from Ellenberger et al., 1985). Arrows indicate shortening directions deduced from AMS fabric (a) of natural samples, (b) after heating of the samples.

studied site is located in the footwall of the ramp-related Lagrasse fold (Fig. 1) (Averbuch et al., 1992; Frizon de Lamotte et al., 1997). At outcrop scale, tectonic features, such as cleavage and minor faults, have widespread occurrence throughout the region. Cluzel (1977) recognized two successive tectonic events, which have been related to two episodes in the formation of the Lagrasse fold (Averbuch et al., 1992; Frizon de Lamotte et al., 1997). The first event is characterized by a NNW-SSE tectonic transport direction and developed during the early phases of the deformation. The second event characterized by a NW-SE tectonic transport direction. is related to out-of-sequence thrusting rooted in the rear zone of the Lagrasse fold. Extensive AMS studies by Averbuch et al. (1992), Averbuch (1993), Souque et al. (submitted) show, in general, a remarkable consistency

140

with the tectonic trends (Fig. 1). The magnetic fabric appears to have recorded the early layer parallel shortening that preceded folding and it has been demonstrated that subsequent folding and faulting has not changed this imprint (Averbuch et al., 1992).

Three sampling sites exhibit oblique or composite magnetic fabrics. The two sites where the magnetic lineation is strongly oblique to the regional trend are situated along the frontal thrust of the Lagrasse fold. The site with a composite fabric is located in the foreland close to the western tip of the Lagrasse fold (site Cap 24, Fig. 1a). In our study, a composite fabric refers to there being two distinct sub-fabrics identifiable (i.e., two magnetic foliations at right angles to each other). One fabric is characterized by a normal to bedding magnetic foliation, which is consistent with the shortening direction deduced from fault slip data (Fig. 2). The second fabric appears to have no direct tectonic significance. Re-measurement of the AMS after heating up to 500°C indicates magnetic fabrics that are consistent only with tectonic observations (Fig. 1b). All oblique and composite fabrics have become consistent ones. We focus on the CAP 24 site, to investigate further these preliminary data

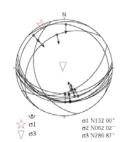


Fig. 2: Stress tensor inferred from inversion microtectonic measurements (Angelier, 1994) after bedding corrections ( $\lambda 1$ ,  $\lambda 3$  are the maximum and minimum axes of the stress tensor, respectively).

## Methods

The magnetic anisotropy of standard cylindrical specimens (2,5 diameter x 2,2 length) have been investigated using two different ways: (1) anisotropy of low field magnetic susceptibility (AMS), and (2) anisotropy of anhysteretic remanent magnetization (AARM).

AMS was measured using AGICO Kappabridge KLY-38 susceptibility bridge in the spinning specimen mode. During the measurement, the specimen rotates at a speed of 0.5 r.p.s around three orthogonal axes. In each of the three corresponding orthogonal planes, magnetic susceptibility is measured. An additional measurement of bulk susceptibility allows the magnetic anisotropy tensor to be computed. The induced magnetic field associated with this allows the total contribution of the magnetic constituents to be determined. This includes the matrix contribution, consisting of diamagnetic, paramagnetic and antiferromagnetic minerals, and ferromagnetic contribution, which consists of ferromagnetic and ferrimagnetic minerals (NRM mineral carriers).

Anisotropy of anhysteretic remanent magnetization (AARM) (Mac Cabe and Jackson 1985 : Jackson 1991) was measured to access the ferromagnetic contribution. Measurement of remanent magnetization is made after an artificial magnetic field is applied to the samples in 12 successive orientations (following the method of Jelinek (1993)). Anhysteretic remanent magnetization is obtained by superposition of a small direct field (DF=0.1 mT) on a steadily decaying alternating field (AF) from a peak value of 100 mT. Such a measurement is suitable for detecting fabrics due to magnetite. When ferromagnetic oxides are mixed or are present over different ranges of coercivities, a refinement of this technique is to apply an ARM in different windows to get a partial anhysteretic remanent magnetization (pARM) (Jackson et al., 1988). For instance, to obtain pARM for the window between 50 and 100 mT, we must apply an ARM (AF + DF) with AF peak value of 100 mT, switch the DF off at 50 mT, and then demagnetize from an AF peak value of 50 mT. We established pARM curves, in one direction of the samples, from 0 to 100 mT using sliding window of 5 mT. For AARM measurement, two windows were chosen: 1) low coercivity window between 0 and 50mT, 2) and high coercivity window between 50 and 100mT.

For both, the AMS and pAARM methods, the relationship between applied field and magnetization is described by a second rank tensor. This tensor can be represented geometrically by an ellipsoid with three principal axes (K1,K2,K3), which correspond to the eigenvalues  $(K1\geq K2\geq K3)$ . This ellipsoid was to the eigenvalues  $(K1\geq K2\geq K3)$ . This ellipsoid was characterized using classic parameters outlined by Hrouda (1982). The bulk susceptibility, K=(K1+K2+K3)/3, combined with anisotropy degree, P=K1/K3, was used to assess changes in magnetic mineralogy. The ellipsoid shape was investigated with the T parameter (Jelinek, 1981). When 1<T<0 magnetic ellipsoid is prolate while

0<T<1 indicates oblate ellipsoid.

To monitor the evolution of magnetic anisotropy during heating, we proceeded in several steps. Prior to heating, AMS and pAARM were measured within the low and high-coercivity windows. Samples were thus heated and cooled in steps of 20°C until 500°C in a similar way to thermal demagnetization used in paleomagnetic study. At each temperature step we heated samples during 50 minutes and after cooling we measured AMS. When the final temperature step was reached, we measured AARM in addition to AMS. Gif-sur-Yvette paleomagnetism laboratory (LSCE, CNRS-CEA) provided us the oven and KLY3 to measure all AMS fabrics during heating. All the other devices, KLY3 before heating, AF and DC coils for AARM and JR5 for magnetization measurements have been made at Cerzy-Pontoise.

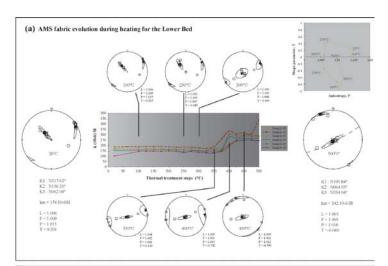
Investigation of the magnetic mineralogy was carried out by 3-axes thermal demagnetization of standard specimens following the method of Lowrie (1990). We applied fields of 1.1T, 500mT and 100mT to each of the three orthogonal axes twice to each sample, and thermally demagnetized in steps from room temperature to 680°C. This enables blocking temperature and coercivity spectra of the ferromagnetic contribution in our samples to be investigated before and after heating. Curie temperature were obtained using the AGICO CS-3 apparatus designed to detect thermal changes in low field magnetic susceptibility measurements.

#### Results

# Pre-heating and post-heating anisotropy fabrics

From the site marked Cap24 (Fig. 1), we studied twelve core samples taken from two similar superimposed beds of red «Sparnacian» silts. Six samples were taken from each bed. Anisotropy of Magnetic Susceptibility fabrics identified before heating are characterized by the minimum susceptibility axis (K3) in the bedding plane (Fig. 3). This fabric is interpreted as a tectonic fabric with a lost sedimentary signal (Jackson et al., 1989). Directions are well defined, but are different between the two beds. By comparing our data with microtectonic data from the same outcrop (Fig. 2), we observe that AMS of samples from the upper bed is consistent with microtectonic data (K3 axis and shortening direction are parallel) whereas tectonic significance of AMS from the lower bed is difficult to interpret. In addition, all samples from lower bed have a susceptibility about 3 times greater than those of the bed above

All of the samples were heated from room temperature to



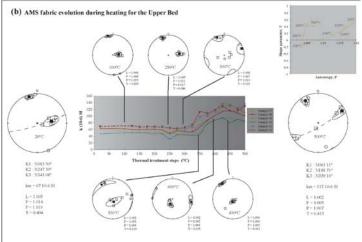


Fig. 3: Enhancement of AMS fabric during thermal heating of (a) samples from the lower bed, and (b) samples from the upper bed, after bedding correction. Maximum and minimum axes of susceptibility are indicated with squares and circles respectively. The dashed line marks the magnetic foliation plane containing K1 and K2. Inset shows the evolution of shape parameters (P and T) and bulk susceptibility (K).

500°C in steps of 25° (Fig. 3). Mean magnetic susceptibility (Km) is constant until 360-380°C and then rapidly increases to a second level. After this transition, the bulk susceptibility value is twice as high, for both sets of samples. Orientations of the principal susceptibility axes stay unchanged until 300°C. Above this temperature, the axis orientations are more scattered around the previous mean directions. At 450°C, the principal axes settle to their new and final position, where we observe a better clustering of the minimum susceptibility axes. After heating, the magnetic fabrics from each bed have the same magnetic foliation (underlined with a dashed line, Fig. 3), which gives a "shortening direction" that is consistent with tectonic data (Fig. 2).

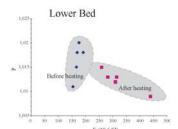
The plot T (shape parameter) versus P (anisotropy degree) (Fig. 3) shows that, upon heating, the shape of ellipsoids evolves from an oblate fabric (T>0) to a less oblate fabric, or even to a triaxial fabric. A prolate fabric (T<0) is apparent at intermediate temperatures. However, the paths are different for both sets of samples. P reduces significantly during heating (Fig. 4). There is no clear relationship between the modification of shape parameters and the principal susceptibility axis orientation. A general observation is that the orientations of the maximum susceptibility axes first change when Km is approximately constant, and the minimum susceptibility axes rotate when Km increases sharply (around 350-400°C). Furthermore, the rotation of the minimum susceptibility axes corresponds to the shape parameter stability.

Before heating, partial anisotropy of anhysteretic remanent magnetization (pAARM) fabrics, between 0 and 50 mT, for samples from the lower bed indicate fabrics that are inconsistent with microtectonic data. This agrees with the AMS fabric before heating, and possible axis inversions can therefore

be ruled out (Rochette et al., 1992). The pAARM data (0-50 mT) from the upper bed are quite scattered (Fig. 5), but we distinguish a similar fabric. The high-coercivity pAARM fabrics (windows 50-100 mT), acquired from the lower bed, have scattered directions. From the upper bed they have well-defined orientations, which appear coaxial to the tectonic fabric in aercement with AMS.

After heating, the pAARM (0-50mT) fabrics from the two beds are similar to the AMS and consistent with tectonic data. The high-coercivity pAARM fabric from the lower bed is identical. For the upper bed, it is rather similar but less conclusive.

From pre-heating to post-heating fabrics we observe that fabrics are enhanced towards a primary tectonic fabric with the minimum axis of susceptibility close to the



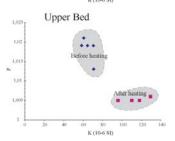


Fig. 4: Anisotropy parameter P (K1/K3) versus bulk susceptibility (K) for pre- and post-heating samples.

regional shortening direction. Partial ARM curves show that the amount of low-coercivity and high-coercivity grains both increase during heating.

# 3-axis demagnetization

Measurements were performed on twin samples before and after heating (500°C). The 3-axis IRM experiments do not demonstrate any significant difference in magnetic mineralogy between the two sets of samples, but indicate that a ferromagnetic mineral is created during heating (Fig. 6).

For the un-heated samples, 3-axis IRM demagnetization experiments indicate the association of medium to low-coercivity phases with a blocking temperature at 580°C, and high to medium-coercivity phases with blocking temperatures above 580°C. The former is attributed to magnetite and the latter to hematite. Magnetite appears to have a large distribution in the grain size distributed

142

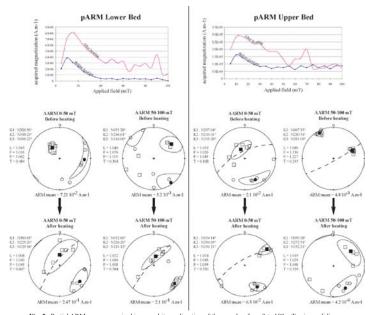


Fig. 5: Partial ARM curves, acquired in one arbitrary direction of the samples, from 0 to 100 mT using a sliding window of 5 mT (see text for full explanation). Partial anisotropy of anhysteretic remanent magnetization (pAARM) data from pre- and post-heating samples are indicated for a low-coercivity AF window between 0-50 mT and high-coercivity AF window between 50-100 mT. Dashed lines indicate magnetic foliations. Data are presented after tectonic correction. Principal axes are indicated

on low and medium coercivity range. Coarse grains have an unblocking temperature of \$80°C close to the Curie temperature, while fine grains exhibit a lower unblocking temperature, which is responsible for the concave curve shapes. A run with 500°C heated samples (Fig. 6 b, d) shows an increase of magnetization of the low and medium-coercivity components, especially the 100 mT component, while the high-coercivity component has decreased. The blocking temperature trends are similar to the first run. However, the high-coercivity component of magnetization, mainly due to hematite, is reduced upon heating.

as in Fig. 3.

144

## Thermal change of magnetic susceptibility (CS-3)

Thermal variation of magnetic susceptibility for samples from the upper and lower beds can be seen in Figure 7. Three heating and cooling cycles were performed on each bed, allowing us to study the Curie temperatures of the magnetic carriers, and assess any creation of new phases. In each experiment, most of the susceptibility is lost after 580°C indicating that magnetite is the dominant carrier. Above 580°C, the heating curve reveals the presence of hematite, but with a small contribution.

When we heat samples until 700°C, a large Hopkinson peak (H-peak) appears on cooling (Hopkinson, 1889) at

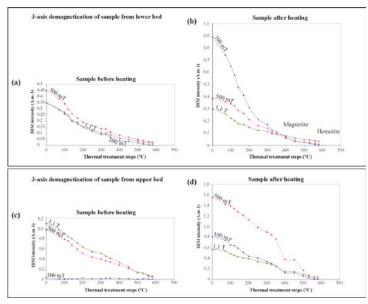


Fig. 6: Thermal demagnetization of 3-axis saturation IRM following the method of Lowrie (1990) with applied fields of 1.1T, 500mT and 100mT. a) and c) 3-axis IRM demagnetization of unheated samples; b) and d) 3-axis demagnetization of the same sample which has been pre-heated.

410°C with a susceptibility 4.7 times higher than before heating. This reveals the development of new single domain (SD) or pseudo single domain (PSD) magnetite grain. The H-peak represents the superparamagnetism of grains between their unblocking and Curie temperatures, and the difference between unblocking and Curie temperatures is emphasized when grains are small (Radhakrishnamurty and Likhite, 1970; Dunlop, 1974). The blocking temperature spectrum we observe is significant for SD grains. The main difference between the samples is a wider H-peak for the sample from the upper bed, and narrower H-peak for the lower, which is representative of bigger grains. We do not observe any Hopkinson peak when samples are heated only up to 500°C and 600°C.

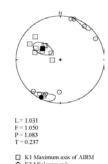


Fig. 8: Anisotropy of isotherm remanent magnetization (AIRM) of all the samples of the cap 24 site.

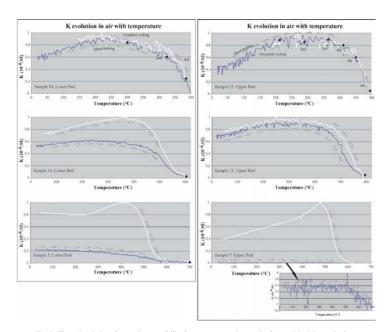


Fig. 7: Thermal evolution of magnetic susceptibility for two representative samples from each bed. Successive heating and cooling cycles have been performed to investigate the mineralogical evolution. The broad Hopkinson peaks reflect the broad blocking temperature distribution.

## Discussion and conclusion

146

Regional magnetic studies display evolved tectonic fabrics, with K1 and K3 in the bedding (Averbuch et al., 1992; Averbuch, 1993; Souque et al., submitted). K1 is orthogonal to shortening direction. In the studied site, cap24, two distinct fabrics are shown by AMS before heating. The first one is consistent with regional data, K3 is in the bedding and is parallel to a shortening direction N150: this fabric is assumed to be a primary tectonic fabric. The second one has a steeper K1 axis with a direction close to N300, and a K3 axis in the bedding plane: we consider this fabric as a secondary late tectonic fabric. Consequence of heating samples is to progressively transform the secondary fabric back to the primary one. During heating, creation and/or recrystallization of ferromagnetic phases, mainly magnetite, could be responsible

for the modification of magnetic fabric. We will now discuss, on the basis of ferromagnetic fabric measurements (AARM and AIRM), the origin of such a change in AMS fabric.

Before heating, AARM fabrics reveal that the two different fabrics are already coexisting at the scale of the sample. The low-coercivity AARM records the secondary tectonic fabric, while the high-coercivity fabric records the primary tectonic one. It is worth noting that there is not a strict coaxiality between the AARM axes and the axes of expected tectonic fabric defined with AMS. For instance, in both the lower and upper beds K1 of low-coercivity AARM is parallel to expected position while K3 is quite different. For high-coercivity AARM, K3 is parallel to expected position while K1 is quite different. At the scale of the sampling site, the main difference is

that secondary fabric is better expressed in the lower bed and primary fabric is better expressed in the upper bed The dominant AARM fabric is thus in agreement with AMS fabric and we can explain the presence of different ferromagnetic fabrics before heating, by a mixing of grains with different coercivities. The fine grain fraction, with high-coercivity, preserves primary information, and the coarse grain fraction, with low-coercivity, records late tectonic fabric. Additionally, anisotropy of isothermal remanent magnetization (AIRM, not described in the results section, Fig. 8) performed on all samples before heating confirms the relationship between coercivity range and fabrics. Indeed, this method isolates mainly the low-coercivity fraction (< 20 mT). On all the samples (upper and lower bed) AIRM records the low-coercivity secondary tectonic fabric Furthermore AMS fabric records the dominant ferromagnetic fabric and is independent of grain size. An interesting result is the good agreement between AMS and AARM (50-100mT) in the upper bed showing that for fine grains axis inversion between susceptibility measurements and remanence measurements is not ne-

After heating, each AARM fabric evolved towards the primary tectonic signal and is consistent with AMS. We apparently lost the secondary tectonic fabric. In the upper bed the low-coercivity AARM (0-50mT) fabric is the best defined, while in the lower bed this is the highcoercivity AARM one (50-100mT). By comparing AMS and AARM fabric, two mechanisms could be invoked to explain the modification of magnetic fabric and its evolution toward a primary tectonic fabric: ferromagnetic grain destruction/creation and growth. The significant increase of the pARM spectrum is an argument, which may suggest that the pre-heating fabric is completely hidden and any destruction can not be thus distinguished pARA spectra display a more important increase of ferromagnetic minerals quantity in the low-coercivity range, with a maximum magnetization peak around 15-20 mT after heating (Fig. 5). We interpret such an evolution after heating as significant of an increase of the amount of MD grains (Jackson, 1991) and, to a less extent, of SD grains After heating, the coarse-grain fraction is associated to well developed AARM fabrics. This can be explained by growth of ferromagnetic grains in the pre-existing primary tectonic fabric. It is well illustrated in the upper bed by a change of dominant coercivity AARM fabric during heating, towards the dominant low-coercivity AARM fabric

From the 3-axis demagnetization on heated samples (Fig. 6 b, d), we note that the increase of mean magnetization could not explain the growth of only pre-existing

ferromagnetic phases. New magnetic phases have to be created too. The decrease of anisotropy and shape parameters, P and T, of high-coercivity AARM fabric from the upper bed corroborates the apparition of SD magnetite (Borradaile and Henry, 1997), and AARM displays weaker preferential orientations than before heating. This scattering of magnetic fabric in this coercivity range during heating, indicates that the new fine grains are either well developed, anisotropic but without any preferential orientation, or are isotropic.

Susceptibility evolution curves under heating (Fig. 7), performed on powders with a CS-3 device, indicate that there is no recrystallization until 500°C and no susceptibility modification. Nevertheless, on a standard specimen (10.8 cm3) the main variation of orientation of AMS axes appears at and above 400°C and is accompanied by an increase in bulk susceptibility. Different kinetics of chemical and structural reactions in cylindrical specimens and in powder may be invoked to explain such a result. Reactions are certainly slower in cylindrical specimens but samples are heated by successive steps of one hour while powder is heated continuously in the course of 1 hour by steps of a few second from room temperature to the maximum temperature. So we can consider that crystallizations observed at higher temperatures with CS-3 curves are probably initiated at 500°C in our core samples. Curves obtained from heating up to 600 and 700°C record the formation of magnetite. This trend seems to be confirmed in higher heating steps with, for the upper bed, a Hopkinson peak characteristic of SD minerals. We conclude that main magnetic changes on standard cylindrical specimen appear between 325°C and 400°C. Beyond that temperature we get a constant susceptibility and fabrics evolution with temperature until 500°C

In a conclusion, we suggest that contrasting fabrics can coexist and occur together as a consequence of distinct tectonic events. The post-heating fabric is consistent with fault slip data, which is assumed to be pre-folding (Fig. 2). Later thrust activation and associated crystallization of minerals with preferred orientation, may have occurred sufficiently to hide the primary pre-folding fabric in some samples, and give rise to a secondary tectonic fabric. Heating allows to decipher the primary tectonic fabric. When the primary tectonic fabric is insufficiently pronounced, heating can lead to a previous sedimentary fabric (Jelenska and Kadzialko-Hofmokl, 1990). Further work is required to better understand the different mechanisms active during heating.

## Acknowledgments

We thank the LSCE (CEA, Gif-sur-Yvette, France)

for access to their oven and the ENS laboratories (Paris) for use of the AGICO CS-3 device. Special thanks to C. Kissel and C. Laj from LSCE for their constant support during all the steps of this work. The paper has benefited greatly from the critical reviews of B. Henry and R. Weaver. Additional magnetic susceptibilities vs temp (fig-5) could not have been performed without the help of B. Henry.

#### References:

Angelier J., 1994. Fault analysis and palaostress reconstruction. In: P.L. Hancock (editor), Continental Deformation. *Pergamon Press, Oxford*, p.53-100.

Averbuch, O., Frizon de Lamotte, D. and Kissel, C. 1992. Magnetic fabric as a structural indicator of the deformation path within a fold-thrust structure: a tes case from the Corbières (NE Pyrenees, France). *J. Struct. Geol.*, 14, 4, p.461-474.

Averbuch O., 1993. Caractérisation de la déformation dans les structures de chevauchement-plissement. Utilisation couplée du magnétisme des roches et de l'analyse structurale. (Exemple dans les Corbières, l'apennin Central et le Taurus Occidental). Thèse de doctorat, Univ. Paris-Sud

Borradaile, G.J. and Henry, B., 1997. Tectonic applications of magnetic susceptibility and its anisotropy. *Earth Sci. Rev.*, 42, p.49-93.

Borradaile, G.J., and Lagroix, F., 2000. Thermal enhancement of magnetic fabrics in high grade gneisses. *Geophys. Res. Let.*, 27, 16, p. 2413-2416.

Cluzel, D., 1977. Etude microtectonique de l'avant-pays de la nappe des Corbieres orientales (Aude, France). *Thèse de 3ème cycle*, Université Paris sud, Orsay.Dunlop, D.J., 1974. Thermal enhancement of magnetic susceptibility. *J. Geophys.*, 40, p.439-451.

Ellenberger, F., Plaziat, J.C., Freytet, P., Jaffrézo, M., Charrière, A., l'Homer, A., Legrand-Lespinasse, N., Huguet, J., Bessière, G. & Berger G., 1985. Carte géologique de la France à 1/50 000 – Feuille Capendu (1060), éd. du BRGM, Orléans, France.

Frizon de Lamotte, D., Mercier, E., Dupré la Tour, A., Robion, P. and Averbuch, O., 1997. Cinématique du plissement et déformation interne des roches. L'exemple du pli de Lagrasse (Aude, France). C. R Acad.Sci., 324, série IIa, p.591-598.

Hopkinson, J., 1889. Magnetic and other physical properties of iron at a high temperature. *Phil. Trans. Roy. Soc. London Ser.* A, 180, 443.

148

Hrouda, F., 1982. Magnetic anisotropy of rocks and its application in geology and geophysics. *Geophys. Surv.*, 5 p. 37-87

Jackson, M. J., W. Gruber, J. Marvin, and S. K. Banerjee, 1988. Partial Anhysteretic remanence and its anisotropy; application and grainsize dependence. *Geophys. Res. Lett.*, 15 p.440-443.

Jackson, M. J., Craddock, J. P., Ballard, M. M., Van der Voo, R. and McCabe, C. 1989. Anhysteretic magnetic anisotropy and calcite twin strains in Devonian carbonates from New York State. *Tectonophysics*, 161, p.43-53.

Jackson, M., 1991. Anisotropy of magnetic remanence: A brief review of mineralogical sources, physical origins, and geological applications, and comparison with susceptibility anisotropy. *Pageoph*, vol. 136, 1, p.1-28.

Jelenska, M. and Kadzialko-Hofmokl, M., 1990. Dependance of anisotropy of magnetic susceptibility of rocks on temperature. *Phys. Earth Planet. Int.*, 62, p.19-31

Jelinek, V., 1981. Characterization of the magnetic fabric of rocks. *Tectonophysics*, 79, p.63-67.

Jelinek, V., 1996. Theory of measurement of anisotropy of isothermal remanent magnetization of rocks. *Travaux Géophysiques*, XXXVII (1993-96), p.124-134

Li, Z.X., Dobson, J, Chen, Z., Chang, W.J., and St. Pierre, T.G., 1998. Multimodal investigation of thermally induced changes in magnetic fabric and magnetic mineralogy. *Geophys. J. Int.*, 135, p.988-998.

Lowrie, W., 1990. Identification of ferromagnetic minerals in a rock by coercivity and unblocking temperature properties. *Geophys. Res. Lett.*, 17, p.159-162.

McCabe, C. and Jackson, M., 1985. Magnetic anisotropy in the Trenton limestone: Results of a new technique, anisotropy of anhysteretic susceptibility, *Geophys. Res. Lett.* vol. 12, n°6, p.333-336.

Perarneau, A. and Tarling, D.H., 1985. Thermal enhancement of magnetic fabric in Cretaceous sandstones. *J. Geol. Soc. Lond.*, 142, p.1029-1034.

Radhakrishnamurty, C., and Likhite, S.D., 1970. Hopkinson effect, blocking temperature and Curie point in basalts. *Earth Planet. Sci. Lett.* 7, p.389-396.

Rochette, P., Jackson, J. and Aubourg, C., 1992. Rock magnetism and the interpretation of anisotropy of magnetic susceptibility. *Rev. Geophys.*, 30, p.209-226.

Souque C., Frizon de Lamotte D, and Robion P., 2001. 3D Kinematics of a duplex: the «La Cagalière» example (NE Pyrenees, France), submitted to *Geod. Acta*.

Tarling D.H. and Hrouda F., 1993. The magnetic anisotropy of rocks. Chapman & Hall eds., London, 217 p.

Chapitre 3

#### B. Compléments sur la minéralogie magnétique

Afin de compléter l'étude de la minéralogie magnétique basée sur la méthode de désaimantation 3 axes (Lowrie, 1990) et présentée dans l'article, des cycles d'hystérésis (Fig. III-3) ont été réalisés. Nous allons tout d'abord décrire et interpréter les cycles obtenus avant de faire un bilan de la minéralogie magnétique du site d'après les résultats des différentes approches. Ce afin de définir les minéraux principalement responsables des fabriques de susceptibilité et de rémanence.

#### 1. Cycles d'Hystérésis

La mesure de la susceptibilité magnétique en champ fort et en champ faible nous permet d'obtenir les proportions de la susceptibilité magnétique totale dues aux minéraux ferromagnétiques et para/diamagnétiques (Fig. III-4). Il apparaît nettement que les ferromagnétiques sont essentiellement à l'origine de la susceptibilité avant chauffe (de 55 à 75%), proportion qui augmente en cours de chauffe pour atteindre 80 à 91%. Ceci montre que la croissance de la susceptibilité totale en cours de chauffe est à relier à l'augmentation de la quantité de minéraux ferromagnétiques et est en accord avec ce que l'on a pu voir dans les résultats précédents.

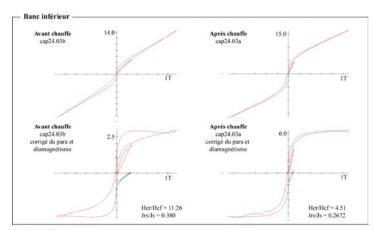
Les échantillons étudiés présentent un mélange de minéraux de moyenne et haute coercivité qui donne aux cycles d'hystérésis un aspect en «taille de guêpe» (Fig. III-4). Les paramètres d'hystérésis obtenus grâce à ces cycles ont été représentés dans un diagramme  $H_{cr}$  en fonction de  $J_n/K_{ferro}$  (Fig. III-5). La faible quantité de points permet simplement de dégager une tendance sur la nature de la minéralogie.

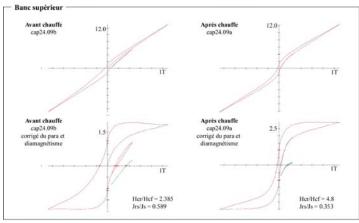
Avant chauffe, le fort champ coercitif nous indique la présence dominante de l'hématite. Il n'apparaît pas ici de différence significative entre les échantillons du banc supérieur et ceux du banc inférieur. Ainsi, pour les deux bancs, il apparaît que la quantité d'hématite dans les échantillons non chauffés est sous-estimée par la méthode de désaimantation 3-axes. En effet, l'aimantation à saturation de l'hématite est bien plus faible que celle de la magnétite dominant les 3-axes et surtout, les champs appliqués pour cette méthode sont trop faibles pour saturer l'hématite.

Après chauffe, le champ coercitif diminue, ayant pour conséquence de déplacer les échantillons dans le domaine de la magnétite. Ceci suggère que la proportion de magnétite augmente et est en accord avec l'évolution de la forme des cycles d'hystérésis. On a donc ici une création de grains de magnétite en cours de chauffe. La quantité d'hématite peut également varier mais il n'est pas possible de le détecter ici.

# 2. Bilan

Voici sous forme de tableau une synthèse des données de minéralogie magnétique obtenues classées par importance de contribution aux fabriques d'ASM et d'AARA dans les deux bancs. Comme on a pu le voir, même si l'hématite est le principal constituant ferromagnétiques, ses propriétés intrinsèques font qu'elle ne s'exprime que très peu dans les fabriques magnétiques mesurées. On peut noter que les principales phases formées sont ferromagnétiques. La susceptibilité des minéraux para et diamagnétiques diminue donc en proportion mais pas en quantité absolue.





Echantillons non chauffés			Echantillons chauffés				
	para/dia 10-9 m3/kg	Kf 10-9 m3/kg	% de Kf		para/dia 10-9 m3/kg	Kf 10-9 m3/kg	% de Kf
Cap 24.03b	12,650	38,829	75,427	Cap 24.03a	11,610	118,714	91,091
Cap 24.09b	12,880	15,816	55,115	Cap 24.09a	10,830	42,416	79,660

Figure III-4: Cycles d'hystérésis représentatifs des échantillons sparnaciens de la terminaison Ouest du pli de Lagrasse, banc inférieur et du banc supérieur du site, avant et après chauffe. Les échantillons cap24.03 et cap 24.09 appartiennent respectivement aux bancs inférieur et supérieur.

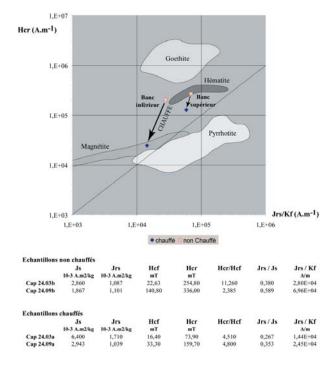
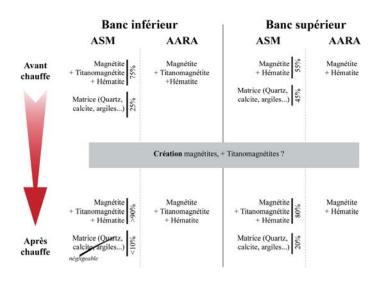


Figure III-5: Paramètres d'hystérésis pour les échantillons chauffés et non chauffés. Les échantillons cap24.03 et cap 24.09 appartiennent respectivement aux bancs inférieur et supérieur.

150

Chapitre 3



# C. Compléments sur les fabriques

# 1. Fabrique des minéraux créés pendant la chauffe

Il est possible, grâce à des méthodes de régression linéaire ou de soustraction tensorielle entre différentes étapes de chauffe mises au point par Bernard Henry et présentées dans un article en cours de rédaction, d'obtenir l'anisotropie magnétique des minéraux créés ou dégradés au cours du processus de chauffe.

 $La \ figure \ III-6 \ représente \ les \ fabriques \ obtenues \ ainsi \ pour \ l'ASM \ des \ bancs \ inférieurs \ et \ supérieurs.$ 

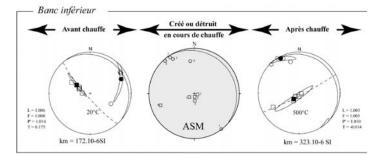
Tout d'abord, pour le banc inférieur, que l'on considère comme «anormal» puisque l'orientation des axes d'ASM ne concorde pas avec la microtectonique : La fabrique d'ASM déduite de la différence tensorielle correspond à l'ASM après chauffe. Ainsi, la fabrique créée pendant la chauffe vient dominer l'ASM après chauffe.

Pour le banc supérieur, les fabriques ASM avant et après chauffe sont proches, cohérentes avec la microtectonique. L'orientation des axes principaux de susceptibilité diffère d'une dizaine de degrés en déclinaison mais la diffèrence principale est que le K<sub>1</sub> est proche de la stratification après chauffe alors qu'il lui est oblique avant chauffe. Il semble que la fabrique initiale est simplement renforcée. Pourtant, la fabrique déduite par diffèrence tensorielle présente des directions d'axes inversées (K,-K,).

## 2. Discussion

152

L'ensemble des mesures effectuées sont synthétisées par la figure III-7 qui permet de voir les différentes fabriques magnétiques obtenues en fonction de la coercivité touchée, et donc en fonction de la taille des grains concernée.



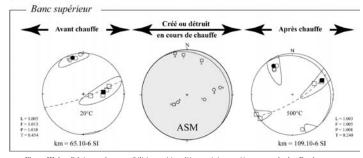


Figure III-6 : «Fabriques» de susceptibilité magnétique liée au minéraux créés en cours de chauffe, obtenues par différence des tenseurs avant/après chauffe. Comparaison avec les résultats d'ASM avant et après chauffe.

Avant chauffe, l'ASM, confirmée par l'AARA basse coercivité montre qu'il existe deux fabriques magnétiques différentes dans les deux bancs de Sparnacien superposés. Le banc supérieur a une fabrique ASM cohérente avec les données microtectoniques régionales, mais pas le banc inférieur où l'on parle de fabrique "anormale". Les deux types de fabriques coexistent toutefois dans les deux bancs, c'est leur importance respective qui est variable. En effet, la fabrique "anormale" est observée en AARI dans les 2 bancs, de même la fabrique "normale" apparaît pour les 2 bancs dans l'AARA haute coercivité. Nous sommes en présence d'une composition de fabriques où l'AARI et l'AARA haute coercivité avant chauffe sont les plus proches des fabriques "pôles purs" de la composition.

Les fabriques "anormales" dominent donc les basses coercivités et touchent plus ou moins les hautes coercivités. Les fabriques normales sont par conséquent plus ou moins exprimées dans les hautes coercivités. En effet, dans le banc supérieur, la fabrique «normale» est bien définie dans l'AARA haute coercivité. Dans le banc inférieur elle se retrouve également dans l'AARA haute coercivité mais avec une forte dispersion. L'intensité de l'aimantation est pour tant équivalente dans les deux bancs et suffisante pour une bonne définition des fabriques. La dispersion est ici imputée à la composition des deux fabriques. La gamme de coercivité touchée par la fabrique "anormale" est donc plus importante dans le banc inférieur que dans le banc supérieur. Celle-ci est grisée dans le spectre d'AARA partielle de la figure

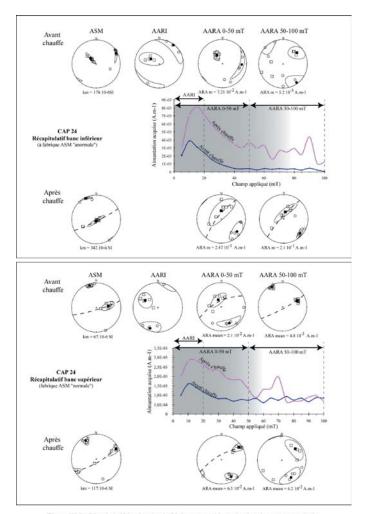


Figure III-7: Récapitulatif des données de fabriques magnétiques des deux bancs superposés du site sparnacien CAP 24. Le fond grisé sur les spectres pARA correspond à la gamme de coercivité dans laquelle la fabrique "anormale" apparaît.

154

Ш-7

Bien que les anisotropies de rémanence de basse coercivité (AARI et AARA) soient "anormales" dans les deux banes du site, l'ASM du bane supérieur indique une fabrique «normale». Ceci n'est pas lié à une inversion d'axes mais peut s'expliquer par la contribution des minéraux para et diamagnétiques (50%) ayant donc une fabrique «normale». On peut en conclure que l'enregistrement de la fabrique «anormale» est certainement postérieure à l'acquisition d'une fabrique associée au raccourcissement parallèle aux couches et conservée par la matrice para/diamagnétique.

Pendant la chauffe, Il y a augmentation de la susceptibilité magnétique moyenne ainsi que de l'aimantation. Cette augmentation est liée à la création de magnétites, comme nous l'avons vu précédemment dans les courbes k=f(T), les désaimantations 3-axes et les cycles d'hystérésis.

Les fabriques d'ASM évoluent entre 300 et 450°C. Cette évolution est liée, dans le banc supérieur, à la création de minéraux ferromagnétiques ayant une fabrique d'ASM «normale». Dans le banc inférieur, la fabrique obtenue par différence tensorielle de l'ASM avant/après chauffe est en revanche plus énigmatique. On peut envisager que la fabrique des minéraux créés est l'ée à des grains de magnétite monodomaines. Auquel cas, comme on multiplie par 2 la susceptibilité en cours de chauffe, l'inversion devrait apparaître dans l'ASM après chauffe, ce qui n'est pas le cas. On peut noter que les fabriques créées et les fabriques initiales et résultantes sont toutes coaxiales.

#### D. Observations microscopiques

L'observation de lames minces a été menée afin de comprendre l'origine des différentes fabriques avant chauffe. Par ailleurs, puisque l'on interprète la fabrique de recristallisation en cours de traitement thermique comme tectonique, il faut contrôler la relation entre microstructures et minéraux créés.

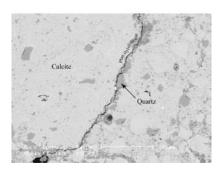


Figure III-8: Lame d'un échantillon du banc inférieur vu au MEB. Essentiellement calcitique, il montre des quartz coincés contre un plan stylolithique.

Des observations de lames réalisées à partir d'échantillons chauffées et non chauffées ont été faîtes sur microscope électronique à balayage (MEB). Malheureusement, il est vite apparu que les minéraux responsables de l'aimantation sont trop petits pour être identifiés. Les analyses effectuées sur des minéraux de taille inférieure à  $3\mu$  sont en effet polluées par les minéraux voisins.

On peut voir en revanche très clairement, dans cette roche constituée principalement de calcite, des plans stylolithiques contre lesquels la dissolution est venue coincer de petits quartz (Fig. III-8). Afin de détecter la présence de minéraux

Chanitre 3

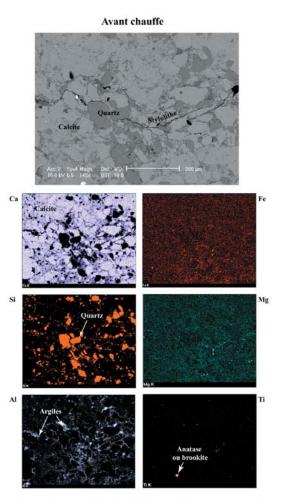


Figure III-9: Photographie MEB d'une lame mince Sparnacien du site Cap24 (banc inférieur) avant chauffe, cartographie de différents éléments dans la même zone. Les éléments identifiés apparaissent en surbrillance sur fond noir.

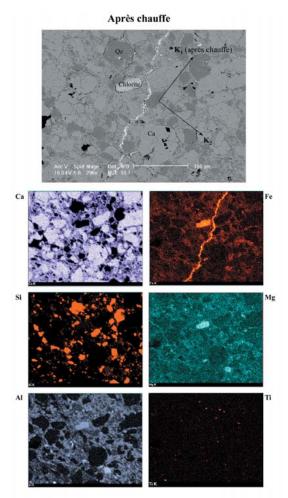


Figure III-10: Photographie MEB d'une lame mince Sparnacien du site Cap24 (banc inférieur) après chauffe, cartographie de différents éléments dans la même zone. Les éléments identifiés apparaissent en surbrillance sur fond noir.

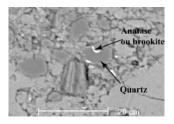
ferromagnétiques dans ces plans, des cartographies d'éléments ont été effectuées sur les lames avant et après chauffe.

Après de nombreuses observations afin de vérifier le caractère représentatif des cartographies présentées ici, il apparaît que les plans stylolithiques des échantillons non chauffés (Fig. III-9) ne contiennent pas de minéraux ferromagnétiques. La cartographie de l'aluminium y indique en revanche la présence d'argiles non ferreux.

Après chauffe (Fig. III-10), la cartographie du fer indique en revanche une forte concentration dans les stylolithes. Le fer est également présent partout où sont les argiles. Durant la chauffe, du fer est donc remobilisé à partir d'un minéral ici non identifié et est mobile, diffusant dans les argiles et essentiellement dans les plans stylolithiques.

On peut également noter sur la cartographie du Titane de la figure 10, de petits minéraux allongés, analysés comme TiO, (brookite ou anatase, le rutile étant le polymorphe haute pression),

alignés dans une direction perpendiculaire au plan stylolithique. Le rutile n'est pas un minéral jouant un rôle dans les fabriques magnétiques observées, néanmoins, il indique que ce type d'orientation préférentielle existe même si difficile à voir à travers les autres minéraux constituant la roche. Cette lame, issue d'un échantillon du banc inférieur chauffé à  $500^{\circ}$ C contient les axes principaux de susceptibilité magnétique  $K_1$  et  $K_2$  après chauffe. Le plan stylolithique est proche de la direction  $K_1$ , et les brookites ou anatases sont alignés selon  $K_2$ . Ces minéraux cristallisent donc orientés.



158

Figure III-11: Photographies MEB d'inclusion d'anatase ou brookite dans des plans de microfractures du quartz. Lames du banc inférieur après chauffe.

Des minéraux secondaires (anatase ou brookite) sont rencontrés fréquemment en inclusions dans des plans de microfractures du quartz (Fig. III-11). Ils présentent des alignements qui peuvent être à l'origine de la composante anormale du signal, tandis que la recristallisation en cours de chauffe dans les plans stylolithiques est à l'origine de la fabrique «normale» observée après chauffe.

# II. DONNÉES ASM/AARA DES CALCAIRES D'AGE ILERDIEN

Constatant des différences similaires entre l'ASM avant et après chauffe dans les calcaires gris à Alvéolines de l'Herdien inférieur constituant les écailles du duplex (Fig. III-2), une étude semblable à la précédente a été menée avec des chauffes allant cette fois jusqu'à 600°C. L'évolution des fabriques grâce à la chauffe a été étudiée dans 5 sites différents (Fig. III-12). Quatre proviennent des quatre écailles principales du duplex (de l'écaille supérieure, première mise en place, à l'écaille inférieure : CAP 17, 16, 15 et 14), un des bancs subhorizontaux formant le palier supérieur du pli (CAP 01). Tous se situent au niveau du décollement servant de palier supérieur au pli, mais à une distance croissante de la rampe. Sachant que CAP 14 et CAP 01 ne présentent pas de différence de fabrique ASM entre avant et après chauffe, ceux-ci ont été traités comme échantillons de référence.

Nous allons tout d'abord étudier la minéralogie magnétique avant et après chauffè, avant d'étudier les évolutions de fabriques magnétiques (ASM, AARA basse et haute coercivités) de deux de ces sites.

Ceci nous mènera à comparer les effets de la chauffe sur des faciès différents

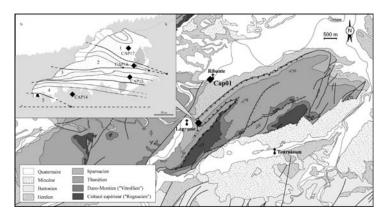


Figure III-12 : Localisation des sites étudiés

# A. Minéralogie magnétique : Porteurs des aimantations rémanente et induite avant et après chauffe

Afin de comprendre ce qui mène à l'évolution de l'anisotropie de susceptibilité magnétique au cours du traitement thermique, les diffèrentes études ont été menées parallèlement sur des échantillons ayant et n'ayant pas subi de traitement thermique préalable. La comparaison entre les deux permet d'approcher les transformations minéralogiques liées à la chauffe à des températures qui pourront être identifiées par les suivis de la susceptibilité magnétique en cours de chauffe sous champ (balance de Curie) ou entre chaque étape de chauffe. Des observations microscopiques au microscope électronique à balayage ont enfin été réalisées afin de visualiser les différents minéraux à l'origine des anisotropies magnétiques.

#### 1. Désaimantation 3 axes

Cette première méthode d'étude de la minéralogie magnétique permet d'investiguer le spectre de coercivité et de températures de blocage des minéraux ferromagnétiques (Lowrie, 1990).

#### Avant chauffe

Les désaimantations 3 axes (Fig. III-13), sur les échantillons non chauffès au préalable, montrent sur l'ensemble des sites une chute importante de l'aimantation sur les deux axes correspondant aux basses coercivités (100 et 500 mT) dès 300°C, l'amplitude de la chute étant plus faible pour l'axe de forte coercivité. Celle-ci peut être reliée à la désaimantation de ferromagnétiques ayant une température de déblocage de 375-400°C. Des titanomagnétites sont donc présentes avec différentes tailles de grains et ainsi sur toutes les gammes de coercivité.

L'aimantation disparaît sur chacun des 3 axes pour une température de 580°C. La magnétite est donc présente. La désaimantation n'a pas été poursuivie à des températures assez élevées pour exclure la présence d'hématite pour cap16 et cap17. Toutefois, vues les aimantations au delà de ces températures, si il y a de l'hématite, elle est en faible quantité. On notera que le spectre de désaimantation des magnétites est très large et commence bien avant 580°C. Ceci peut être imputé à la présence de différentes tailles de grains dont l'aimantation rémanente isotherme, selon la théorie de Néel (1949), se débloque à des températures différentes, les petits grains se débloquant en premier.

#### Après chauffe

Dans les désaimantations 3 axes après chauffe, l'aimantation initiale à 20°C est augmentée d'un facteur 50 environ par rapport aux précédentes (Fig. III-13). Elle touche toutes les gammes de coercivité mais surtout l'axe 500 mT qui devient prédominant. Les minéraux en présence sont toujours les magnétites et les titanomagnétites. Si leur température de déblocage reste autour de 375-400°C, le début du déblocage de l'aimantation des titanomagnétites apparaît à des températures plus faibles. A 300°C avant chauffe, la rupture de pente des courbes de désaimantation passe à 100°C avec plusieurs paliers.

Cette méthode permet ainsi de montrer qu'avant chauffe, la basse coercivité domine, portée par la magnétite et la titanomagnétite, et qu'après chauffe la coercivité des échantillons augmente, augmentation liée à la création de titanomagnétites, et de magnétites de différentes tailles.

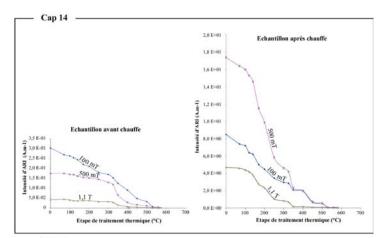
## 2. Cycles d'hystérésis

Les cycles d'hystérésis vont nous permettre d'aborder la minéralogie magnétiques par leur coercivité ( $H_{\rm e}$  et  $H_{\rm c}$ ) et leur aimantation à saturation ( $J_{\rm e}$  et  $J_{\rm n}$ ). Par ailleurs, la saturation de ces échantillons permet d'obtenir la proportion de minéraux para/diamagnétiques et de ferromagnétiques dans la susceptibilité magnétique moyenne.

## Avant chauffe

Les cycles d'hystérésis (Fig. III-14) réalisés sur l'ensemble des écailles (sites cap 14 à 17) confirment la prédominance de la magnétite. La représentation des paramètres d'hystérésis dans un graphique  $H_{\alpha}$  en fonction de  $J_{\alpha}/K_{\gamma}$  (Fig. III-15) situe bien l'ensemble des points dans le domaine de la magnétite défini par Hartstra (1982). Le rapport  $J_{\alpha}/K_{\gamma}$  étant élevé, celle-ci est représentée par des grains de petite taille. Néanmoins, les cycles ne sont pas fermés à 0.5T, ce qui est caractéristique de la présence d'un minéral de haute coercivité. L'hématite est donc peut-être présente mais dans une faible proportion.

Les valeurs de susceptibilité en champ fort et en champ faible, présentées dans les figures III-16 et III-17 cidessous, montrent qu'avant chauffe la susceptibilité est partagée entre les ferromagnétiques et les paramagnétiques. Seul



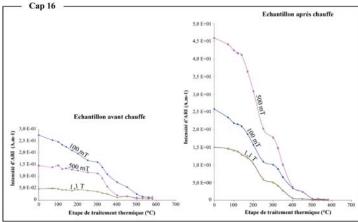
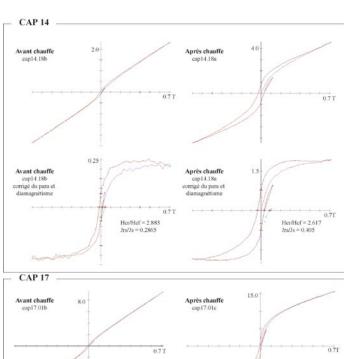


Figure III-13: Désaimantations 3 axes représentatives des échantillons ilerdiens avant et après chauffe préalable des échantillons.

Chanitre 3



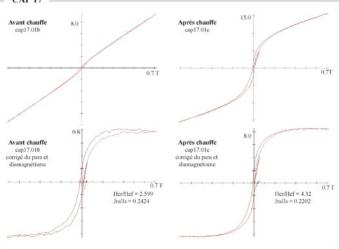


Figure III-14 : Cycles d'hystérésis représentatifs des échantillons ilerdiens avant et après chauffe.

162

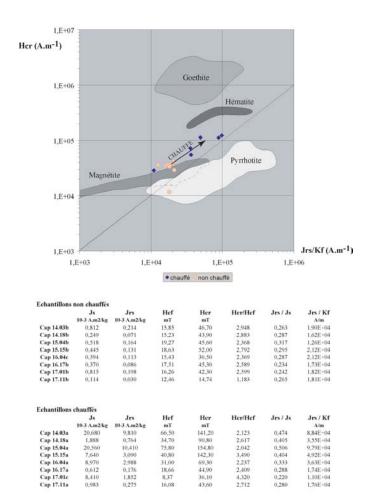


Figure III-15: Paramètres d'hystérésis pour les échantillons chauffés et non chauffés.

cap 15 a une susceptibilité dominée par les ferromagnétiques (70%). La susceptibilité des para et diamagnétiques est liée à la présence de calcite, de quartz, et d'argiles (illite, kaolinite, chlorite et interstratifiés smectite-illite sont détectées par les analyses de diffraction des rayons X).

#### Après chauffe

Comme les désaimantations 3 axes, les cycles d'hystérésis (Fig. III-14) montrent que l'aimantation à saturation moyenne a beaucoup augmenté pour tous les sites (d'un facteur 6 à 40). En plus de l'augmentation de l'aimantation moyenne, les paramètres d'hystérésis indiquent une augmentation de la coercivité (H<sub>c</sub>) et de la coercivité rémanente (H<sub>c</sub>) des échantillons.

Pour les sites cap 14 et 15, les cycles d'hystérésis prennent un aspect en taille de guêpe caractéristique des mélanges de minéralogies de coercivités différentes, et les cycles sont toujours ouverts à 0.5 T. Pour cap 16 et 17 ceci est moins marqué. En reportant les paramètres d'hystérésis dans un diagramme  $H_{\rm w}$  en fonction de  $J_{\rm w}/K_{\rm f}$  (Fig. III-15), il apparaît une évolution, au cours du traitement thermique, du domaine de la magnétite vers celui de l'hématite, avec des  $H_{\rm cr}$  plus ou moins importants. Néanmoins nous n'atteignons jamais le domaine de l'hématite. La forme en «taille de guêpe» des cycles d'hystérésis pourrait également se justifier par la création de minéraux superparamagnétiques, mais ceci devrait faire diminuer  $H_{\rm w}$  et augmenter  $K_{\rm f}$  ce qui se traduirait dans ce graphique par une évolution vers l'origine.

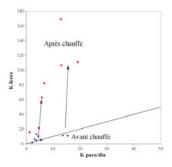
Avant chauffè, l'ASM sera donc liée à la fois à la matrice et aux ferromagnétiques, tandis que l'aimantation sera principalement portée par les magnétites et les titanomagnétites.

En cours de chauffe, la susceptibilité liée aux minéraux para et diamagnétiques ne varie pas, ou très peu, tandis que la susceptibilité des minéraux ferromagnétiques augmente de façon importante (Fig. III-16 et III-17). Il n'y a donc

	para/dia 10-9 m3/kg	Kf 10-9 m3/kg	% de Kf
Cap 14.03b	14	11	45
Cap 14.18b	4	4	54
Cap 15.04b	4	13	78
Cap 15.15b	3	6	67
Cap 16.04c	5	5	50
Cap 16.17b	6	5	47
Cap 17.01b	15	11	42
Con 17 11h	4	2	4.4

Echantillons non chauffés

	Echantillo		
	para/dia 10-9 m3/kg	Kf 10-9 m3/kg	% de Ki
Cap 14.03a	19	111	85
Cap 14.18a	5	22	82
Cap 15.04a	13	106	89
Cap 15.15a	6	63	92
Cap 16.04a	7	82	92
Cap 16.17a	4	10	69
Cap 17.01c	13	169	93
Cap 17.11a	- 1	16	93



164

Figure III-16 : susceptibilité des para/dia-magnétiques et des ferromagnétiques déduite des cycles d'hystérésis.

Figure III-17: Représentation graphique de la susceptibilité des para/dia-magnétiques et des ferromagnétiques déduite des cycles d'hystérésis avant et après chauffe.

en cours de chauffe des créations majoritairement de ferromagnétiques. Ceci a pour résultat d'augmenter la susceptibilité moyenne et de réduire la participation des para et diamagnétiques dans la susceptibilité moyenne (10 à 15% en moyenne) sans toutefois diminuer leur quantité absolue.

La chauffe a eu pour effet de créer et de faire croître des minéraux ferromagnétiques identifiés comme magnétites et des titanomagnétites, ainsi que de créer en faible proportion un minéral de forte coercivité qui peut être de l'hématite d'après la figure III-15. Le fait que nous ne soyons pas franchement dans le domaine de l'hématite traduit le mélange

#### 3. Courbes thermomagnétiques, k = f(T)

L'évolution de la susceptibilité magnétique en cours de chauffe (aimantation sous champ) permet, par pilotage de la température, de mettre en évidence d'éventuelles transformations minéralogiques en cours de chauffe et de déterminer à partir de quelle température elles apparaissent (Fig. III-18). Ces courbes ont été réalisées jusqu'à 600°C, température à laquelle les échantillons ont été chauffés avant d'effectuer les mesures de fabriques «après chauffe».

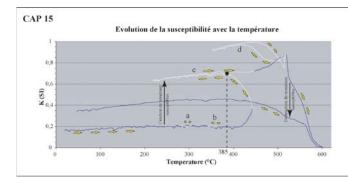
Pour le site cap 15, plusieurs refroidissements intermédiaires permettent de déterminer qu'aucune réaction n'a lieu avant 370°C (Fig. III-18 a et b) puisque la courbe est réversible. La susceptibilité n'a que faiblement augmenté entre 20 et 400°C.

A partir de 400°C, on observe une augmentation significative de la susceptibilité magnétique. Une telle augmentation peut être liée à une évolution de la minéralogie ou au comportement superparamagnétique, donc fortement susceptible, que présentent les grains entre leur température de déblocage et leur température de Curie. Cet effet est bien connu pour les grains polydomaines puisque la différence entre la température de blocage et la température de Curie est d'autant plus grande que les grains sont petits, et ceux-ci s'expriment sur une telle courbe par un pic d'Hopkinson (Hopkinson, 1889). Un refroidissement partiel permet d'établir qu'une transformation minéralogique a bien lieu, puisque la courbe n'est plus réversible. En effet, pour une même température, la susceptibilité au cours du refroidissement reste supérieure à celle mesurée lors de la chauffe, il y a donc eu création de minéraux plus susceptibles ou transformation de minéraux faiblement succeptibles en minéraux plus susceptibles. Il est également possible de déterminer que la transformation minéralogique a lieu à partir de 385°C, car c'est à cette température que la courbe de réchauffement (Fig. III-18 c) décolle de celle de refroidissement partiel.

A 520°C, la susceptibilité commence à chuter. L'ensemble décroît jusqu'à la température de Curie de la magnétite. Dans un demier refroidissement partiel (Fig. III-18 d), on voit que la courbe de réchauffement partiel est au dessus de la courbe de refroidissement, ce qui montre que la création de minéraux a bien lieu jusqu'à ce point.

Enfin, la courbe de refroidissement jusqu'à la température ambiante présente une susceptibilité magnétique moitié plus faible que lors de la chauffe. Une susceptibilité au cours du refroidissement inférieure à celle au cours de chauffe pour la même température peut être liée à deux choses. Soit une partie des minéraux formés pendant la chauffe se sont dégradés ou modifiés (par exemple la magnétite ou les titanomagnétites ont pu s'oxyder en hématites ou titanohématites 100 fois moins susceptibles), soit les minéraux créés étaient superparamagnétiques, donc de forte susceptibilité, et ont crû pour donner des minéraux monodomaines moins susceptibles (Hartstra, 1992).

Pour le site cap 17, l'évolution globale est similaire (Fig. III-18). La chauffe comme le refroidissement traduisent bien la présence de magnétite, ainsi que la création et la destruction successives de la susceptibilité moyenne. La transition entre les deux est bien marquée autour de 470°C dans le dernier chemin de refroidissement partiel. En effet, le chemin de refroidissement entamé à 510°C est sous celui de chauffe principale (Fig. III-18-4-), ce qui implique qu'il y a eu une destruction des minéraux fortement susceptibles créés pendant la chauffe. Par ailleurs, la susceptibilité aug-



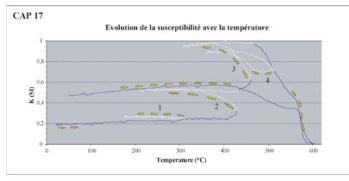


Figure III-18 : Evolution de la susceptibilité en cours de chauffe mesurée sur poudre avec refroidissements partiels (en blanc) .

mente progressivement lorsque l'on passe sous la température 470°C et le chemin de réchauffement partiel est au dessus de celui de refroidissement, ce qui indique bien que des minéraux de forte susceptibilité sont créés sous 470°C. Il est impossible de dire ici si les deux phénomènes se succèdent ou entrent en compétition.

A partir des courbes k=f(T), nous pouvons dire que le principal minéral ferromagnétique observé est la magnétite, qui se traduit par une perte de la quasi-totalité de la susceptibilité à  $580^{\circ}$ C. Au delà de cette température, la susceptibilité décroît avec une pente plus faible, bien que la température de chauffe maximale soit  $600^{\circ}$ C.

Par ailleurs, deux types de transformations minéralogiques sont révélées :

166

une création de minéraux fortement susceptibles, ou une transformation de minéraux de faible susceptibilité en minéraux de forte susceptibilité à partir de 350-375°C. Ceci peut correspondre à la création de magnétites et titanomagnétites

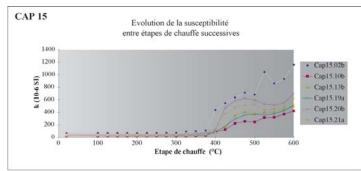
vue par les désaimantations 3 axes, bien qu'ici les titanomagnétites ne soient pas identifiées par leur température de Curie

une destruction de minéraux fortement susceptibles, ou une transformation de minéraux de forte susceptibilité en minéraux de faible susceptibilité à partir de 470-500°C. Cette transformation peut être l'oxydation de la magnétite et des titanomagnétites

#### 4. Suivi de la susceptibilité magnétique moyenne entre chauffes successives

L'évolution de la susceptibilité a également été suivie entre chaque étape successive de chauffe d'une heure. L'évolution de la susceptibilité est différente selon les sites (Fig. III-19, tous les sites ne sont pas figurés, pour les autres cf. annexe).

 Pour cap 14 et cap 15, on observe une augmentation à partir de 350-400°C, ce qui est cohérent avec ce que l'on vient de voir au chapitre précédent. La susceptibilité est ensuite stable, voire légèrement décroissante pour certains échantillons



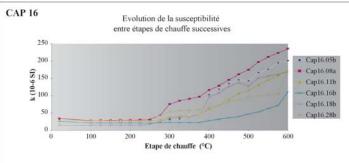


Figure III-19 : Evolution de la susceptibilité des échantillons entre chaque étape de chauffe.

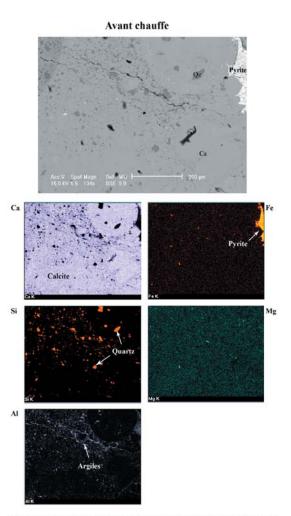


Figure III-20: Photographie MEB d'une lame mince llerdien inférieur du site Cap16 (2nde écaille) avant chauffe, cartographie de différents éléments dans la même zone. Les éléments identifiés apparaissent en surbrillance sur fond noir.

168

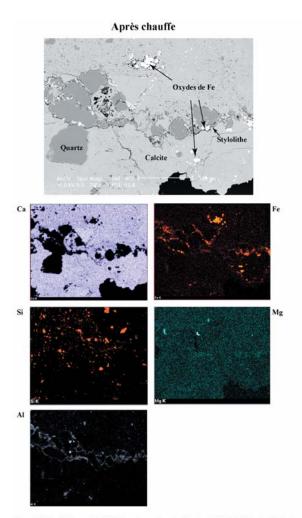


Figure III-21 : Photographie MEB d'une lame mince llerdien du site Cap16 (2nde écaille) après chauffe, cartographie de différents éléments dans la même zone. Les éléments identifiés apparaissent en surbrillance sur fond noir.

entre 450 et 500-550°C avant une réaugmentation. Ceci est proche de ce que l'on a observé pour les courbes k=f(T).

- Cap 16 et cap 01 montrent, quant à eux, montrent une évolution de la susceptibilité plus tôt au cours de la chauffe (250°C)et, sans palier, elle augmente de façon pratiquement linéaire.
- Cap 17 montre des comportements variables en fonction des échantillons.

#### 5. Observations MEB

Comme pour les calcaires du Sparnacien supérieur, des lames d'Ilerdien supérieur réalisées à partir d'échantillons chauffés et non chauffés ont été étudiées au MEB. De nombreux plans stylolithiques ont été observés, avec des évidences de dissolution importante sur ces plans puisque de nombreux petits quartz sont venus se bloquer contre eux.

Afin de détecter la présence de minéraux ferromagnétiques dans ces plans, des cartographies d'éléments ont été effectuées sur les lames avant et après chauffe. Après de nombreuses observations, il apparaît que les stylolithes des lames d'échantillons non chauffés (Fig. III-20) ne contiennent pas de minéraux ferromagnétiques. La cartographie de l'aluminium y indique en revanche la présence d'argiles.

Après chauffe (Fig. III-21), la situation est différente puisque l'on observe des oxydes fer dont on n'a pas pu déterminer la formule par analyse MEB, ainsi que des éléments lourds dans les stylolithes (Phosphate, Lantane, Cé-lium...). La cartographie du fer indique également une quantité de fer diffus dans les stylolithes. Durant la chauffe, du fer est donc remobilisé diffusant dans les argiles et essentiellement dans les plans stylolithiques. Ceci est en accord avec le fait que les échantillons rosissent lors de la chauffe, tout particulièrement dans les plans de stylolithes qu'ils mettent ainsi en évidence.

L'effet de la chauffe apparaît ici comme similaire à ce que l'on a pu voir pour le calcaire rouge sparnacien.

Toutefois, de nouvelles cartographies sur d'autres lames sont nécessaires maintenant pour savoir si les oxydes observés après chauffe sont créés pendant la chauffe ou s'ils existent déjà avant chauffe.

# 6. Synthèse des données

170

La magnétite a été observée majoritairement, avant comme après la chauffe, à travers les désaimantations 3 axes (Fig. III-13), les cycles d'hystérésis (Fig. III-14 et 15) et les courbes thermomagnétiques (Fig. III-18). La quantité de magnétite augmente en cours de chauffe puisque sur les désaimantations 3 axes, on peut voir que la magnétite porte une aimantation beaucoup plus importante (d'un facteur 50 environ). Les titanomagnétites sont observées sur les désaimantations 3 axes (Fig. III-13), avant et après chauffe, avec une température de déblocage à 375-400°C. L'hématire n'est pas clairement identifiable dans l'ensemble de ces données, cependant il apparaît que l'on crée lors de la chauffe une phase de haute coercivité, et la représentation  $H_{cr}$  en fonction de  $J_{rs}/K_{T}$  (Fig. III-15) montre que lors de la chauffe, on se déplace vers le domaine de l'hématite.

Dans tous les cas, la contribution de l'hématite aux anisotropies de suceptibilité magnétique et de rémanence anhystérétique semble assez faible. Magnétites et titanomagnétites vont dominer le signal avant et après chauffe, excepté pour l'ASM avant chauffe où les para et diamagnétiques jouent un rôle important (Fig. III-16 et III-17).

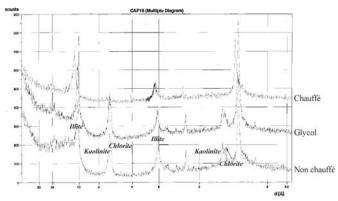
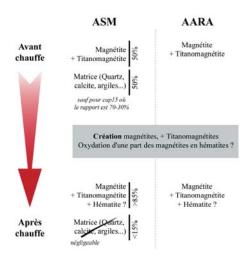


Figure III-22 : Spectres rayons X d'une poudre du site cap 15 avant et après chauffe.



Figure III-23: Amas de pyrites framboïdales dans une matrice calcitique, prenant la forme d'un microfossile. Lame du site cap16 avant chauffe en lumière réfléchie.

Chanitre 3



Une dernière question se pose à nous : Afin de former magnétites et titanomagnétites, il faut que la chauffe permette la libération d'une certaine quantité de fer, quelle sont les sources du Fer utilisé dans les recristallisations en cours de chauffe ?

Il nous reste donc à trouver quel minéral contenant du fer se destabilise au cours de chauffé. Pour cela, nous disposons d'études microscopiques ainsi que d'études de diffractions des rayons X réalisés afin d'identifier les argiles en présence, ainsi que leur évolution par la chauffé.

# Deux candidats apparaissent à travers nos études :

 Les argiles: dans les analyses aux rayons X sur poudres avant et après chauffe (Fig. III-22), il apparaît que chlorites et kaolinites, présentes avant chauffe, disparaissent au cours de la chauffe. Or la chlorite, observée au MEB, est présente en petite quantité mais contient du fer. Celle-ci est donc stable jusqu'à 350-400°C après quoi elle peut s'oxyder en suivant la réaction.

$$\begin{aligned} \text{Fe}_{\text{s}}\text{Al}_{2}\text{Si}_{\text{O}}\text{_{10}}\text{(OH)}_{\text{g}} + 5/6\text{ O}_{\text{2}} &\rightarrow \text{Al}_{2}\text{SiO}_{\text{5}} + 5/3\text{ Fe}_{\text{3}}\text{O}_{\text{4}} + 2\text{ SiO}_{\text{2}} + 4\text{ H}_{\text{2}}\text{O} \\ \text{Fe-Mg Chlorite} & \text{Chlorito\"{ide}} & \text{Magn\'etite} \end{aligned}$$

• La pyrite : dans les lames minces ont également été observés des amas de pyrites framboïdales (FeS<sub>2</sub>) souvent coincés contres des plans stylolitiques. La figure III-23 montre un amas ayant pris la forme d'un micro-organisme, les calcaires ilerdiens inférieur étant fortement bioclastiques. La pyrite se déstabilise pendant la chauffe, libérant ainsi du fer et formant de la magnétite. Une forte odeur soufrée se dégage d'ailleurs lors de la chauffe des échantillons, parfois même lors de leur sciage.

#### B. Fabriques magnétiques

#### 1. Description des fabriques ASM et AARA

#### 1.1. CAP 15

L'ASM avant chauffe est dispersée (Fig. III-24A). Les ellipses de confiance sont larges autour d'un pôle de foliation magnétique N132 dans le plan de stratification (S<sub>n</sub>) ici remis à l'horizontale.

L'AARA basse coercivité (Fig. III-24C) présente des axes principaux de même direction mais avec une très bonne définition du signal. L'AARA haute coercivité (Fig. III-24D) est basée sur un signal faible ( $4.10^3$  A.m¹) mais une moyenne relativement bien définie donne des directions d'axes principaux très différentes de l'ASM et de l'AARA basse coercivité. Ainsi, les axes principaux  $K_{max}$  et  $K_{min}$  sont inclinés par rapport à la stratification,  $K_{min}$  est dans la direction N096 et  $K_1$ , N260.

Entre les étapes de chauffe, l'ASM a été mesurée tous les 50°C à partir de 150°C. Entre 20°C et 150°C, la fabrique observée à 20°C est conservée mais est bien mieux définie.

A 200°C, les ellipses de confiance commencent à nouveau à s'élargir avant que les axes principaux de susceptibilité ne tournent progressivement entre 200 et 300°C. Initialement dans  $S_0$  et N223, les  $K_1$  sont maintenant toujours dans  $S_0$  mais N352. Le pôle de foliation magnétique  $K_2$  est maintenant N254 et oblique par rapport à  $S_0$ . La fabrique à 350°C est bien définie et n'évolue ensuite aue très neu.

A partir de 550°C, on commence à redisperser un peu les axes principaux K, et K,

Si l'on considère maintenant les paramètres de forme de l'ellipsoïde, on passe progressivement d'une fabrique linéaire à 20°C à une fabrique planaire à 600°C. Le taux d'anisotropie diminue également de façon progressive.

La fabrique ASM après chauffe est donc très distincte de celle avant chauffe, le  $K_1$  y est Nord-Sud, alors qu'il était NE-SW avant chauffe. Les AARA basse et haute coercivités sont très dispersées par rapport à l'avant chauffe alors que le signal a été multiplié par 5 pour la basse coercivité et par 8 pour la haute coercivité. Pour l'AARA basse coercivité, 3 échantillons présentent des  $K_1$  N-S, 3 des  $K_1$  NE-SW. Pour l'AARA haute coercivité, 2 échantillons présentent des  $K_1$  N-S, les autres sont dispersés autour de cette direction.

# 1.2. CAP 16

Les évolutions de fabriques avant-après chauffe (Fig. III-25) sont moins significatives pour ce site car les orientations des axes principaux des 2 fabriques restent relativement proches.

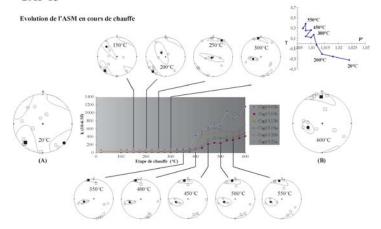
## Nature des fabriques avant chauffe

L'ASM à 20°C est très dispersée, tandis que les AARA basse et haute coercivités sont bien groupées et similaires. Si l'on considère l'ASM à 150°C, qui comme pour cap 15 est bien mieux définie, celle-ci est cohérente avec les 2

## Nature des fabriques après chauffe

L'ASM après chauffe, considérée à 550°C car comme précédemment la fabrique au delà de 550°C est à nouveau plus dispersée, est cohérente en orientation avec les 2 AARA. Les axes principaux minimaux sont dans le cadran NW, tandis que les axes principaux maximaux sont NE-SW et dispersés.

# CAP 15



#### ARA basse et haute coercivités avant et après chauffe, spectres d'aimantation rémanente anhystérétique

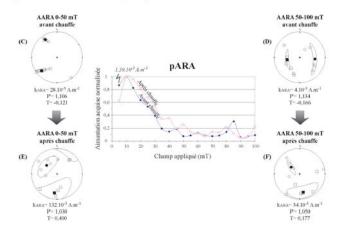
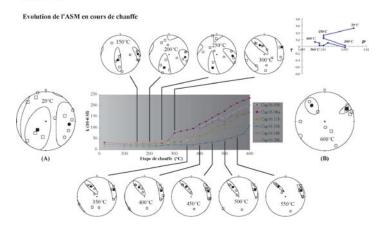


Figure III-24: Fabriques magnétiques du site cap 15 avant et après chauffes successives. Voir les descriptions dans le texte.

# **CAP 16**



ARA basse et haute coercivités avant et après chauffe, spectres d'aimantation rémanente anhystérétique

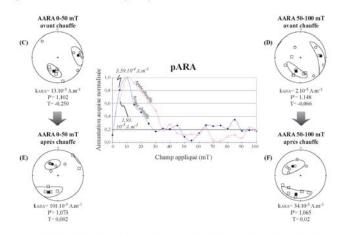


Figure III-25: Fabriques magnétiques du site cap 16 avant et après chauffes successives. Voir les descriptions dans le texte.

#### En cours de chauffe

L'évolution de l'ASM en cours de chauffe est équivalente à celle précédemment observée. On constate une meilleure définition de l'ASM en cours de chauffe à 150°C, la rotation des axes principaux de susceptibilité entre 250 et 300°C. Les différences résident dans l'évolution de k, qui croît linéairement dès 225°C, et dans l'évolution des paramètres de forme. L'anisotropie diminue tout au long de la chauffe avec un saut vers les fortes anisotropies et T<0 entre 250 et 300°C

#### 2. Discussion

La description des différentes anisotropies magnétiques avant et après chauffe nous a montré que des fabriques distinctes peuvent être mesurées dans un même échantillon. Ceci nous mêne à discuter de la composition des fabriques magnétiques dans ces roches sédimentaires, et du passage d'une fabrique à l'autre au cours du traitement thermique en laboratoire. Nous verrons également qu'une chauffe trop importante peut redisperser les fabriques d'anisotropie magnétique.

#### 2.1. Composition de fabriques

Pour CAP 15, deux fabriques distinctes apparaissent dans ces échantillons :

- La fabrique avant chauffe bien définie dans l'AARA basse coercivité ;
- La fabrique après chauffe bien définie dans l'ASM.

Si l'on replace ce site dans son contexte structural présenté dans le chapitre précédent, il apparaît que la fabrique après chauffe est en accord avec la direction de raccourcissement du type LPS (Fig. III-26), ensuite tournée par rotation antihoraire autour d'un axe vertical pendant la mise en place de cette écaille. Elle est donc interprétée comme précoce. La présence d'une fabrique «anormale» qui masque cette fabrique tectonique précoce peut s'interpréter par l'effet d'un événement tectonique ultérieur. La fabrique précoce n'est pas détruite, puisqu'elle réapparaît suite au traitement thermique en laboratoire et à ses recristallisations associées. Cet événement tectonique se traduit donc par une cristallisation tardive de nouveaux minéraux.

# CAP 15

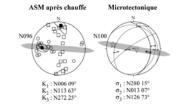


Figure III-26: Comparaison de la fabrique ASM après chauffe avec la microtectonique liée au LPS représentées sur des projections stéréographiques après débasculement de la stratification.

⇒ Il semble donc que l'ensemble des sites étudiés les 2 fabriques coexistent et toutes les fabriques décrites ne sont que des compositions de ces deux fabriques avec des proportions variables.

Cette composition s'exprime bien en considérant les données avant chauffe. Si l'on compare, au sein du même site CAP 15, les fabriques magnétiques dans les différentes gammes de coercivités, on évolue d'une fabrique secondaire dans la basse coercivité vers une fabrique proche de la fabrique primaire en haute coercivité (Fig. III-24).

Ensuite, si l'on compare plus précisément la haute coercivité avec la fabrique précoce (représentée par l'ASM après chauffe), on peut constater que les orientations d'axes sont identiques mais le  $K_{max}$  (AARA) est à la place du  $K_3$  (ASM après chauffe) et le  $K_{min}$  (AARA) est à la place du  $K_2$  (ASM) (Fig. III-27). Ce type de substitution des axes n'est pas sans rappeller les compositions de fabriques obtenues entre des magnétites polydomaines à fabrique normale et des magnétites monodomaines à fabrique inverse présentées par Aubourg et al. (1995) et synthétisée par la figure III-28.

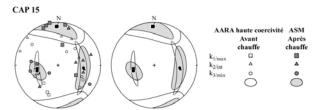


Figure III-27 : Comparaison des fabriques AARA haute coercivité avant chauffe et ASM après chauffe. Sont représentés l'ensemble des points et leurs moyennes à gauche, les moyennes seules à droite.

Ici il est possible de parler d'inversion d'axe au sens de Rochette (1988) puisque l'ASM après chauffe et l'AARA après chauffe se correspondent (Fig. III-24 B, E, F). Toutefois les substitutions d'axes sont également liées à la composition de deux fabriques. Les deux fabriques entrant dans la composition ne sont pas coaxiales, pourtant, comme dans le modèle d'Aubourg et al. (1995), on peut s'étonner de ne pas observer de position intermédiaire des axes principaux.

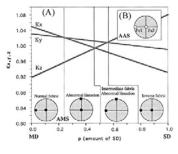


Figure III-28: (A) Composition de fabrique d'anisotropie de susceptibilité magnétique entre une fabrique portées par les titanomagnétites polydomaines (MD) et une fabrique inverse portée par les titanomagnétites monodomaines (SD), en fonction de la proportion des deux. Les grains monodomaines sont considérés comme légèrement anisotropes et «prolate» et des grains polydomaines «oblate». L'encart (B) indique la fabrique d'AARA attendue quelles que soient les proportions.
Ce cas de composition de fabriques est particulier et propre à l'ASM (cf. inversions d'axes). Issu de Aubourg et al., 1995.

177

Pour CAP 16, la situation est un peu différente. Lorsque l'on regarde les fabriques avant chauffe, on peut voir que la fabrique tardive a touché l'ensemble des coercivités (Fig. III-25). Après chauffe, on peut constater que les fabriques ASM, AARA basse et haute coercivités sont très voisines des fabriques avant chauffe. Les fabriques précoce et tardive sont ici coaxiales (Fig. III-29).

Après chauffe, si le plan de foliation magnétique et la direction de raccourcissement déduite est la même dans les 3 fabriques, la position des K, et des K, diffèrent entre ASM et AARA. Cette diffèrence peut être liée à une inversion d'axe au sens de Rochette (1988). Si l'on s'en réfère à la figure III-28, nous sommes dans le cas d'une linéation anormale associée à une petite proportion de grains de magnétite monodomaines. Ceux-ci sont également responsables, comme nous avons pu le constater dans l'étude de la minéralogie magnétique, de la forme concave des désaimantations 3 axes.

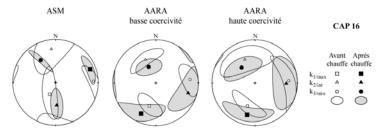


Figure III-29 : Superposition des fabriques avant et après chauffe d'ASM et d'AARA basse et haute coercivités

#### Passage d'une fabrique à l'autre en cours de chauffe

Lorsque l'on observe l'évolution de l'ASM au cours des différentes étapes de chauffe, on peut constater que le passage de la fabrique ASM "avant chauffe" à la fabrique ASM "après chauffe" s'effectue pour l'ensemble des sites ilerdiens, CAP 15, CAP 16 comme pour ceux non présentés en détail, entre 250 et 300°C. Ce saut correspond à l'étape où la fabrique précoce devient dominante.

Il correspond à des températures où la susceptibilité moyenne a déjà commencé à croître, excepté pour CAP 15 où l'essentiel de l'évolution de la fabrique à lieu entre 200 et  $300^{\circ}$ C, alors que la susceptibilité moyenne des échantillons n'augmente réellement qu'à partir de  $385^{\circ}$ C comme on a pu le voir sur les courbes k=f(T) (Fig. III-18).

On peut alors se demander si la différence de fabrique n'est pas liée à la modification de la structure magnétique de minéraux ferromagnétiques (de l'état magnétique des domaines) par désaimantation de l'aimantation rémanente naturelle lors de la chauffe plutôt qu'à la recristallisation. Afin de le vérifier, une désaimantation par champ alternatif a été réalisée, avec mesure de l'ASM à 70 et 100mT (Fig. III-30).

#### CAP 15 Désaimantation par champ alternatif

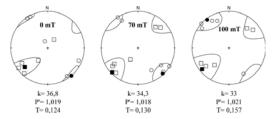


Figure III-30 : Désaimantation par champ alternatif lors d'une étude paléomagnétique et ASM mesurée sur 6 échantillons après désaimantation à 70 et 100 mT

Aucune modification des orientations moyennes des axes principaux de susceptibilité n'est visible en cours de désaimantation, seulement une meilleure définition de la fabrique. Ce regroupement des données correspond à celui que l'on observe en cours de chauffe entre 20 et 150°C. Ceci n'explique donc pas la modification de la fabrique en cours de chauffe avant la température de recristallisations.

Une seconde possibilité serait le «recuit» des échantillons. En effet, ces échantillons sont pris dans des contextes tectoniques complexes. Des dislocations doivent donc être présentes en grand nombre et jouent le rôle de barrières énergétiques empêchant le mouvement des parois de Bloch. L'augmentation de la température permet de les rendre mobiles et de nettoyer les minéraux, permettant ainsi d'avoir de meilleures fabriques avant qu'après chauffe. Reste à savoir si la création de dislocations pourrait permettre l'acquisition d'une fabrique cohérente et aussi bien définie que celle observée dans l'AARA basse température.

#### Dispersion de l'ASM au delà de 500°C

Dans l'ensemble des sites, on peut noter que la fabrique ASM se disperse à nouveau au delà de 550°C. On peut s'interroger sur les raisons de cette dispersion systématique dans les différents sites. Aucune observation jusqu'à présent ne permet de justifier cette dispersion. Une explication à ce phénomène peut venir de l'oxydation des magnétites crées en hématite et leur différence de type d'anisotropie. En effet, la croissance des grains de magnétite lors de la chauffe va avant tout être contrainte par l'espace disponible. La forme de la magnétite peut être ainsi différente de celle que lui aurait imposé axes cristallographiques si elle avait cristallisé sans contraintes d'espace. L'anisotropie de la magnétite étant une anisotropie de forme, celle-ci va présenter une anisotropie représentative de l'espace dans lequel elle croît. La magnétite s'oxyde ensuite en hématite, qui elle en revanche possède une anisotropie liée à son réseau cristallin et qui peut donc différer de la précédente. Cependant même si l'anisotropie de l'hématite est forte, sa susceptibilité est faible donc il faut une certaine quantité d'hématite pour que celle-ci s'exprime dans l'ASM. Ceci n'est toutefois pas à exclure mais doit être vérifié par des cveles d'hystérésis à températures intermédiaires (à 500 et 550°C).

178

# III. Conclusions

Le parallèle entre les données magnétiques et les données microtectoniques nous permet de définir la fabrique d'anisotropie de susceptibilité magnétique après chauffe comme une fabrique précoce. Cette fabrique est de type tectonique et est liée au raccourcissement parallèle aux couches.

La fabrique précoce apparaît après chauffe par recristallisation de minéraux ferromagnétiques mimant la fabrique préexistante. Lors du traitement thermique en laboratoire, pyrites et chlorites riches en fer sont en effet déstabilisées et libèrent du fer. Ce fer est mobile dans les argiles et utilisé dans la cristallisation de nouvelles magnétites et titanomagnétites essentiellement dans les stylolithes mais aussi la matrice. Ces minéraux de toutes tailles sont présents dans tout le spectre de coercivité. Ceci a pour effet de renforcer la fabrique magnétique primaire qui vient dominer l'ensemble des anisotropies après chauffe.

L'évolution de la fabrique d'anisotropie de magnétique en cours de chauffe s'effectue en plusieurs étapes :

- Après chauffe des échantillons à 150°C (par paliers successifs d'une heure à partir de 100°C et tous les 25°C) on observe renforcement de la fabrique magnétique observée avant chauffe. Le groupement devient nettement meilleur sans changement des orientations des axes principaux de susceptibilité magnétique. Si l'on compare ces fabriques à 150°C aux fabriques ASM obtenues en cours de désaimantation par champ alternatif, on constate que ce renforcement de la fabrique, non associé à une augmentation de la susceptibilité moyenne, correspond à l'élimination de la composante piézomagnétique, composante liée aux contraintes tectoniques donnant une structure particulière, métastable, aux domaines (Park et al., 1988 : Rochette et al., 1992).
- si l'on poursuit ce traitement thermique par chauffes successives, on peut constater, à partir de 350-400°C, une modification de l'orientation des axes principaux de susceptibilité, toujours avec un bon groupement des données. Les fabriques magnétiques obtenues après chauffe sont pour tous les sites de type tectonique et en accord avec les directions de raccourcissement déduites des marqueurs microtectoniques macroscopiques. Les fabriques avant chauffe, lorsqu'elles sont distinctes de celles après chauffe sont interprétées comme secondaires. Le traitement thermique des échantillons se présente donc comme une bonne méthode pour remonter à une fabrique magnétique précoce dans des roches sédimentaires où des recristallisations tardives sont susceptibles d'avoir lieu.
- Néanmoins, si la chauffe permet de remonter à une fabrique magnétique bien définie, une chauffe excessive mène à sa destruction progressive ici visible au delà de 550°C.

Ainsi, le traitement thermique permet d'obtenir une seule et même fabrique, précoce, alors qu'avant chauffe, les mesures d'AARA partielles révèlent que 2 fabriques magnétiques coexistent, et ce, que les fabriques ASM avant chauffe soient identiques (CAP 01, 14, 24 bane supérieur) ou distinctes (CAP 15, 16, 17, 24 bane inférieur) des fabriques après chauffe. Par exemple pour CAP 24 bane inférieur, l'ASM avant chauffe est cohérente avec la microtectonique, similaire à l'ASM après chauffe, cependant l'anisotropie de rémanence isotherme (touchant essentiellement la fraction de minéraux ferromagnétiques de faible coercivité, 0-20 mT) révèle une fabrique secondaire bien définie qui par ailleurs domine l'ASM avant chauffe du bane supérieur.

La fabrique secondaire domine principalement les faibles coercivités puis s'étend plus ou moins largement dans les hautes coercivités. L'AARA haute coercivité est dominée soit par la fabrique secondaire, soit par la primaire, soit encore exprime le mélange des 2 fabriques en faisant apparaître une permutation des axes principaux de la fabrique primaire

Trindade et al. (1999, 2001b) observent de la même manière une fabrique tardive, liée à l'altération des granites par hydrothermalisme. Cette fabrique secondaire est associée à la cristallisation de petits grains de magnétite dans des microfractures et n'apparaît donc que dans l'AARA haute coercivité.

Ici, la fabrique secondaire ne peut être attribuée qu'à un minéral de faible coercivité. Dans les cartographies d'éléments chimiques au microscope électronique à balayage du site CAP 24, il apparaît dans les quartz des minéraux allongés riches en titane et présentant une orientation préférentielle nette, presque perpendiculairement au plan stylolithique. Ces minéraux sont identifiés comme des anatases ou brookites (TiO2), mais certains semblent correspondre à une présence de fer sur la cartographie de cet élément et donc probablement à des titanomagnétites. La fabrique magnétique secondaire correspond donc à des minéraux (titanomagnétites, anatases...) cristallisées tardivement dans des plans de microfractures des ouartz.

L'anisotropie de susceptibilité magnétique est donc un outil structural puissant mais qui ne peut être correctement interprété qu'après une étude importante de la minéralogie magnétique et une comparaison avec les anisotropies de rémanence afin de détecter d'éventuelles compositions de fabriques.

Le traitement thermique dans les roches sédimentaires s'avère être une bonne méthode dans les cas complexes de compositions de fabriques pour extraire le signal magnétique d'une fabrique particulière. Celui-ci a également été utilisé par Trindade et al. (2001a) dans des granites présentant une composition de fabriques magnétiques spéciale, entre une fabrique normale portée par la biotite et une fabrique inverse portée par la Tourmaline. Par cristallisation de magnétites mimant l'anisotropie des biotites en cours de chauffèe, Trindade et al. (2001a) rendent négligeable la fabrique inverse liée à la Tourmaline et par conséquent utilisent l'ASM après chauffèe.