

MB 2024-06

Protocoles de mesure des propriétés pétrophysiques : densité volumique et susceptibilité magnétique

Documents complémentaires

Additional Files



Licence

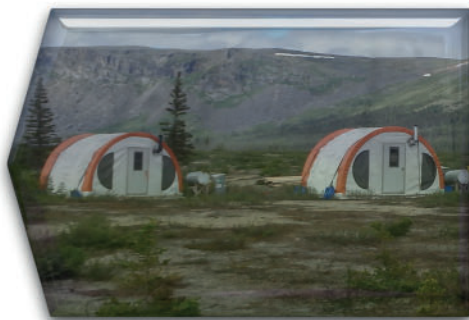


Licence

Cette première page a été ajoutée
au document et ne fait pas partie du
rapport tel que soumis par les auteurs.

**Ressources naturelles
et Forêts**

Québec 



Protocoles de mesure des propriétés pétrophysiques : densité volumique et susceptibilité magnétique

J. Christian Dupuis, Laura Mony, Geneviève Fillion, Micha Horswill, Rachid Intissar et Annie Therrien

MB 2024-06



Ressources naturelles
et Forêts

Québec 

Avertissement

Ce document est une copie fidèle du manuscrit soumis par l'auteur, sauf pour une vérification sommaire destinée à assurer une qualité convenable de diffusion.



PROTOCOLES DE MESURE DES PROPRIÉTÉS PÉTROPHYSIQUES

Densité volumique et susceptibilité magnétique

J. Christian Dupuis¹, Ph.D.

Laura Mony^{1,2}, B.Sc.

Geneviève Fillion¹, B.Sc.

Micha Horswill¹, M. Sc.

Rachid Intissar³, M. Sc.

Annie Therrien³, Chargée de projet

Présenté au :

Ministère des Ressources naturelles et des Forêts (MRNF)

Version 2.0

5 avril 2019

1 : Département de Géologie et de Génie géologique, Université Laval

2 : Institute of Marine and Antarctic Studies (IMAS)

3 : Ministère des Ressources naturelles et des Forêts (MRNF)

1 Introduction

1.1 Mise en contexte

Les méthodes géophysiques aéroportées permettent l'acquisition d'information sur de vastes territoires. Ce type de levés permet d'identifier des structures géologiques importantes et de mieux caractériser la nature de certaines lithologies. Les données générées sont centrales pour les intervenants dans les domaines de l'exploration minérale, de l'eau souterraine et des hydrocarbures. Les champs mesurés représentent l'expression de la combinaison de différentes propriétés du massif rocheux ou des sédiments, ce qui rend difficile leur interprétation dans plusieurs contextes. Afin d'établir clairement les éléments qui influencent les signaux mesurés, il est essentiel de confronter les levés aéroportés à des mesures de propriétés physiques (ou pétrophysiques) sur des échantillons prélevés sur le terrain ou *in situ*. Ces données permettent d'établir les contraintes nécessaires afin de réduire l'incertitude des modèles qui décrivent les structures géologiques en surface et en profondeur et de bonifier les données géophysiques présentes dans les bases de données comme celle du ministère des Ressources naturelles et des Forêts du Québec (MRNF).

La qualité des données pétrophysiques est centrale afin de les intégrer de manière utile dans les modèles géologiques. Ceci implique qu'elles doivent être recueillies en suivant un protocole rigoureux menant à des données reproductibles et fiables. Malgré l'existence d'instruments de mesure permettant l'acquisition de données physiques sur les affleurements et les camps de cartographie, les protocoles et les étalons de mesure qui permettent de valider ces mesures sont souvent manquants.

Ce rapport vise à décrire les protocoles de mesure et les étalons établis par le Laboratoire d'instrumentation géophysique de l'Université Laval (GIG_{UL}) pour assurer la qualité et la traçabilité des mesures de la masse volumique et de la susceptibilité magnétique acquises durant les campagnes de cartographie du MRNF.

1.2 Méthode de travail

Un protocole permettant de déterminer la précision, l'exactitude et la reproductibilité des systèmes de mesure a été élaboré et est présenté dans les pages qui suivent. Il permet d'évaluer les systèmes de mesure actuellement utilisés par les équipes du MRNF. Les erreurs et les incertitudes associées aux données seront ainsi quantifiées. Les dérives instrumentales à court et moyen terme seront aussi quantifiables.

Des étalons permettant de mieux évaluer les dérives instrumentales ont été fabriqués. Les détails de leur fabrication et le choix des matériaux se trouvent aux annexes 1 et 2. Les matériaux pour les étalons ont été sélectionnés en fonction de leur stabilité temporelle, de leur coût et leur disponibilité sur une durée de dix ans ou plus. L'incertitude des mesures de l'étalon qui peut être associée à des facteurs externes, comme une dilatation due à des variations de température, a été considérée et est inférieure au bruit intrinsèque du système de mesure proposé.

2 Protocole de mesure de la masse volumique

2.1 Théorie

La masse volumique (densité) d'une roche peut être calculée grâce à la méthode de flottaison, aussi appelée principe de poussée d'Archimède. La procédure consiste à mesurer la masse de l'échantillon à sec (M_d), saturé (M_s) par un fluide (généralement de l'eau) de masse volumique ρ_e et submergé (M_w) dans ce même liquide. La masse volumique (ρ) est simplement calculée à l'aide de l'équation suivante (Carmichael, 1989) :

$$\rho = \frac{M_d}{M_s - M_w} \times \rho_e \quad (2.1)$$

La mesure des masses M_d et M_w est facile et comporte un faible potentiel d'erreur si les protocoles de préparation de l'échantillon sont respectés. La masse saturée M_s est plus difficile à obtenir, car l'échantillon doit être complètement saturé en eau, tout en évitant la présence de fluide sur la surface de l'échantillon ou sur le plateau de la balance. L'humidité relative et la température de la pièce où les mesures sont effectuées ainsi que la tension de surface des minéraux présents détermineront le rythme d'évaporation de l'eau contenue dans l'échantillon. Lorsque l'échantillon possède une porosité effective faible, nous pouvons simplifier l'Équation 2.1 puisque $M_s \rightarrow M_d$. Ainsi, en faisant l'hypothèse de $M_s \approx M_d$, nous pouvons écrire l'équation suivante :

$$\rho = \frac{M_d}{M_d - M_w} \times \rho_e \quad (2.2)$$

En général, l'Équation 2.2 est celle utilisée le plus couramment dans l'industrie minière, car on tient généralement pour vraie l'hypothèse d'une faible porosité effective. Afin de nous assurer que cette hypothèse est valide, nous pouvons utiliser les masses mesurées pour évaluer la porosité effective de l'échantillon. La différence entre la masse saturée M_s et la masse sèche M_d est reliée à l'eau présente dans les pores de l'échantillon. La porosité effective ϕ peut ainsi être estimée grâce à la relation suivante :

$$\phi = \frac{M_s - M_d}{M_s} \quad (2.3)$$

Dans le cas des échantillons du MRNF, les échantillons qui présentent une porosité effective élevée se caractérisent souvent par une porosité secondaire représentée par des fractures ou des veinules d'altération (figure 2.1).



Figure 2.1 – Exemple de porosité secondaire observée dans un échantillon. Échantillon 18-MV-1016A en provenance du Grenville (été 2018)

En pratique, la masse volumique d'un échantillon montrant le type de porosité secondaire illustré à la figure 2.1 sera plus difficile à déterminer sans l'utilisation d'équipements plus spécialisés. En effet, dans ce cas, il peut être difficile d'assurer une saturation complète et uniforme du spécimen. Si la taille de l'échantillon le permet, les portions fracturées devraient être omises de la mesure. Dans le cas contraire, une cloche à vide peut être utilisée durant la saturation pour pallier cette difficulté.

Avant de poursuivre, il est important de noter que la méthode de flottaison s'applique uniquement aux échantillons consolidés qui ne s'effritent pas facilement. Le traitement

d'échantillons peu consolidés ou qui comportent un ciment qui peut être affecté par l'immersion dans l'eau peut mener à des mesures erronées, car une partie de l'échantillon peut être perdue lors des manipulations. Il est aussi important de noter que les phases minérales doivent être insolubles dans le liquide utilisé pour saturer l'échantillon. Il est possible de pallier ces difficultés en adaptant le système de mesure. La densité des échantillons non consolidés, par exemple, peut être déterminée à l'aide d'un pycnomètre. Nous pouvons aussi remplacer l'eau qui est normalement utilisée pour saturer l'échantillon par un hydrocarbure ou une saumure afin de maintenir l'intégrité de l'échantillon. Cependant, comme la majorité des échantillons du MRNF satisfont aux critères normaux pour la méthode de flottaison, ces possibilités ne sont pas abordées plus en détail ici.

Les travaux de Kell (1977) démontrent que la composition isotopique, la température et les gaz dissous ont une influence sur la densité de l'eau. Par conséquent, certains protocoles de mesure de la masse volumique proposent de corriger la valeur de densité de l'eau afin de pallier les variations de température. Selon Mangum et Furukawa (1990), l'équation suivante peut être utilisée afin de déterminer la densité de l'eau pour une plage de température t entre 5 et 40 °C :

$$\rho_e = 999,85308 + 6,32693 \times 10^{-2}t - 8,523829 \times 10^{-3} t^2 + 6,943248 \times 10^{-5} t^3 - 3,821216 \times 10^{-7} t^4 \quad (2.4)$$

Il est cependant plus facile de comprendre les effets de cette correction à l'aide de la figure 2.2. Elle n'a pas un effet uniforme sur les données mesurées. Pour comprendre ce phénomène, nous pouvons considérer les effets de cette correction de température sur l'erreur relative engendrée si ce facteur est négligé (figure 2.3).

À l'aide de la figure 2.3, nous pouvons noter que les erreurs les plus importantes sont associées aux échantillons de masse volumique plus importante mesurée à des températures élevées. En effet, pour les mesures effectuées à 20 °C sur des matériaux d'une masse volumique comprise entre 2,0 et 4,0 g/cm³, l'erreur est inférieure à 0,01 g/cm³. La majorité des roches sédimentaires, ignées et métamorphiques se trouvent dans cette fourchette de valeurs. Un enrichissement en minéraux métalliques ou en sulfure peut cependant faire grimper la masse volumique au-delà de 4,0 g/cm³. Il est donc important d'apporter cette correction pour les échantillons plus denses (masse volumique supérieure à 4,0) et lorsque la température de l'eau est supérieure à 20 °C.

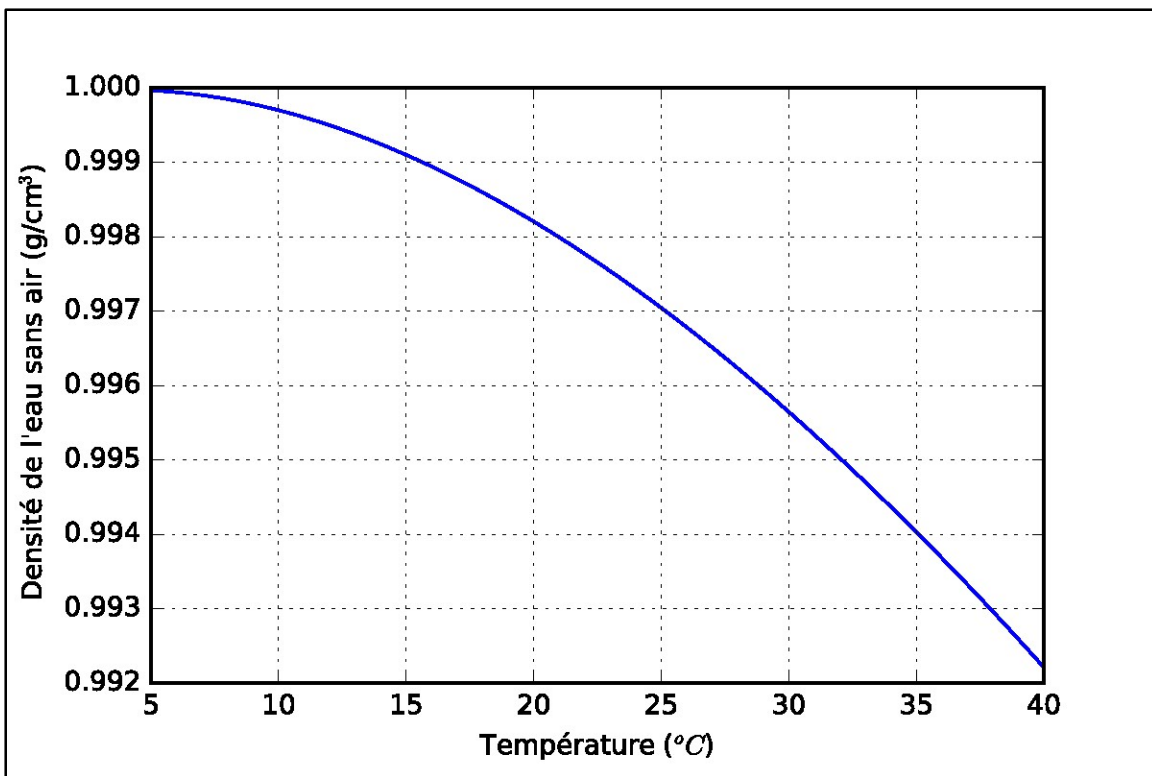


Figure 2.2 – Effet de la température sur la masse volumique de l'eau sans air dissout à une pression d'une atmosphère d'après l'équation 2.4

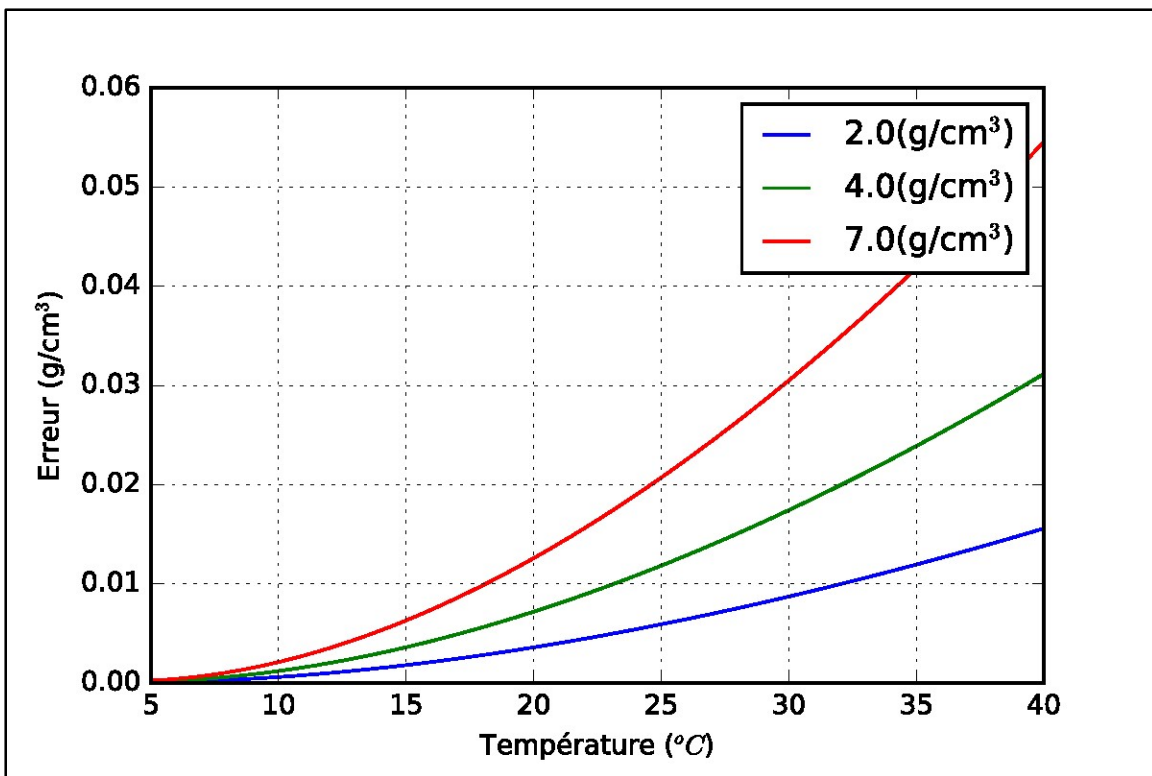


Figure 2.3 – Erreur sur la valeur de la masse volumique qui découle de l'omission de la correction de température

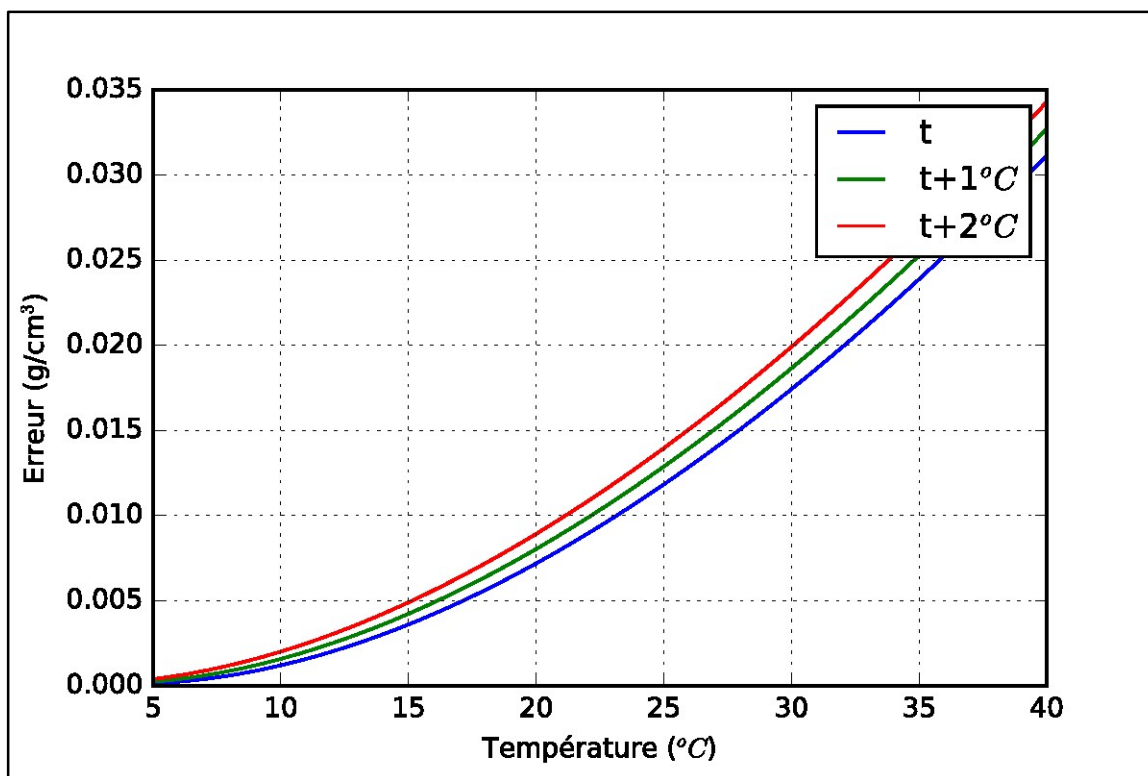


Figure 2.4 – Erreur sur la valeur de la masse volumique d'un échantillon de 4,0 g/cm³ qui découle d'une erreur de mesure de la température de 1 et 2 °C

Finalement, avant de clore la discussion sur ces effets, il est utile de considérer l'exactitude du thermomètre employé pour mesurer la température de l'eau. La figure 2.4 illustre les effets d'une erreur de température de 1 et 2 °C sur la mesure d'un échantillon de masse volumique de 4,0 g/cm³. Pour une température inférieure à 20 °C, une erreur de 2 °C entraîne une erreur inférieure à 0,01 g/cm³. Par conséquent, un thermomètre qui permet de mesurer la température avec une exactitude de 0,5 °C est amplement suffisant pour accomplir la tâche.

De plus, il est important de noter que les valeurs calculées pour cette relation théorique ne sont valides que pour de l'eau distillée qui ne contient pas de gaz ou de solutés. En pratique, ces conditions idéales sont difficiles à reproduire sur le terrain, car toutes les manipulations qui sont faites dans l'eau peuvent mener à une contamination de celle-ci. Par conséquent, une correction de température à elle seule ne peut assurer l'exactitude des valeurs qui sont mesurées à l'aide du montage, car il est difficile de garantir que l'eau soit complètement dégazée et sans contamination.

Il est possible de se servir d'un pycnomètre afin de déterminer la masse volumique de l'eau, même si sa composition est inconnue. Le principe du pycnomètre est simple, car il s'agit tout simplement d'un récipient qui a un volume bien déterminé. Il permet ainsi de déterminer la masse d'un liquide pour un volume donné. En pratique, cependant, l'utilisation d'un pycnomètre sur le terrain est complexifiée par le niveau de précision qui

doit être obtenu et la forme du pycnomètre lui-même qui le rend difficile à nettoyer et qui peut engendrer des erreurs de mesure.

Pour éviter ce problème, nous préconisons l'utilisation de standards de référence pour assurer la performance du système de mesure ainsi que son exactitude. Les standards, décrits plus en détail à l'Annexe 1, sont fabriqués de Téflon (masse volumique de $2,164 \text{ g/cm}^3$) et d'acier inoxydable ($7,965 \text{ g/cm}^3$). Ces matériaux sont robustes et ne sont pas affectés par une possible contamination de l'eau. En effectuant un cycle de calibration avec ces deux standards, il est possible d'identifier toute dérive du système de mesure et de la corriger ou la compenser *a posteriori*. Cela facilite les manipulations sur le terrain et permet d'assurer l'exactitude des résultats obtenus.

2.2 Matériel

Le montage nécessaire pour réaliser les mesures de masse volumique est schématisé à la figure 2.5. Le montage comprend les éléments suivants :

- **Balance** : munie d'un crochet qui permet de mesurer la masse des objets placés sur le plateau ou dans la nacelle.
- **Support** : offre une plateforme stable qui permet de niveler la balance.
- **Réservoir** : sert à contenir le liquide utilisé pour les mesures lorsque l'échantillon est submergé.
- **Nacelle** : supporte l'échantillon lorsqu'il est submergé.
- **Liquide** : souvent de l'eau douce, mais peut être remplacé par une autre substance si la nature de l'échantillon l'oblige.

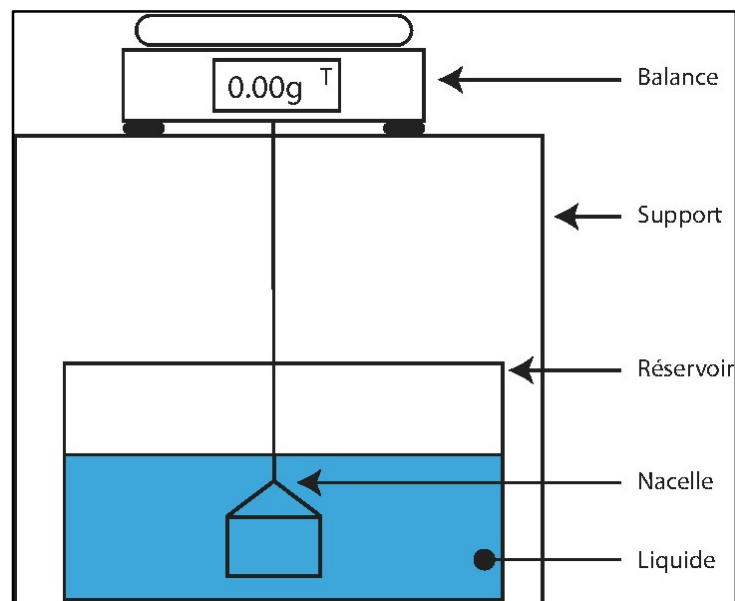


Figure 2.5 – montage utilisé pour réaliser les mesures de masse volumique

Schéma du

Le choix de la balance à utiliser est relié au niveau d'incertitude désiré. Ce choix doit aussi tenir compte de la masse des échantillons mesurés. La figure 2.6 illustre le pourcentage d'erreur associé à une imprécision de 0,1 g et 0,01 g pour la mesure d'un échantillon dont la masse est comprise entre 1 g et 2200 g. On constate évidemment qu'une balance qui possède une précision de 0,01 g permet de réaliser des mesures présentant un faible pourcentage d'erreur. Ce graphique permet de fixer le pourcentage maximal d'erreur acceptable et de déterminer la précision de la balance et la masse minimale de l'échantillon pour atteindre cet objectif.

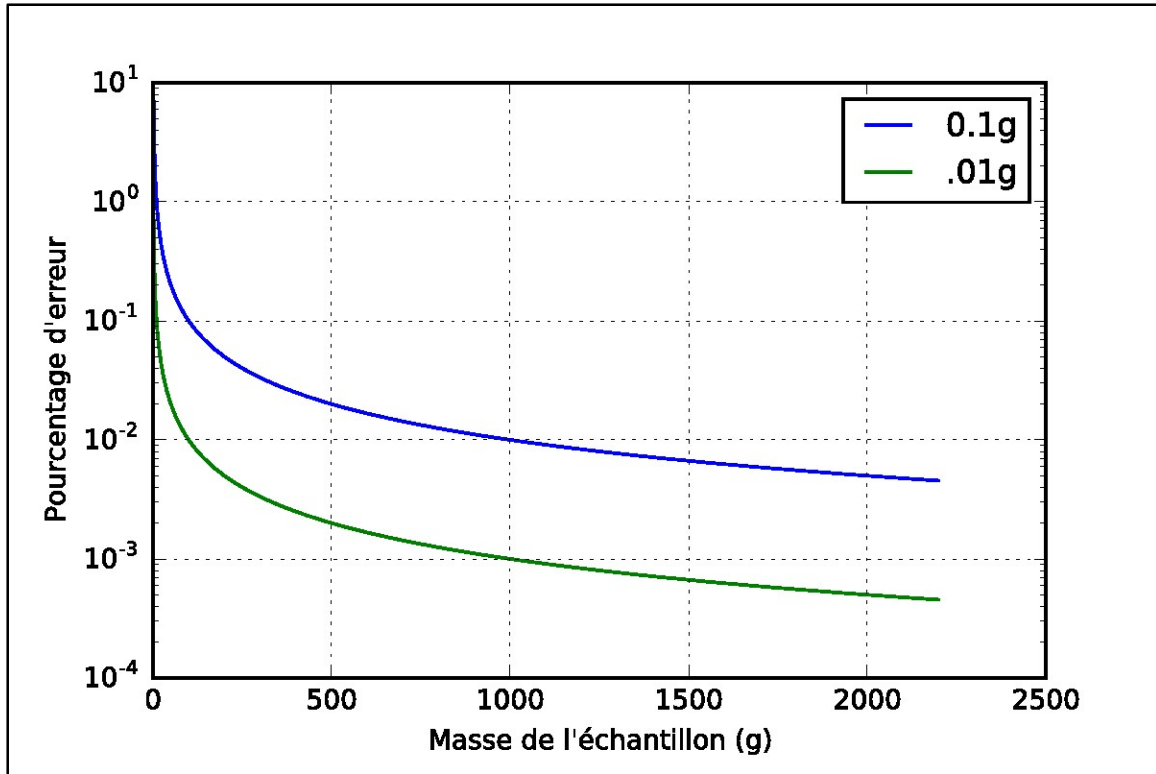


Figure 2.6 – Pourcentage d'erreur associé à une incertitude de 0,1 g et 0,01 g

Une façon probablement plus intuitive de procéder à ce choix est de considérer les effets de la précision de la balance sur le résultat final. Par exemple, évaluons le cas d'un échantillon présentant une masse sèche M_d de 128,00 g et une masse M_w de 69,28 g lorsqu'il est submergé dans un réservoir d'eau douce d'une masse volumique ρ_e de 1,000 g/cm³. En supposant que l'échantillon présente une faible porosité, nous pouvons utiliser l'équation 2.2 afin de déterminer la masse volumique de l'échantillon :

$$\begin{aligned} \rho &= \frac{M_d}{M_d - M_w} \times \rho_e \\ &= \frac{128,00}{128,00 - 69,28} \times 1,000 \end{aligned}$$

$$= 2,179804 \text{ g/cm}^3$$

En réalité, cette réponse ne peut pas avoir plus de chiffres significatifs que les valeurs utilisées pour le calcul. Dans cet exemple, nous avons quatre chiffres significatifs; nous devrions donc avoir un maximum de quatre chiffres significatifs dans notre réponse. Ainsi, la masse volumique de cet échantillon est de $2,180 \text{ g/cm}^3$.

Nous pouvons répéter cet exercice avec une balance qui possède une précision de 0,1 g. Ainsi, en utilisant les valeurs précédentes, nous obtenons :

$$\begin{aligned}\rho &= \frac{M_d}{M_d - M_w} \times \rho_e \\ &= \frac{128,0}{128,0 - 69,3} \times 1,000 \\ &= 2,180579 \text{ g/cm}^3\end{aligned}$$

Puisque la valeur de la masse submergée ne possède que trois chiffres significatifs, nous devons également rapporter notre réponse avec trois chiffres significatifs, ce qui fait que la masse volumique du deuxième exemple est de $2,18 \text{ g/cm}^3$. Les deux réponses sont donc équivalentes, mais la précision atteinte avec une balance précise au 0,01 g est supérieure.

Certaines difficultés peuvent survenir dans le cas d'échantillons particulièrement denses. Par exemple, considérons un échantillon de faible porosité présentant une masse sèche M_d de 500,00 g et une masse M_w de 428,67 g lorsqu'il est submergé dans un réservoir d'eau douce de masse volumique ρ_e de $1,000 \text{ g/cm}^3$. Nous pouvons encore une fois utiliser l'équation 2.2 afin de déterminer la masse volumique de l'échantillon :

$$\begin{aligned}\rho &= \frac{M_d}{M_d - M_w} \times \rho_e \\ &= \frac{500,00}{500,00 - 428,67} \times 1,000 \\ &= 7,0097 \text{ g/cm}^3\end{aligned}$$

Si l'exercice est répété, mais avec une balance d'une précision de 0,1 g, nous obtenons :

$$\begin{aligned}\rho &= \frac{M_d}{M_d - M_w} \times \rho_e \\ &= \frac{500,0}{500,0 - 428,7} \times 1,000 \\ &= 7,0013 \text{ g/cm}^3\end{aligned}$$

Nous pouvons constater que, même si les deux masses volumiques sont similaires, le fait d'arrondir la réponse à seulement quatre chiffres significatifs donne des réponses différentes. La majorité des références listant les densités des roches et des minéraux rapporte ces valeurs à seulement trois chiffres significatifs et nous jugeons que cela représente une bonne pratique. Malgré les bénéfices qu'une balance précise au 0,01 g peut apporter au système de mesure, d'autres éléments, comme un léger changement du niveau d'eau dans le réservoir, peuvent avoir un effet suffisant pour remettre en question la validité du quatrième chiffre significatif. En adoptant cette pratique, les résultats obtenus dans les exemples précédents sont identiques malgré la différence de précision entre les deux balances.

Nous devons aussi considérer la masse minimale de l'échantillon permettant d'obtenir une valeur fiable de la masse volumique. En principe, si nous voulons être en mesure de rapporter une valeur avec une précision de trois chiffres significatifs, les masses mesurées doivent avoir au moins trois chiffres significatifs. La limite inférieure est donc de 10,0 g, mais comme la masse submergée est inférieure à la masse sèche nous devons réorganiser l'équation 2.2 afin de déterminer la masse sèche nécessaire afin que $M_w \geq 10,0$ g. Si nous faisons l'hypothèse que $\rho_e \approx 1$, nous pouvons écrire l'équation suivante :

$$M_w = \frac{\rho M_d}{(\rho - 1)} \quad (2.5)$$

Nous devons également tenir compte de la valeur de ρ dans l'équation 2.5, ce qui veut dire que la masse minimale varie donc en fonction de la masse volumique du matériel en question. La figure 2.7 illustre les effets de la valeur de ρ sur la masse minimale de l'échantillon.

Ce graphique nous indique qu'une masse sèche de 20,0 g répond à nos objectifs de mesure. Cependant, nous ne recommandons pas de mesurer des échantillons si petits, car de fausses manœuvres peuvent mener à une perte de masse lors de la manipulation d'un échantillon, ce qui pourrait entraîner des conséquences importantes sur la valeur de la masse volumique mesurée.

Afin d'illustrer ce concept, considérons les effets d'une erreur de masse comprise entre 0,1 et 1,0 g pour un échantillon d'une masse volumique de $2,18 \text{ g/cm}^3$ (figure 2.8). Pour une erreur de masse volumique inférieure à $0,01 \text{ g/cm}^3$, l'erreur de masse devra être inférieure à 0,5 g si l'échantillon a une masse de 250 g. Nous pouvons aussi constater qu'une erreur de 1,0 g peut être tolérée si l'échantillon fait au moins 500,0 g.

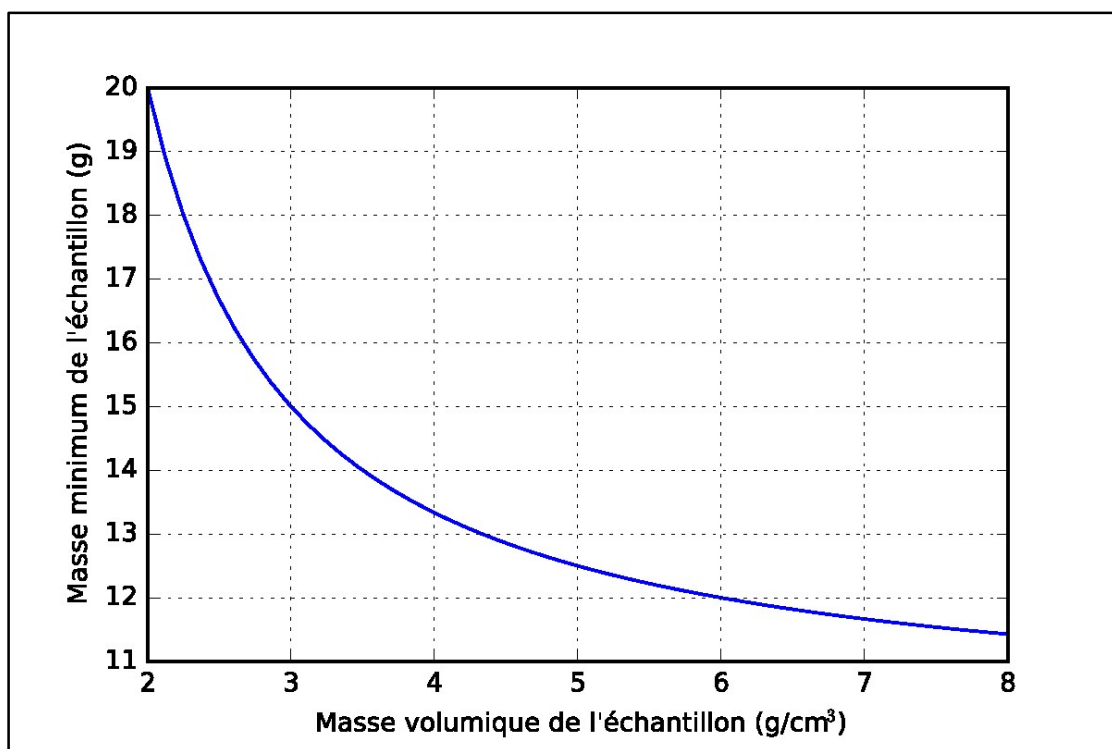


Figure 2.7 – Masse sèche M_d minimale nécessaire afin d’obtenir une masse volumique avec trois chiffres significatifs si la balance a une précision de 0,1 g

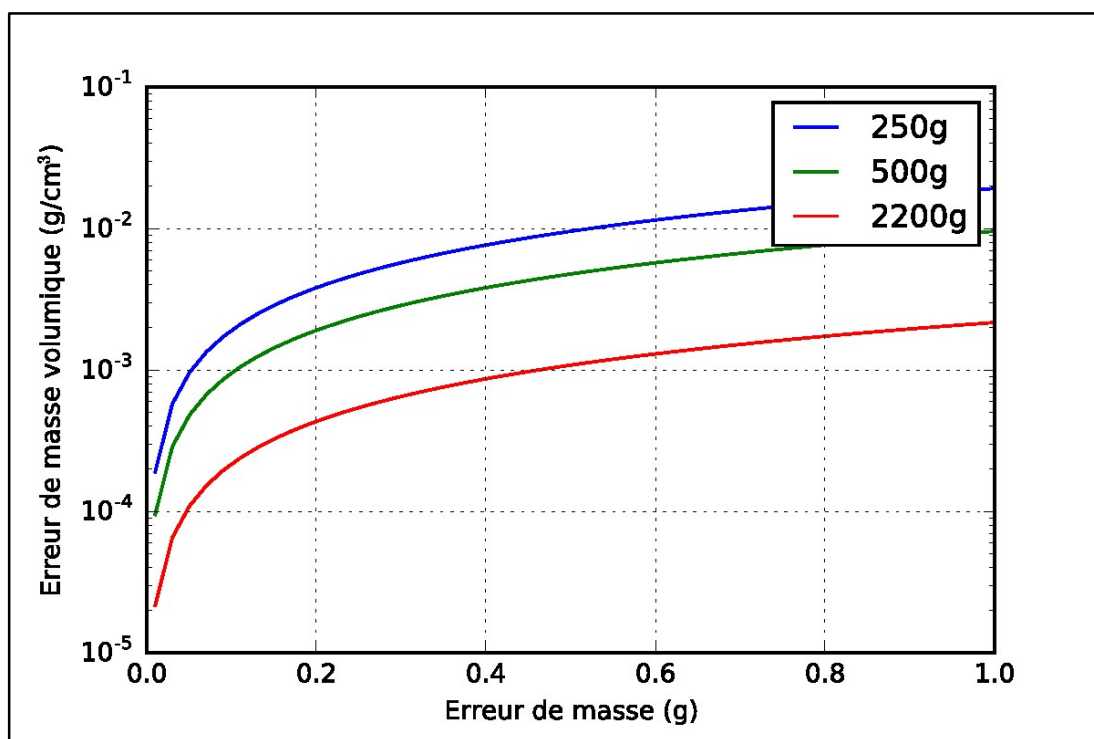


Figure 2.8 – Erreur sur le calcul de la masse volumique associée à une erreur de masse pour un échantillon qui possède une masse volumique de $2,18 \text{ g/cm}^3$

L'histoire se complique un peu pour les échantillons de masses volumiques plus importantes. Considérons l'exemple d'un échantillon d'une masse volumique de $7,01 \text{ g/cm}^3$ pour lequel l'erreur doit être inférieure à $0,01 \text{ g/cm}^3$.

La figure 2.9 illustre les erreurs de masses volumiques engendrées par des erreurs de masse pour des échantillons de 250, 500 et 2200 g. Nous pouvons constater que nous ne pouvons obtenir l'erreur visée de $0,01 \text{ g/cm}^3$ avec un échantillon de 250 g même avec une précision de la balance relativement faible de 0,1 g. Cet objectif est atteint pour un échantillon de 500,0 g; cependant, l'erreur de mesure est limitée par l'incertitude de la balance précise au 0,1 g. Un échantillon de 2200 g pourra tolérer une erreur de masse atteignant 0,4 g sans effets adverses sur l'exactitude de la mesure de la masse volumique. Cependant, il est important de noter que des échantillons de cette masse ne peuvent être récoltés de façon routinière par géologues du MRNF, car ceci limite de façon notable le nombre d'échantillons prélevés en traverse. Nous proposons donc que la masse des échantillons mesurés devrait être de plus de 500,0 g si la balance possède une précision de 0,1 g et de plus de 250 g si la balance précise au 0,01 g est utilisée. Le MRNF utilise des balances avec une précision de 0,01 g pour les mesures de la masse volumique dans les laboratoires de terrain.

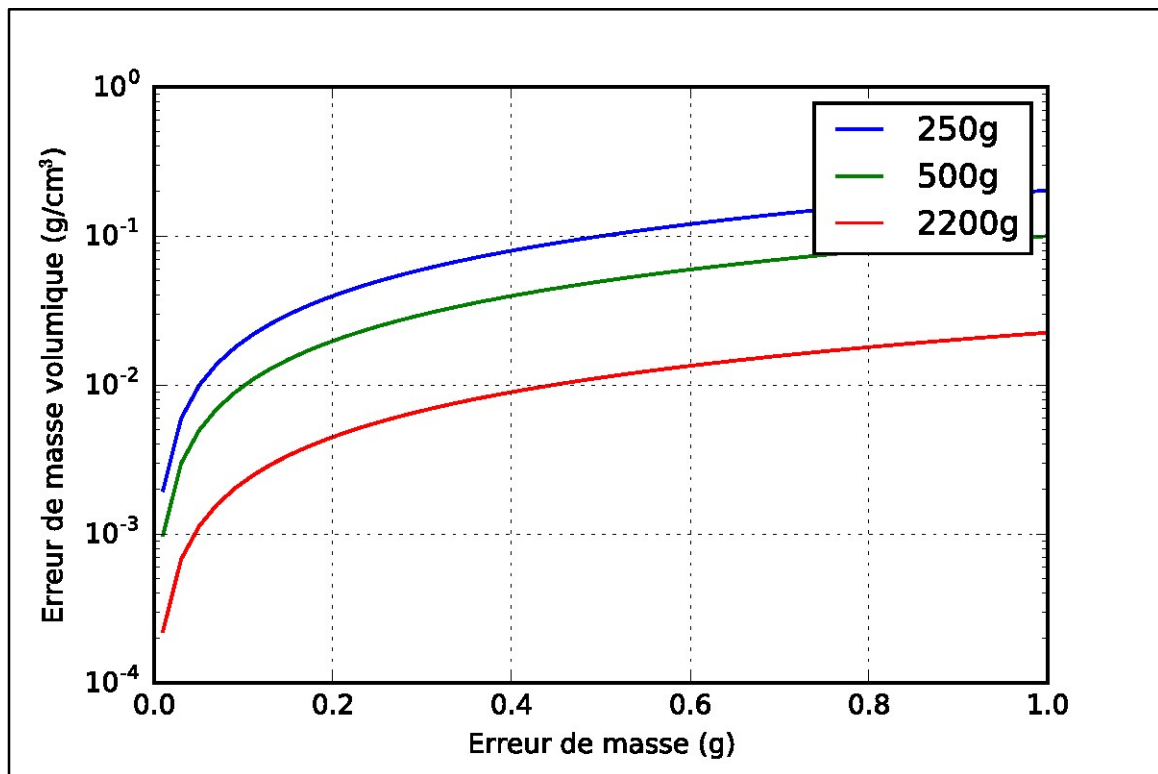


Figure 2.9 – Erreur sur le calcul de la masse volumique associée à une erreur de masse pour un échantillon qui possède une masse volumique de $7,01 \text{ g/cm}^3$

2.3 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons pour la détermination de la masse volumique est illustrée à la figure 2.10. Ce protocole assure que les résultats seront précis et reproductibles. Il est cependant important de noter encore une fois que seuls les échantillons consolidés et insolubles peuvent être mesurés par la méthode de flottaison.

La préparation débute par l'identification de l'échantillon de façon qu'elle reste toujours visible lors des étapes subséquentes de la mesure. La surface de l'échantillon est ensuite étudiée afin d'identifier des altérations de surface ou des fractures qui devront être soustraites. Les surfaces d'altération et les fractures engendrent des faiblesses mécaniques qui peuvent avoir un impact négatif sur la mesure. L'effritement de l'échantillon ou toute perte de masse associée aux manipulations peuvent compromettre l'exactitude des résultats. Les fractures peuvent aussi retenir de l'air en raison des effets de tension superficielle. Il est donc préférable de les soustraire de l'échantillon si celui-ci est suffisamment gros pour permettre cette coupe.

Le séchage des échantillons avant la prise des mesures de masse sèche est absolument nécessaire. Si une étuve est disponible, faire sécher les échantillons pendant 20 h à une température de 80 °C. Cette consigne doit être cependant modifiée si l'échantillon contient de l'argile, puisque l'argile peut être altérée à cette température. Dans ce cas, la température de séchage sera de 50 °C pour une période de 48 h. Dans les camps en région éloignée, les étuves ne sont pas toujours disponibles. Dans ce cas, les échantillons devront être séchés à l'air libre dans un endroit sec pendant une période de 3 jours. Les équipes du MRNF utilisent des étuves pour le séchage des échantillons.

La saturation des échantillons avant la mesure de leur masse submergée est également obligatoire. Pour ce faire, les équipes du MRNF font tremper les échantillons de roches dans un réservoir d'eau douce pour une période d'au moins 12 h. La faible porosité des échantillons récoltés habituellement devrait assurer une saturation suffisante. Cependant, si la mesure de l'échantillon submergé est particulièrement difficile, on pourrait conclure que la porosité est probablement plus importante que prévu. Dans ce cas, cette étape nécessitera probablement une cloche à vide pour assurer la saturation de la porosité primaire et secondaire. Cet appareil est disponible dans le laboratoire du GIGUL.

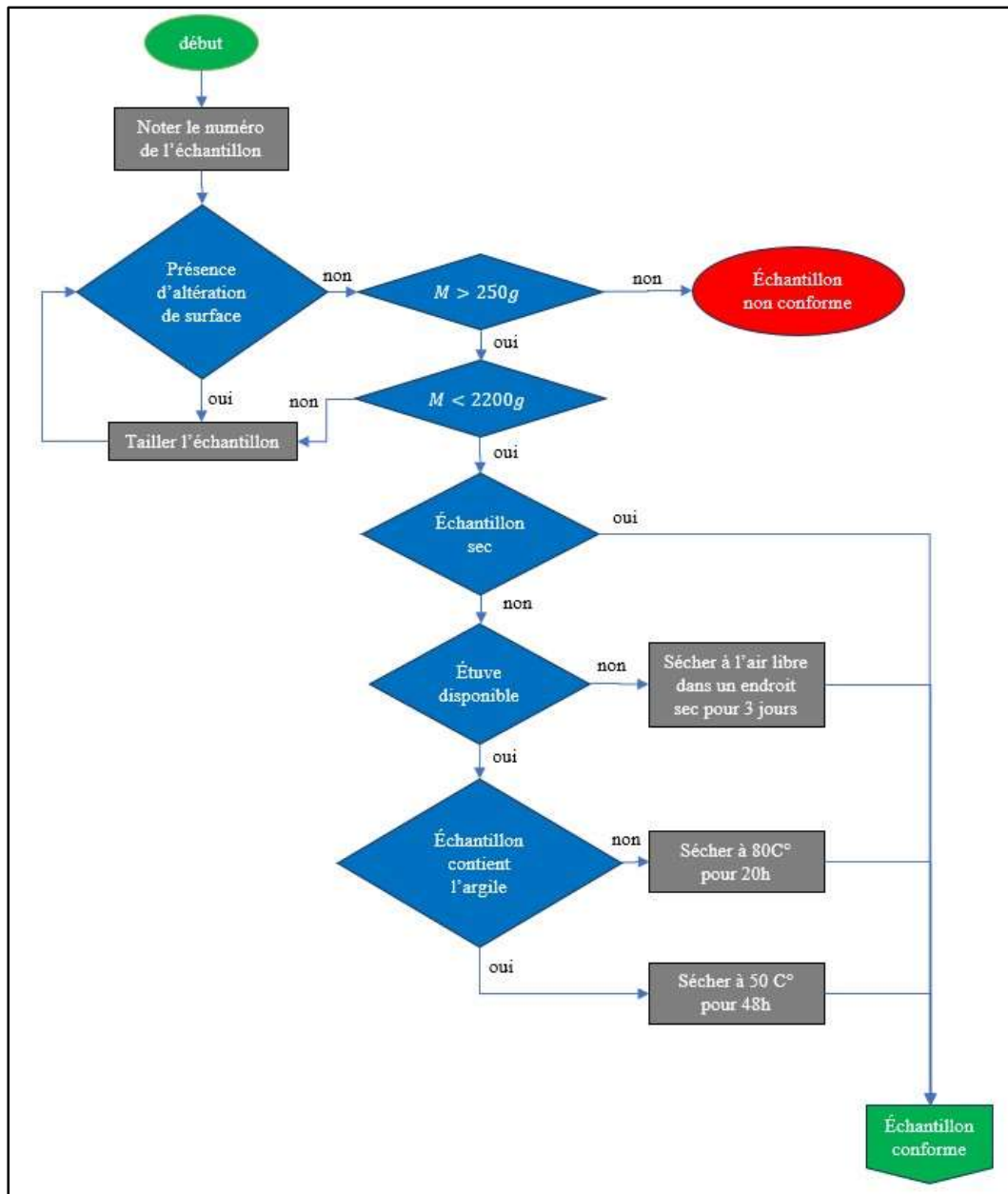


Figure 2.10 – Protocole de préparation des échantillons pour déterminer leur masse volumique. Ce protocole s'applique aux mesures réalisées avec une balance d'une précision de 0,01 g.

2.4 Calibration

Avant d'effectuer les mesures de masse volumique, nous devons nous assurer que le système de mesure est calibré afin d'obtenir des résultats précis et reproductibles. Un résumé de la procédure à suivre est illustré à la figure 2.11.

La calibration débute en s'assurant que la balance est placée de façon sécuritaire sur son support. Avant de niveler la balance, il est important de s'assurer que le crochet qui se trouve sous l'instrument est placé vis-à-vis le trou qui permet d'accrocher la nacelle. Une fois la balance au niveau, nous pouvons placer le bassin sous la balance et accrocher la nacelle au crochet. On remplit ensuite le bassin avec de l'eau douce dégazée. Les gaz dissous dans l'eau peuvent entraver la mesure de la masse volumique, car il peut se former des bulles sur la nacelle et sur la surface des échantillons. Si vous observez des bulles à l'intérieur du bassin, vous pouvez agiter l'eau afin de la dégazer.

Lorsque le montage est prêt, nous pouvons amorcer le processus de calibration avec le premier étalon. Le cycle débute en s'assurant que la balance est tarée (c.-à-d. une lecture de 0,00 g). Placer l'étalon d'acier inoxydable ULSSⁱⁱ sur le plateau de la balance et noter sa masse M_d . Assurez-vous que la balance affiche encore 0,00 g lorsque l'étalon est retiré du plateau de la balance. Répéter cette étape à trois reprises et noter les lectures dans le fichier de calibration Excel en calculant la moyenne. Placer ensuite l'étalon sur le plateau de la nacelle et noter sa masse M_w . Répéter également cette étape à trois reprises et prendre en note les lectures dans le fichier de calibration en calculant la moyenne. À l'aide de l'équation 2.2, calculer et noter la masse volumique de l'eau (ρ_e) dans le fichier Excel en considérant la masse volumique de référence pour l'étalon ULSSⁱⁱ (7,965 g/cm³). Cette masse volumique de l'eau sera utilisée lors de la deuxième étape de calibration.

Dans la deuxième étape, on répète la procédure, mais avec l'étalon de référence en Téflon ULTⁱⁱ. Ainsi, il faut prendre respectivement trois lectures de la masse sèche et submergée, noter les six mesures dans le fichier de calibration Excel et calculer la masse volumique de ULTⁱⁱ en considérant la masse volumique de l'eau (ρ_e) obtenue lors de la première étape de calibration.

Pour valider la calibration du système, comparer la masse volumique calculée pour l'étalon de référence ULTⁱⁱ avec sa masse volumique de référence (2,164 g/cm³). Si la différence est inférieure à $\pm 0,01$ g/cm³, la calibration est bonne. Dans ce cas, compléter le fichier de calibration Excel et passer à la mesure de la densité des échantillons inconnus.

Dans le cas où la différence entre la mesure de l'étalon ULTⁱⁱ et sa masse volumique de référence est supérieure $\pm 0,01$ g/cm³, répéter la procédure de calibration depuis le début en s'assurant que le montage est assemblé de façon adéquate et que les sources d'erreur (bulles d'air, frottement de la nacelle, etc.) ont été éliminées. Dans le cas où la deuxième

ⁱⁱ numéro de l'étalon

tentative ne permette pas de valider la calibration du système, contacter le responsable du laboratoire.

La calibration du système de mesure devrait être effectuée de façon périodique. Nous recommandons qu'une calibration complète soit effectuée :

- Chaque matin et en début d'après-midi, avant d'entreprendre les mesures;
- Lors d'un changement du niveau d'eau, soit à la suite d'un ajout, de l'évaporation ou la manipulation des échantillons;
- Chaque fois que l'opérateur doute de la qualité des mesures.

Une vérification du système peut être effectuée aux 15 échantillons en utilisant une seule partie de la calibration. Il s'agit de mesurer la masse volumique d'un étalon (ULSSⁱⁱ), en utilisant la masse volumique de l'eau issue de la calibration en cours et la comparer avec la masse volumique de référence. Dans le cas où la différence est supérieure à $\pm 0,01 \text{ g/cm}^3$, il faut refaire la calibration complète pour déterminer une nouvelle masse volumique de l'eau.

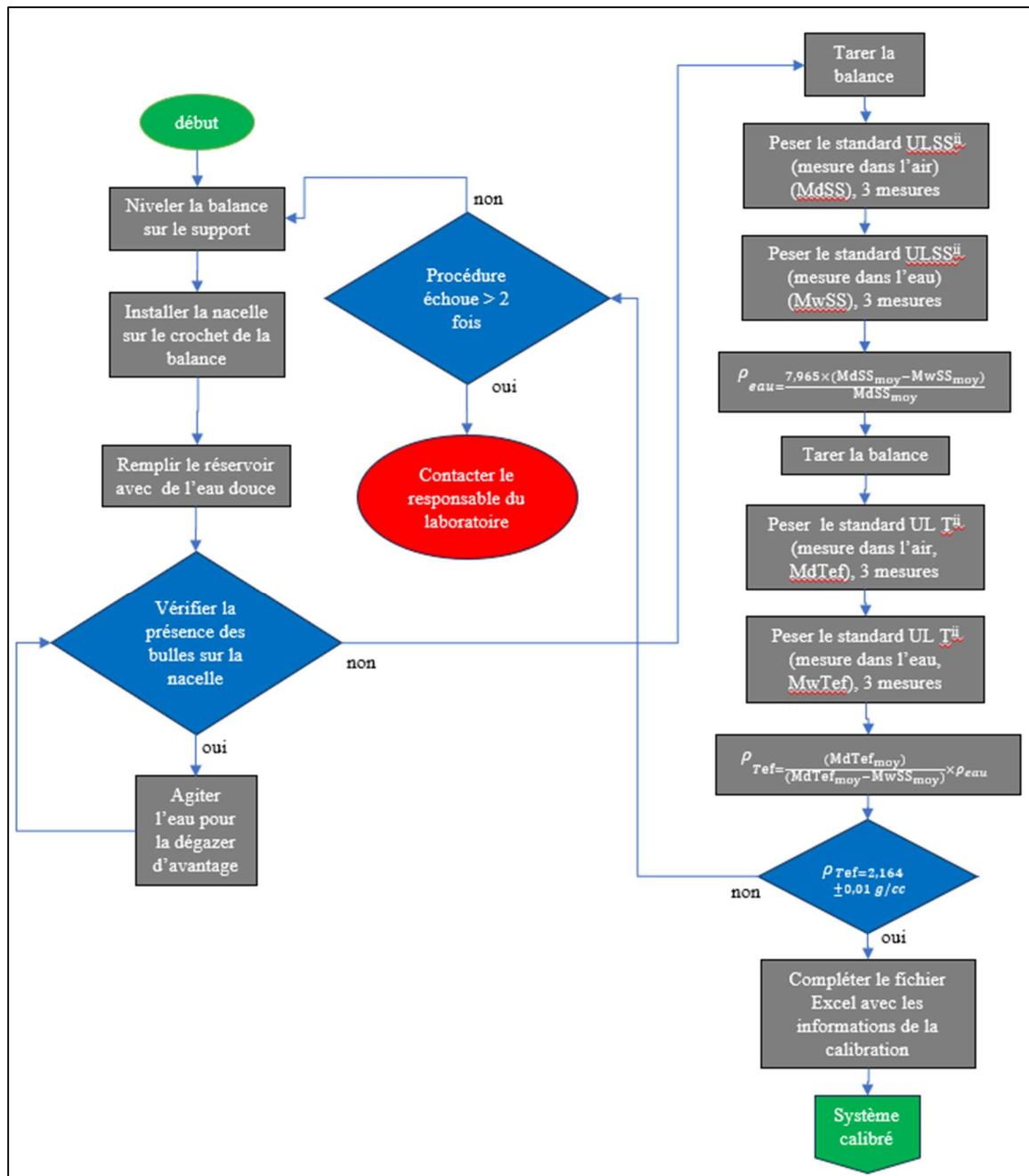


Figure 2.11 – Protocole de calibration du système de mesure de la masse volumique des échantillons

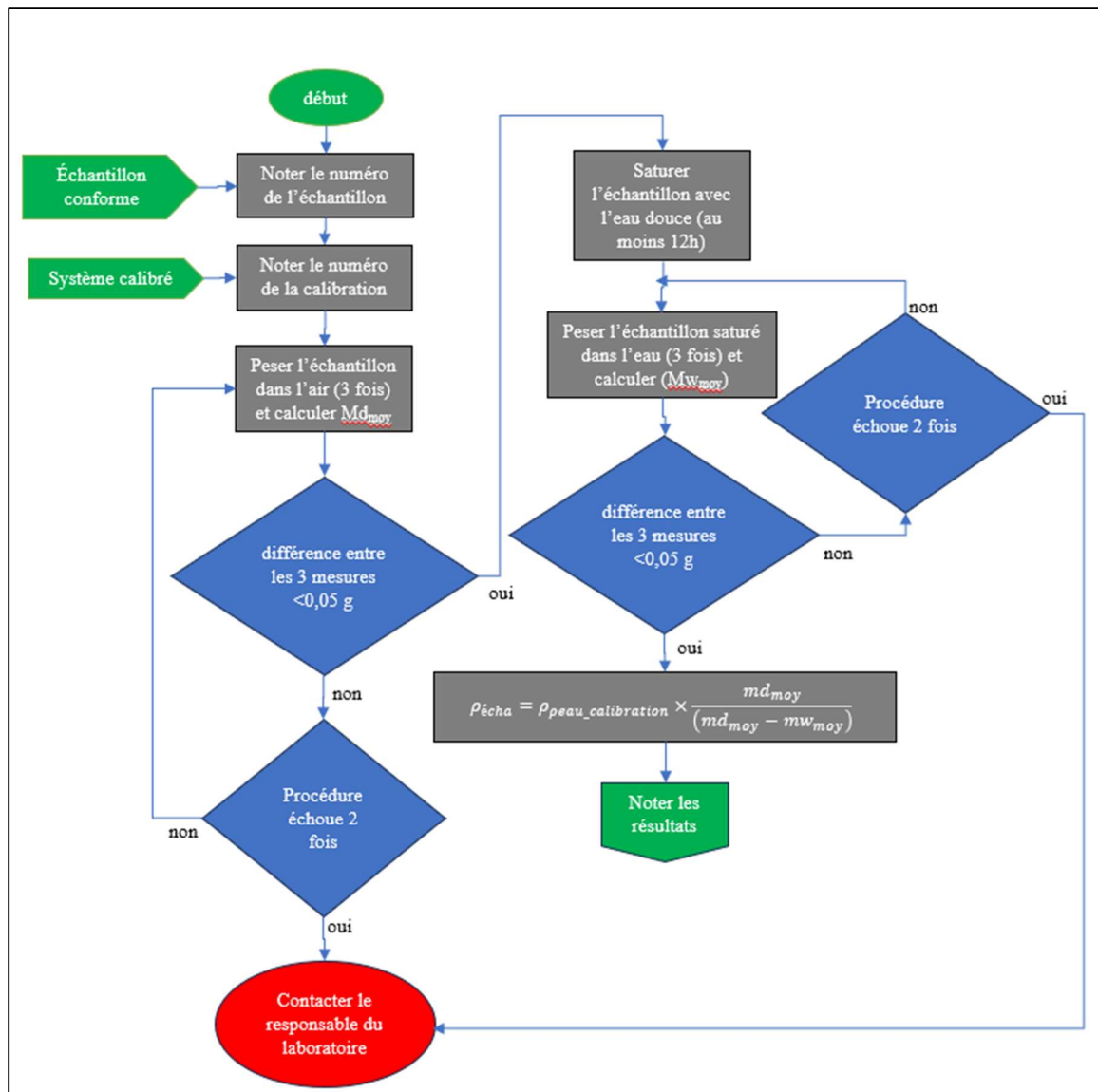


Figure 2.12 – Protocole de mesure de la masse volumique d'un échantillon.

2.5 Mesure des échantillons

Le protocole de mesure de la masse volumique d'un échantillon est illustré à la figure 2.12. Ce protocole débute en notant le numéro de l'échantillon à mesurer ainsi que le numéro de calibration qui indique le bon fonctionnement du système de mesure avec la masse volumique de l'eau déterminée préalablement.

Après s'être assuré que la balance est calibrée et tarée et que l'échantillon a été séché suivant le protocole décrit à la section 2.3, ce dernier est placé sur le plateau de la balance et sa masse sèche M_d est mesurée et notée dans le fichier Excel. Ces étapes sont effectuées à trois reprises. La différence entre les lectures de masse sèche ne doit pas dépasser $\pm 0,05$ g.

Avant de passer à la deuxième étape de mesure, il faut s'assurer que l'échantillon a été bien saturé en suivant le protocole décrit à la section 2.3 et que la balance a bien été calibrée. Après avoir taré la balance, placer l'échantillon saturé sur le plateau de la nacelle (porte-échantillon), mesurer et noter sa masse immergée M_w dans le fichier Excel. Ces étapes sont effectuées à trois reprises. Si la différence entre les trois lectures de masse immergée est inférieure à 0,05 g, la masse volumique de l'échantillon est calculée à l'aide de l'Équation 2.2 en utilisant la masse volumique d'eau ρ_e déterminée durant la phase de calibration.

Si ces trois mesures consécutives sont croissantes, l'échantillon n'est probablement pas complètement saturé en eau. Par conséquent, on doit reprendre le processus de saturation avant de compléter cette mesure.

Finalement, il est aussi possible d'estimer la porosité de l'échantillon. Pour ce faire, nous devons retirer l'échantillon du bassin et l'essuyer pour éliminer l'eau stagnante en surface. Après s'être assuré que la balance est tarée, placer l'échantillon saturé sur le plateau de la balance pour mesurer la masse saturée M_s à trois reprises. Les résultats seront peut-être plus erratiques, car l'échantillon peut se drainer durant la mesure ou perdre de l'eau par évaporation. En supposant que toute la porosité p est occupée par de l'eau, nous pouvons utiliser l'Équation 2.3 pour estimer ce facteur. Il est cependant important de noter que cette méthode comporte plusieurs sources d'erreur. Elle ne donne qu'une estimation grossière de la porosité d'un échantillon.

3 Protocole de mesure de la susceptibilité magnétique

3.1 Théorie

La susceptibilité magnétique (κ) décrit la facilité avec laquelle une roche est capable de se magnétiser en présence d'un champ magnétique inducteur. C'est le paramètre fondamental en prospection magnétique. Elle est définie comme le rapport entre l'intensité de la magnétisation induite (M) dans un matériau et le champ magnétique inducteur (H). Dans

le système international d'unités (SI), la susceptibilité magnétique (κ) est sans dimension, alors que M et H sont en A/m.

La susceptibilité magnétique des roches dépend principalement de leur contenu en minéraux magnétiques et de la granulométrie de ces minéraux. La magnétite est, de loin, le minéral qui possède la plus forte susceptibilité magnétique. De plus, elle est présente dans presque tous les types de roches. Cependant, on ne peut pas établir des liens aussi directs entre le type de roche et sa concentration en magnétite, car deux roches de même nature peuvent avoir des proportions différentes de magnétite. De même, des roches de compositions différentes peuvent avoir des pourcentages assez similaires en minéraux magnétiques.

Les matériaux peuvent être séparés en trois groupes en fonction de leurs susceptibilités magnétiques :

- Matériel diamagnétique : $\kappa \leq 0$ SI. Un minéral diamagnétique présente une susceptibilité magnétique négative. Lors de l'application d'un champ magnétique externe, une très faible aimantation opposée au champ magnétique est générée. Cela crée un champ magnétique opposé du champ magnétique externe qui disparaît lorsque le champ magnétique externe disparaît. La susceptibilité magnétique de ces minéraux est facilement masquée par la présence de minéraux paramagnétiques et ferromagnétiques (O'Reilly, 2012). Exemples : calcite, quartz, feldspaths (Souque, 2002).
- Matériel paramagnétique : $\kappa \geq 0$ (10^{-5} SI à 10^{-2} SI). Un minéral paramagnétique montre une susceptibilité magnétique faiblement positive. Lors de l'application d'un champ magnétique externe, une faible aimantation dans la direction du champ magnétique externe est générée. Le champ magnétique ainsi créé disparaît lorsque le champ externe disparaît (O'Reilly, 2012). Exemples : phyllosilicates (micas, argiles, etc.) ou silicates ferromagnésiens (olivine, amphiboles, etc.; Souque, 2002).
- Matériel ferromagnétique : $\kappa \gg 0$ (10^{-2} SI à 10^6 SI). Un minéral ferromagnétique, sous l'effet d'un champ magnétique externe, possède une interaction entre les moments magnétiques, ce qui crée une forte attraction (O'Reilly, 2012). Ces minéraux vont s'aimanter sous l'effet du champ magnétique externe et maintenir cette aimantation (aimantation rémanente) lorsque ce dernier disparaît. Exemples : magnétite, hématite (Souque, 2002).

3.2 Matériel

Le matériel nécessaire pour la mesure de la susceptibilité magnétique est composé de :

- Instrument de mesure
Dans ses laboratoires de terrain, le MRNF utilise les susceptibilimètres KT-10 de Terraplus.

- Étalons de validation du système de mesure;
Deux étalons fournis par le GIGUL sont utilisés pour valider la calibration des susceptibilimètres. Le détail concernant la composition et la géométrie de ces étalons est fourni à l'Annexe 2.

3.3 Préparation des échantillons

Les échantillons sélectionnés pour les mesures de la susceptibilité magnétique doivent répondre aux critères suivants :

- Bien nettoyés et dépourvus d'altération de surface;
- Avoir au moins une face plane bien taillée;
- Avoir une épaisseur supérieure à 3 cm;
- Avoir un diamètre supérieur à 7,5 cm.

La figure 3.1 résume la procédure à suivre pour valider la conformité de l'échantillon

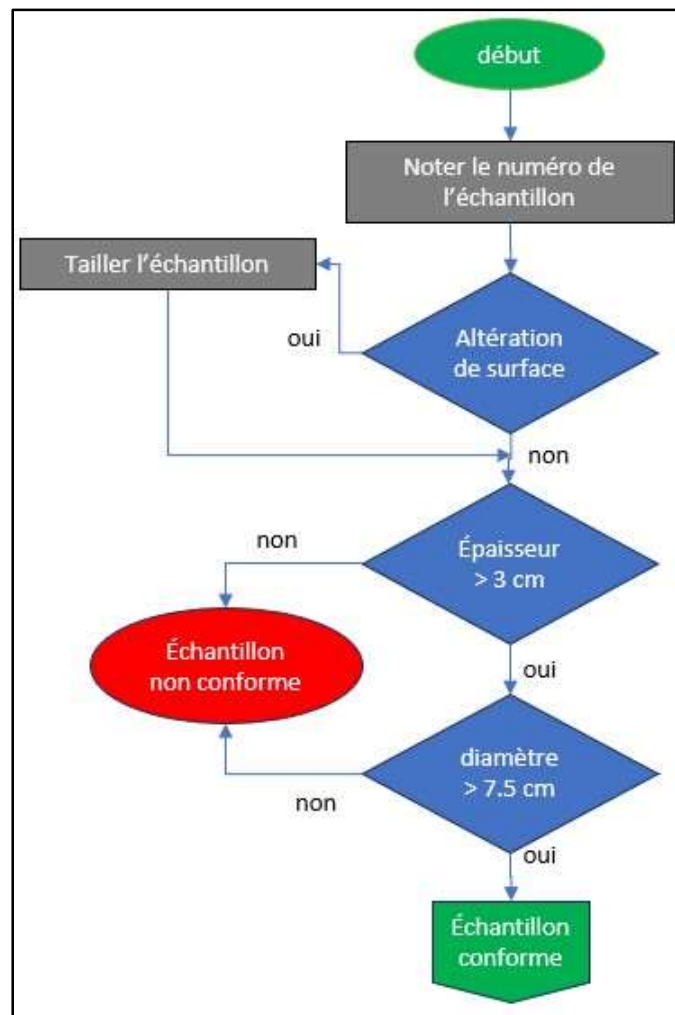


Figure 3.1 – Validation de la conformité de l'échantillon.

3.4 Définition de l'emplacement des mesures

Afin d'éviter que des objets magnétiques influencent les mesures, il faut délimiter et vérifier l'absence des objets magnétiques (montre, bijoux, objets métalliques, aimant, etc.) dans un rayon d'environ 2 m autour du secteur prévu pour les mesures. Pour vérifier que l'environnement est non magnétique, il faut prendre des mesures avec l'instrument utilisé en pointant le capteur vers le haut. Dix mesures consécutives doivent donner une valeur moyenne proche de zéro (inférieure à 10^{-7} SI). Si cette condition n'est pas atteinte, il faut revérifier la présence d'objets magnétiques ou changer d'emplacement. Il faut garder la même position durant toute la procédure de vérification. La figure 3.2 indique la procédure à suivre pour vérifier la validité de l'environnement de mesure.

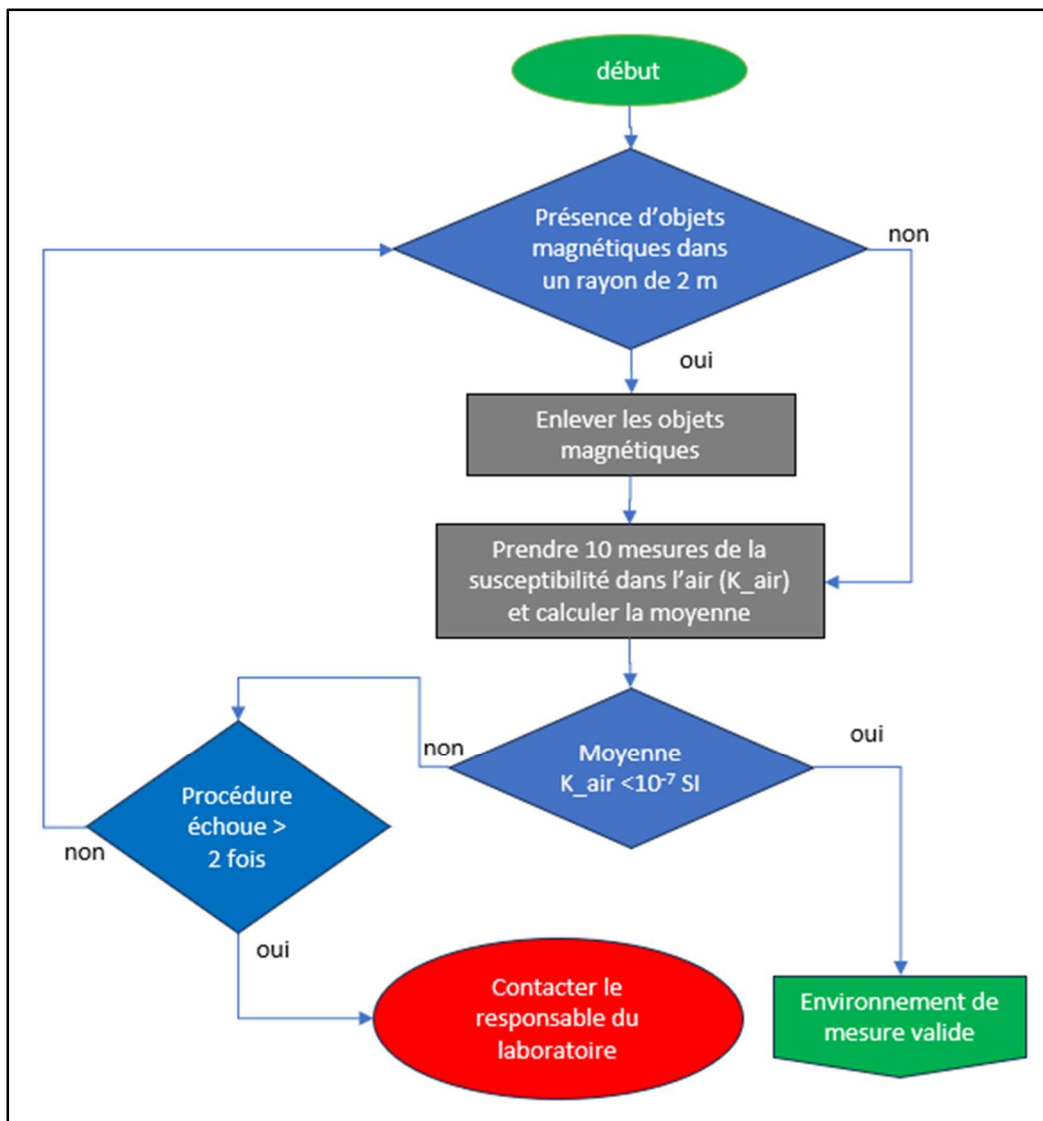


Figure 3.2 – Procédure de vérification de la validité de l'environnement de mesure.

3.5 Marche à suivre

La procédure de mesure de la susceptibilité magnétique peut être divisée en deux étapes : la validation de la calibration de l'instrument et la prise de mesure proprement dite.

Validation de la calibration de l'instrument

- Dans l'espace dédié aux mesures de susceptibilité, prendre trois mesures de κ à partir de l'étalon ULL sans tenir compte de la première et en s'assurant que :
 - L'étalon est gardé dans la main;
 - L'instrument est perpendiculaire à la face de l'étalon;
 - La surface de l'étalon est en contact direct avec l'instrument de mesure;
 - La face de l'étalon couvre bien la bobine de l'instrument.
- S'assurer que le rapport de la moyenne des trois mesures et la valeur de référence (fournie dans le certificat du GIG_{UL}) est compris entre 0,9 et 1,1.

Ces étapes sont répétées avec le second étalon ULM

La figure 3.3 illustre la procédure de validation de la calibration de l'instrument à l'aide des deux étalons fournis par le GIG_{UL}.

Cette validation de la calibration doit être effectuée chaque matin, au début de l'après-midi, à chaque fois que l'environnement de prise de mesure est modifié et lorsque l'opérateur doute de la validité des mesures.

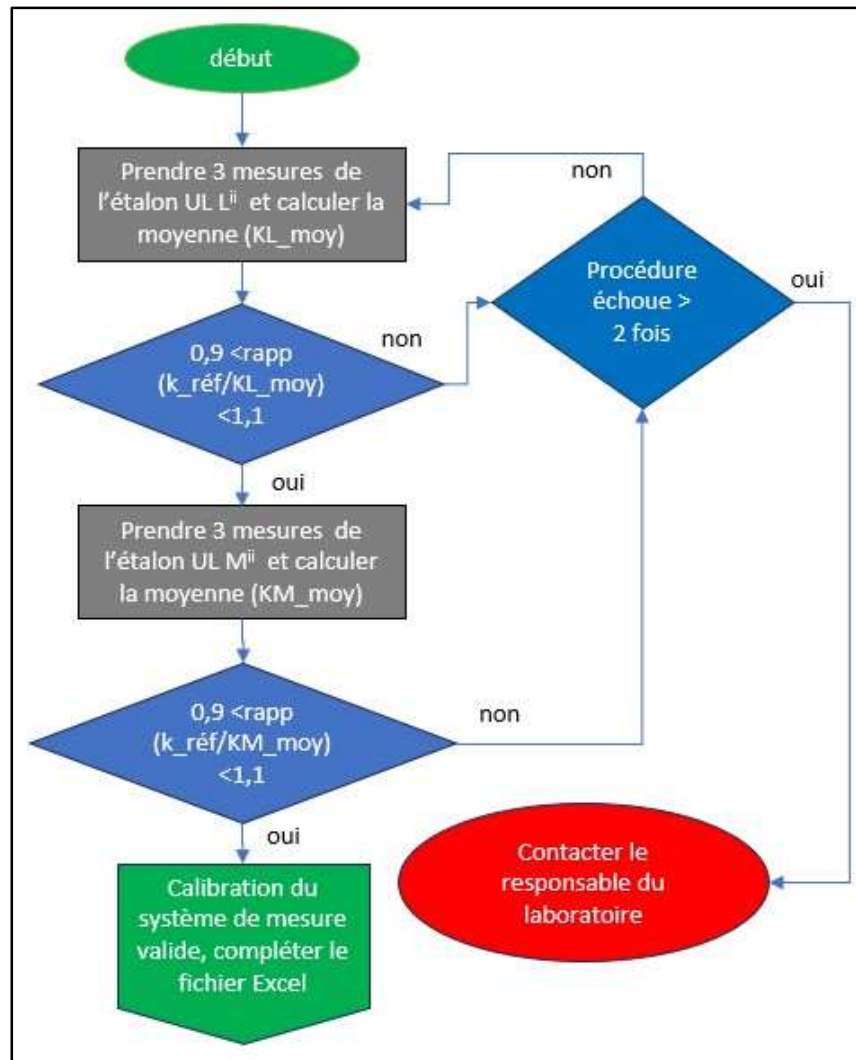


Figure 3.3 – Validation de la calibration du système de mesure.

Mesures de la susceptibilité des échantillons

Toujours dans l'espace dédié aux mesures et en s'assurant que les étalons et les autres échantillons sont situés à au moins 60 cm de la position des mesures :

- Prendre trois mesures sur la face identifiée et les inscrire dans le fichier Excel en s'assurant que :
 - L'instrument est perpendiculaire à la face de l'échantillon;
 - La surface de l'échantillon est en contact direct avec l'instrument de mesure;
 - La position de la mesure reste la même.
- Calculer la moyenne et s'assurer que les rapports des trois mesures prises deux à deux sont compris entre 0,9 et 1,1;
- Répéter ces étapes pour la seconde face si présente;
- Passer à l'échantillon suivant.

La figure 3.4 indique la procédure à suivre pour effectuer la mesure de la susceptibilité d'un échantillon.

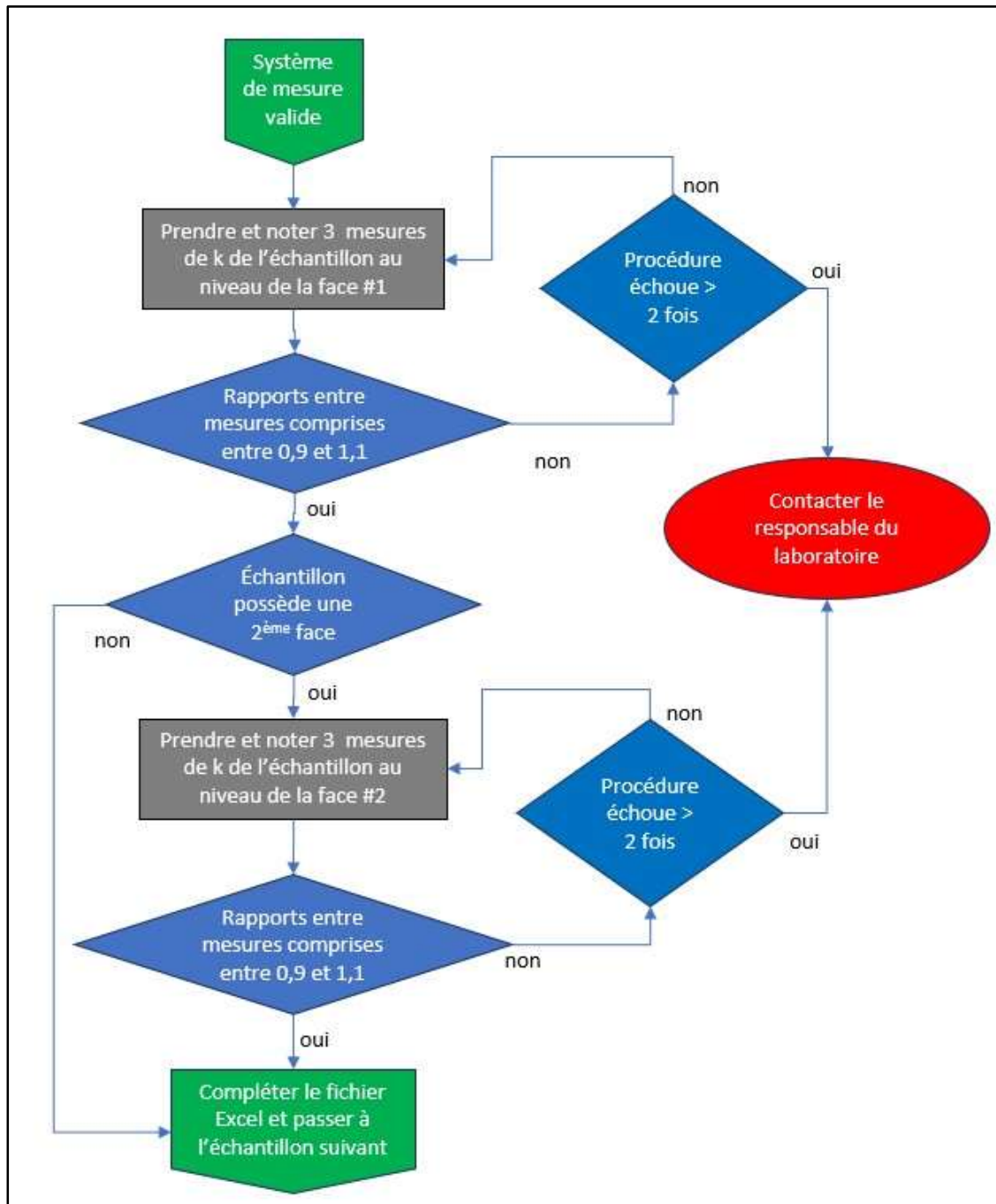


Figure 3.4 – Procédure de mesure de la susceptibilité magnétique d'un échantillon.

4 Bibliographie

Carmichael, R.S., 1989. Practical handbook of physical properties of rocks and minerals. CRC Press; 756 pages. <https://doi.org/10.1201/9780203710968>

Geo F/X, 1997. KT-9 Kappameter: User's Guide, volume Rev.1. Exploranium G.S. Limited.

Kell, G.S., 1977. Effects of isotopic composition, temperature, pressure, and dissolved gases on the density of liquid water. Journal of Physical and Chemical Reference Data; volume 6, pages 1109-1131. <https://doi.org/10.1063/1.555561>

Mangum, B.W., Furukawa, G.T., 1990. Guidelines for Realizing the International Temperature Scale of 1990 (ITS-90). National Institute of Standards Technology; Technical Note 1265. https://tsapps.nist.gov/publication/get_pdf.cfm?pub_id=905199

O'Reilly, W., 2012. Rock and mineral magnetism. Springer Science & Business Media, 220 pages.

Souque, C., 2002. Magnétisme structural dans les chaînes de chevauchement-plissement : développements analytiques et exemples d'utilisation dans les Corbières. Université de Cergy-Pontoise; thèse de doctorat, 333 pages.

Annexe 1 - Caractéristiques des étalons de masse volumique

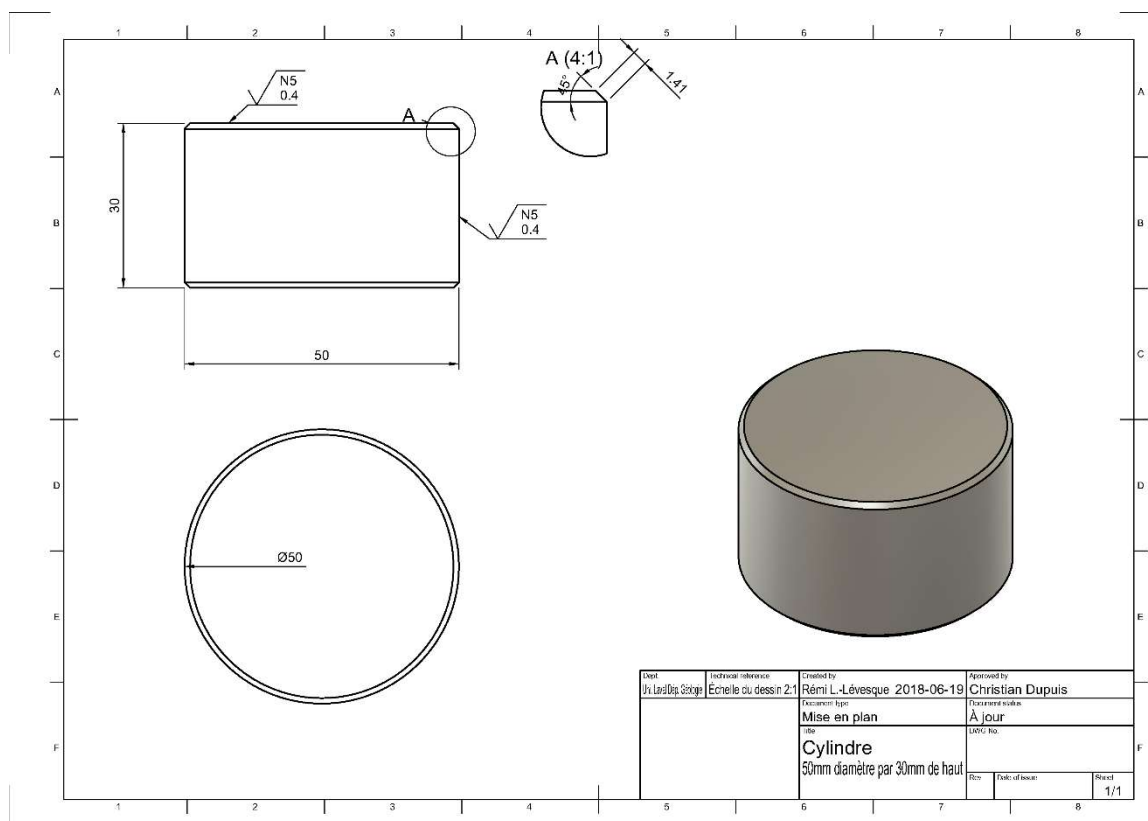
Des étalons de densité en Téflon et en acier inoxydable sont disponibles. Un exemple de dessin technique est présenté ci-dessous.

Étalon de Téflon

- Identification : ULTⁱⁱ
- Dimensions : 5 cm de diamètre et 3 cm de hauteur
- Masse volumique : $2,164 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$

Étalon d'acier inoxydable

- Identification : ULSSⁱⁱ
- Dimensions : 5 cm de diamètre et 3 cm de hauteur
- Masse volumique : $7,965 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$



Annexe 2 - Caractéristiques des étalons de susceptibilité magnétique

Les deux étalons de susceptibilité magnétique sont constitués d'un mélange de magnétite en poudre et de polyuréthane (Easyflo 60). Un dessin technique illustrant la géométrie de ces étalons est présenté ci-dessous.

Les proportions de magnétite et de polyuréthane sont établies en fonction du poids des deux matériaux. Plus la part de magnétite est importante, plus la susceptibilité de l'étalon est élevée.

Les certificats d'étalonnage de chacune des pastilles sont fournis par le GIGUL.

