

Depuis le 1^{er} mai, je révisais plus avec fréquence et
régularité. J'étais parvenu à la fin de la semaine, je continuais cependant avec
les mêmes efforts de persévérance. Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures.
L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde.

Bulletin

Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde. Je continuais cependant avec les mêmes efforts de persévérance. Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde.

de

l'A.M.I.S.

Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde. Je continuais cependant avec les mêmes efforts de persévérance. Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde.

Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde. Je continuais cependant avec les mêmes efforts de persévérance. Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde.

Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde. Je continuais cependant avec les mêmes efforts de persévérance. Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde.

Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde. Je continuais cependant avec les mêmes efforts de persévérance. Le 15 mai, j'étais allé à la messe à 8 heures. L'Église était pleine, il y avait beaucoup de monde.

INTRODUCTION A LA DETERMINATION MICROCHIMIQUE DES MINERAUX.

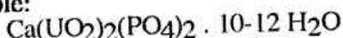
J.C Boulliard et V.Gillet
(texte présenté dans le cadre de Travaux Pratiques réalisés en 1988 à la
Collection de Minéralogie)

PREAMBULE.

Bien souvent, le recours à des méthodes de détermination physique ou chimique rebute l'amateur qui craint de devoir accumuler une somme de connaissances considérable, pour des résultats bien faibles, ne pouvant en aucun cas intéresser les scientifiques "sérieux". Cette attitude est bien évidemment criticable lorsque l'on connaît les efforts prodigués par les chercheurs pour développer des techniques d'analyse simples, précises et ne nécessitant pas de connaissances théoriques complexes. Ces méthodes loin d'être négligeables, offrent des possibilités de diagnostics rapides, même sur le terrain; elles permettent une approche indispensable aux problèmes qui, le cas échéant, trouveront leur totale résolution au sein de laboratoires équipés d'appareillages "lourds". Chacune d'entre elles appréhende soit un caractère physique (couleur, éclat, transparence...), cristallographique (forme cristalline, clivage..) culturel (connaissance sur la paragenèse, nature du terrain) ou chimique. Sachant que tout minéral est défini par sa nature chimique et cristallographique, toute technique de détermination axée sur celles-ci apporte des éléments de diagnose très puissants. Si la nature cristallographique peut être analysée sommairement par un examen attentif à l'oeil ou au goniomètre optique, l'examen de la nature chimique nécessite toujours l'emploi d'un outillage et de réactifs appropriés qui, dans le cas d'une recherche sur le terrain, devront être peu encombrants, d'usages simples et sensibles à de petites quantités de matière. Ces impératifs sont bien remplis par la microanalyse chimique qualitative.

I.- UN PEU DE CHIMIE.

Avant d'entrer dans le détail de l'analyse microchimique, il est nécessaire d'introduire quelques notions sommaires de chimie apparaissant dans la formule chimique d'un minéral, l'autunite par exemple:



- Dans cette formule chimique les lettres désignent un élément chimique (indestructible, sauf dans les réactions nucléaires). Le nombre d'éléments connus est égal à 103. Ils sont classés dans le tableau de Mendéléev (cf figure 1) selon un numéro atomique Z (égal au nombre d'électrons constitutifs d'un atome de l'élément). Dans le cas de l'autunite: Ca désigne le calcium (Z=20), U l'uranium (Z=92), O l'oxygène (Z=8), P le phosphore (Z=15) et H l'hydrogène (Z=1).

- Les différents éléments sont susceptibles de se lier les uns les autres selon des règles souvent complexes pour former des molécules (groupement d'atomes). Les liaisons chimiques résultent de la mise en commun d'électrons par plusieurs atomes. Si le ou les électrons mis en commun ne sont pas déplacés vers un atome particulier, on aura soit une liaison covalente (électron partagé entre deux atomes), soit une liaison plus complexe (électrons partagés entre plusieurs atomes: liaison métallique, benzénique...). Si le ou les électrons mis en commun sont déplacés vers un atome ou un groupement d'atomes (molécule) on parlera de liaison ionique. L'exemple le plus connu de liaison ionique est celui du sel de cuisine dont la molécule est formée d'un atome de chlore (Cl, Z=17) et d'un atome de sodium (Na, Z=11). Sa liaison est caractérisée par le transfert d'un électron du sodium vers le chlore. On parlera alors, d'un ion sodium Na^+ et d'un ion chlore Cl^- . Certains éléments chimiques peuvent avoir plusieurs ions: le fer (Fe, Z= 26) par exemple peut donner l'ion ferreux Fe^{2+} (2+ pour 2 électrons cédés) et l'ion Fe^{3+} (3+ pour 3 électrons cédés). Les éléments cédant facilement des électrons sont situés sur la gauche du tableau de Mendéléev et ceux attirant les électrons sur la droite (cf la ligne de partage sur la figure 1).

Les éléments situés sur une même colonne du tableau de Mendéléev ont des propriétés chimiques voisines. La dernière colonne du tableau (He, Ne, Ar, Kr, Xe et Rd) est formée de gaz rares extrêmement peu réactifs et sera négligée dans ce qui suit. De même que les atomes peuvent céder ou piéger des électrons certaines molécules ont un caractère franchement ionique. Dans le cas de la microchimie, nous nous intéresserons essentiellement aux ions suivants:

- nitrate NO_3^- (N= azote, O 3atomes d'oxygène, - un électron capturé)
- phosphate PO_4^{3-} (3- pour 3 électrons acquis),
- sulfate SO_4^{2-} et
- carbonates CO_3^{2-} .

Contrairement aux exemples précédants, certaines molécules peuvent céder des électrons: l'ion uranyle UO_2^{2+} , par exemple.

Pour en revenir à la formule chimique de l'autunite les différents constituants sont rangés comme suit:

- les molécules ioniques sont entre parenthèses,
- les ions négatifs à gauche et
- les ions positifs à droite.

Attire plus fortement les électrons
(sauf les gaz rares) →

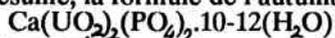
Métaux										Métalloïdes														
										Halogènes														
										Chalcogènes														
Métaux de transition																								
alcalins	alcalino-terreux																			Gaz rares				
3	4																		5	6	7	8	9	10
Li	He																		B	C	N	O	F	Ne
11	12																		13	14	15	16	17	18
Na	Mg																		Al	Si	P	S	Cl	Ar
19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36							
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr							
37	38	39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54							
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xc							
55	56	57	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86							
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn							
87	88	89																						
Fr	Ra	Ac																						
Terres Rares																	Gaz rares							
Lanthanides		58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70	71									
		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu									
Actinides *		90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102										
		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No										

TABLEAU PERIODIQUE DES ELEMENTS (de "Mendéléev")

Les éléments détectables par les tests décrits sont en caractères gras.
L'élément hydrogène peut être considéré à la fois comme alcalin et métalloïde.

- Certains groupements moléculaires interagissent par des liaisons, appelées forces de Van der Waals; ces forces sont nettement plus faibles que les forces de liaisons chimiques covalentes ou ioniques. L'exemple le plus commun d'interaction Van der Waals est constitué par les molécules d'eau d'hydratation (H_2O). Pour représenter ce type de liaison, on écrit à la fin de la formule le nombre de molécules d'eau en lettres capitales (avant H_2O) et on établit une séparation par un point (facultatif) avec ce qui précède.

- En résumé, la formule de l'autunite,



se lit comme suit:

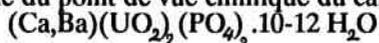
- Ca: ion calcium (Ca^{2+})

- 2 ions uranyle (UO_2^{2+}) formés d'un atome d'uranium et de deux atomes d'oxygène. En fait les atomes d'oxygène et uranium sont eux-mêmes ionisés. Mais, comme seul compte, ici, le caractère ionique de la molécule, on négligera le caractère ionique des constituants.

- 2 ions phosphates PO_4^{3-} formés d'un atome de phosphore et de 4 atomes d'oxygène.

- 10 à 12 molécules d'eau, H_2O , faiblement liées. Chaque molécule est elle-même formée de 2 atomes d'hydrogène et d'un atome d'oxygène.

- Dans le cas où des impuretés viennent se mêler avec les constituants, on peut inclure celles-ci dans la formule chimique; par exemple, si l'on prend le cas d'une autunite contenant du baryum (très proche du point de vue chimique du calcium) on écrira:



II.- PRINCIPES DE LA DETERMINATION QUALITATIVE DES MINERAUX.

A l'heure actuelle, les méthodes de la chimie sont très puissantes et permettent de répondre à de nombreuses questions. Parmi ces techniques, la microchimie qualitative présente les avantages suivants: elle utilise de faibles quantités de matière et ne nécessite qu'un outillage léger facilement transportable sur le terrain. Les informations qu'elle fournit ne concernent toutefois que la détermination de la "nature" de certains des composants chimiques du minéral et non la quantité ou leur état de liaison. Les différentes étapes de la méthode se présentent comme suit:

-1/ On établit tout d'abord des hypothèses sur la nature de l'espèce à étudier. Celles-ci sont étayées d'une part par l'analyse des caractères organoleptiques et d'autre part par les informations sur la paragenèse.

-2/ On effectue un microprélèvement (un à plusieurs millimètres cube) de l'échantillon, en prenant soin qu'il soit aussi homogène que possible, afin d'éviter tout mélange d'espèces minéralogiques différentes.

-3/ On broie le prélèvement dans un mortier en agate et on le pose sur un verre de montre neuf et propre.

-4/ On met la poudre en solution (dans de l'eau ou des solutions

acides). Notons que cette mise en solution conduit à une perte d'information qu'il faudra prendre en compte. Ainsi les molécules, H_2O et OH sont irrémédiablement perdues pour l'analyse, de même que les ions nitrates dans une solution nitrique, les ions chlore dans une solution chlorhydrique etc... Notons aussi que la mise en solution peut transformer la nature des ions (passage de Fe^{2+} à Fe^{3+} , transformations d'un sulfure en sulfate, etc...)

-5/ Une fois la poudre dissoute, on introduit différents réactifs. Ceux-ci produisent au contact de certains ions une coloration spécifique ou un composé insoluble (précipité). La couleur du précipité ainsi que la forme des microcristaux (si le précipité n'est pas amorphe) détectés au microscope permettent dans la majorité des cas la détermination d'un ion minéral. Les limites de sensibilité des réactifs s'échelonnent entre 0,01% et 0,5% en concentration de l'élément testé. Remarquons que, si l'observation d'une réaction implique la présence d'un élément, un test négatif ne signifie pas forcément l'absence de l'élément recherché. Différentes causes peuvent, en effet, masquer la réaction: grossissement trop faible, dissolution incomplète, interférence entre deux ions, complexation, redissolution du précipité (en présence d'une chaleur excessive), réaction lente, mauvaise exécution du test...

-6/ Une variante à ce test est ce qu'on appelle la réaction à la touche. Dans ce cas le réactif est déposé sur un morceau de papier filtre et la solution est déposée ensuite: l'apparition immédiate d'une coloration confirme le test.

III.- MATERIEL UTILISE.

-1/ Un microscope ou une loupe binoculaire, celle-ci étant préférée pour sa distance focale (identique à la distance échantillon-objectif) plus grande qui diminue d'autant la corrosion des objectifs par les vapeurs acides. L'éclairage de la préparation se fait en lumière transmise pour les cristaux transparents et en lumière réfléchie par les précipités opaques (souvent on utilise la combinaison de ces deux modes d'éclairages). Les grossissements sont compris entre 40 et 150.

-2/ Verres de montre en pyrex de 2cm à 3cm de diamètre (ou éventuellement des lames porte-objets de microscope).

-3/ platine chauffante ou platine de Malassez (figure 2). Celle-ci se fabrique avec une tôle de laiton (ou d'inox) de 3mm d'épaisseur. Le chauffage s'effectue avec une lampe à alcool placée sous la grande barre de la platine: suivant l'endroit où est posé le verre de montre on obtient un chauffage plus ou moins intense.

-4/ Micropipettes pour prélever de petits volumes de solution ou pour pratiquer des microfiltrations. Ces micropipettes peuvent être fabriquées avec des tubes standards chauffés à la flamme et étirés rapidement. Pour la filtration, on dépose la micropipette perpendiculairement à l'extrémité d'une mince bande de papier filtre dont l'autre extrémité plonge dans la goutte à filtrer; le prélèvement s'effectue en aspirant très doucement le liquide qui diffuse à travers le papier filtre.

-5/ Un petit mortier en agate (30 mm de diamètre)

-6/ quelques tubes de petite taille (environ 80mm) coudés et non coudés; les tubes droits sont fermés à une extrémité.

- 7/ petit matériel de prélèvement et de manipulation: brucelles, petites spatules (en inox ou platine), aiguilles en acier très sec, outil de dentisterie et fraises emmanchées.

-8/ un microcreuset de platine, du fil de platine de 4 à 7/10 de millimètre et des microcreusets en silice de 1 à 3 cc.

IV.- PRODUITS CHIMIQUES.

1.- LES ACIDES.

ATTENTION: pour les dissolutions: versez l'acide dans l'eau , jamais l'inverse (au risque de projections).

- acide nitrique concentré (d=1,42)
- acide nitrique dilué 1/2 (1 volume d'eau distillée + 1 volume d'acide); dilué 1/7 (6 volumes d'eau et 1 volume d'acide); dilué 1/100 (1 volume d'acide + 99 volume d'eau)
- acide chlorhydrique concentré (d=1,19)
- acide chlorhydrique dilué 1/5 et 1/20
- acide sulfurique concentré (d=1,84)
- acide sulfurique dilué 1/5.

2.- LA BASE

- ammoniaque concentrée (d=0,920)

3.- LES SOLVANTS.

- Eau distillée
- Ethanol absolu (alcool éthylique).

4.- LE FONDANT.

- 4 parties de carbonate de sodium + 1 partie de nitrate de potassium.

5.- LES REACTIFS UTILISES FREQUEMMENT.

a/ A large champ d'action:

- chlorure de mercure
- sulfocyanure d'ammonium
- chlorure de césium
- iodure de potassium

(éléments détectables: cadmium, cobalt, cuivre, fer, nickel, zinc, thallium, mercure, sélénium, tellure, antimoine, bismuth, étain, nickel)

b/ Spécifiques.

- diméthylglyoxine (nickel)
- eau oxygénée à 60 vol (vanadium, titane)
- ferrocyanure de potassium, thiosulfate de sodium (uranium)
- molybdate d'ammonium (phosphore, phosphates)
- acétate (ou carbonate) de calcium (sulfures, sulfates)
- chlorure d'ammonium, acide citrique, phosphate disodique (magnésium)

6.- LES AUTRES REACTIFS.

Ils Peuvent être omis dans un premier temps.

a/ A large champ d'action:

- acétate d'uranyle, fluorure de calcium, acide acétique (alcalins, thallium, arsenic...)

b/ Spécifiques:

- fluorure de sodium, eau oxygénée (titane)
- bichromate d'ammonium (argent, plomb)
- sulfocyanure de potassium (molybdène)
- chlorure stanneux (tellure, sélénium)
- nitrates d'argent (chlorures)
- zinc (tungstène, molybdène)
- diphénylcarbazine (chrome)
- bisulfate de potassium, fluorure de calcium (bore)
- acide chloroplatinique (potassium)
- acide orthophosphorique concentré (tungstène)
- paranitrobenzénazoocinal soude (béryllium)

V.- LES PRECAUTIONS A PRENDRE.

- Les objectifs de la loupe binoculaire doivent être nettoyés fréquemment avec une peau de chamois.

- Ne jamais placer un verre de montre contenant une solution chaude ou effervescente sous les objectifs.

- Nettoyer les instruments après utilisation.

- Il est fortement conseillé de jeter les verres de montre et les micropipettes après usage afin d'éviter toute contamination due à un nettoyage insuffisant.

- Ne jamais laisser ouvert inutilement un flacon de réactif et ne jamais déboucher simultanément plusieurs flacons (risque d'intervention par la suite).

- Utiliser de faibles prises d'essai et des solutions diluées: les microcristaux formés seront d'autant plus nets.

- L'essentiel des produits chimiques utilisés est dangereux. Il faut faire attention aux yeux, aux vêtements, aux évier et aussi ... aux fosses septiques! Le local doit être bien aéré. Pendant les manipulations, il ne faut pas porter les mains à la bouche; ensuite il faut se laver les mains.

En cas de contact avec un produit, il faut se rincer à grandes eaux pendant quinze minutes environ. En cas de brûlures, consulter un médecin en précisant la nature du ou des produits chimiques responsables. Toutefois ne nous affolons pas; la manipulation de petites quantités de produits chimiques, comme ceux utilisés en microchimie, rendent les accidents dangereux rarissimes.

VI.- PROCEDURE D'ANALYSE.

Les différentes étapes de l'analyse chimique sont les suivantes.

A. Hypothèses sur les minéraux.

Si l'observation préliminaire du minéral est assez poussée, sa complète détermination (lorsqu'un doute subsiste) nécessitera la mise en évidence de très peu d'éléments chimiques. L'analyse "en aveugle" est, par contre, beaucoup plus délicate et a peu de chance d'aboutir, certains minéraux étant par essence difficiles à déterminer par la voie chimique qualitative. Il s'agit, entre autres, des exemples suivants:

-1/ les minéraux présentant des solutions solides (i.e substitution partielle d'un élément par un autre).

Ainsi, par exemple, les grenats almandins et grossulaires sont impossibles à différencier car le fer et le manganèse y sont toujours présents (seuls les pourcentages changent).

-2/ Certains sulfures contiennent beaucoup d'inclusions invisibles à l'œil.

-3/ les espèces constituées d'un grand nombre d'espèces.

-4/ Les espèces constituées d'éléments difficiles à différencier dans une série (comme celle des terres rares ou celle des platinodes)

-5/ Les oxydes (il n'existe pas de test pour reconnaître un oxyde) dont la plupart des silicates des roches.

-6/ les minéraux ayant des formules chimiques "qualitatives" similaires ou proches (cas de la vivianite, $Fe_3(PO_4)_2 \cdot 8H_2O$ et la strengite $Fe_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$; ou bien de nombreux silicates)

Cette liste n'est pas exhaustive et une attention particulière devra être requise par le manipulateur pour éviter les pièges, parfois subtiles, auxquels il aura affaire.

B. MANIPULATIONS PRELIMINAIRES.

Certains éléments ou groupements offrent des tests d'analyse aisés ne nécessitant pas la mise en solution:

1/ Détection de l'eau.

Après prélèvement et le broyage de la matière: introduire la poudre au fond d'un petit tube fermé, bien sec (3 mm de diamètre et 8 cm de longueur environ). Chauffer fortement. L'eau se condense sur les parois du tube à 2 ou 3 cm au-dessus de la poudre.

2/ Sulfates et halogénures.

De nombreux sulfates et halogénures métalliques et alcalins sont solubles en totalité dans l'eau et ont une saveur saline ou astringente caractéristique. Dans de nombreux cas le broyage préalable au mortier est superflu si les fragments sont suffisamment petits et purs.

3/ Essais au tube fermé.

Bien que ce type de test dépasse le cadre de ce fascicule, rappelons que l'essai de chauffage intense (entraînant la décomposition) en tube fermé peut provoquer l'apparition dans la partie froide, soit d'un anneau brillant, métallique à submétallique, soit de gouttelettes

permettant la détection des éléments suivants:

SOUFRE, ARSENIC, ANTIMOINE, MERCURE, THALLIUM, TELLURE, SELENIUM. A l'ouverture du tube on peut sentir une odeur soufrée ou aillée.

4/ Tests à la perle.

Retenons que l'usage de la fusion alcaline par perle dans la boucle d'un fil de platine soumise à la flamme oxydante (partie jaune de la flamme) est préférable dans certains cas, au creuset de platine. Citons, par exemple, le test de la coloration verte à froid de la perle pour tous les composés oxydés du **MANGANESE**. Cette réaction est très caractéristique. Le nettoyage du fil de platine est facile à l'acide concentré.

5/ D'autres tests utilisés plus rarement (pour le fluor, le lithium et le bore) seront exposés ultérieurement.

C. MISE EN SOLUTION.

Cette phase de l'analyse chimique s'avère souvent délicate dans la mesure où la durée de dissolution peut être longue (un léger chauffage accélère le processus). Plusieurs dissolvants sont testés; si la dissolution n'a pas lieu, on procède à une évaporation et l'on teste un dissolvant plus puissant. L'ordre d'emploi est le suivant:

1/ eau distillée

2/ acide nitrique dilué (1/7)

3/ acide chlorhydrique dilué (1/5)

4/ eau régale (1 goutte d'acide nitrique concentré + 3 gouttes d'acide chlorhydrique concentré).

Si l'échantillon n'est toujours pas attaqué (cas de quelques oxydes et silicates) il faut le fondre avec un **FONDANT** selon la procédure suivante:

a/ mélanger la poudre et le fondant qui seront déposés dans un creuset en platine, en charbon ou en graphite.

b/ Chauffer le mélange à la flamme ou au chalumeau jusqu'à fusion complète et formation d'une perle.

Détection des CARBONATES.

Si lors de la dissolution acide, on observe une effervescence même légère on se trouve en présence d'un ion carbonate (CO_3).

D. EVAPORATION ET OBSERVATION DES RESIDUS D'EVAPORATION.

Après la mise en solution, on procède à une **EVAPORATION** sur la platine de Malassez et l'on effectue les tests suivants.

1/ Après une attaque nitrique:

Le résidu peut montrer des dendrites aplaties, formées de cristaux en barreaux d'échelle, de nitrate de **PLOMB** ou de nitrate de **BARYUM**; ces dendrites caractérisent le plomb si le minéral a un éclat métallique. Il peut aussi se former des cristaux octaédriques d'anhydride arsénieux (détection de l'**ARSENIC**), des globules de

SOUFRE (jaune, caramel; odorant à chaud), de **SELENIUM** (rouge), des grains métalliques (**OR**, **PLATINE**). Il peut aussi apparaître sur les bords de la goutte un dépôt brun rouge d'anhydride vanadique caractéristique (**VANADIUM**).

2/ Après une attaque chlorhydrique:

Il peut se former des dendrites de chlorure de mercure, des cristaux de chlorure alcalins (**SODIUM**, **POTASSIUM**) ou des cristaux aciculaires de chlorure de **PLOMB**.

PRECAUTION PRELIMINAIRE.

Retenons que souvent un léger chauffage (tiédi) favorise l'apparition ou la croissance de cristallites mais qu'en revanche, on évitera d'ajouter des réactifs instables à la température, comme le Montéqui, l'iodure de potassium, etc... à des solutions encore trop chaudes.

E. REACTIFS A LARGE CHAMP D'ACTION, UTILISES FREQUEMMENT.

Les réactifs et réactions exposés ci-après sont les plus usités et présentent une bonne sûreté de diagnostic pour un grand nombre d'éléments rencontrés souvent sur le terrain. Les éléments soulignés sont ceux pour lesquels la réaction est caractéristique.

1/ REACTIF DE MONTEQUI.

- a/ Préparation du réactif de Montéqui:
dans 100cc d'eau dissoudre 16 gr de chlorure de mercure et 18 gr de sulfocyanure d'ammonium.

- b/ procédure:
Diluer le résidu d'évaporation (cf VID) dans l'acide nitrique à 1/7 et déposer à froid une goutte de réactif de Montéqui.

- c/ Réactions:

- **ZINC**:

Formation d'un précipité blanc. Au grossissement de 40 environ, on observe des dendrites en croix rappelant les cristaux de glace ou de petits sapins. La réaction est bonne si la dilution du zinc est forte (moins de 1%).

- **ZINC + CUIVRE**.

mêmes cristaux mais la coloration est mauve à noire.

- **CUIVRE**.

Précipité jaune. Cristaux aciculaires en poignard et formations moussues (Grossissement 40 à 80) rappelant des fleurs de mimosa.

- **CUIVRE + COBALT**.

Les cristaux tendent vers une couleur jaune vert.

- **CUIVRE + NICKEL**.

Les cristaux de cuivre sont moins nets et présentent des ramifications. Ils conservent la couleur jaune. Les cristaux de nickel sont en aiguilles vertes.

- **COBALT**.

Coloration bleu-outremer. Formation de prismes, sphérolites ou dendrites avec ramifications.

- NICKEL.

Globules radiés, blancs à bleuâtres apparaissent à la périphérie de la goutte après une dizaine de minutes. La réaction peut être masquée par le cobalt; il est nécessaire d'effectuer le test à la diméthylgloxine (voir plus loin).

- THALLIUM.

Aiguilles blanches incolores.

- CADMIUM.

Cristaux hémihédriques incolores.

- FER

Pas de précipité. Coloration rouge sang de boeuf. Cette coloration peut masquer d'autres éléments. Pour éliminer celle-ci, on prélève une goutte de la solution nitrique à analyser, on la sature avec de l'ammoniaque concentré. Filtrer et évaporer le filtrat. Le résidu est redissout dans l'acide nitrique à 1/7 et reprendre le test au réactif de Montéqui.

- ARGENT.

Fin de précipité granuleux pouvant donner de très petits cristaux. L'argent peut gêner la recherche du cuivre et du cobalt. L'élimination de l'argent s'effectue comme suit: ajouter 1 goutte d'acide chlorhydrique à 1/5 à une goutte de solution nitrique; filtrer, évaporer le filtrat et redissoudre le résidu dans l'acide nitrique à 1/7. La recherche du cuivre et du cobalt s'effectue sur cette solution.

- OR.

Précipité amorphe de couleur crème et présentant un éclat métallique (à forte concentration).

- PLOMB.

Prismes incolores losangiques (forte concentration)

- SELENIUM.

Globules verts jaunes se formant tardivement sur les bords de la goutte.

- MANGANESE.

Prismes incolores (Forte concentration).

2/ REACTION AVEC LE CHLORURE DE CESIUM.

- a/ Procédure.

A une goutte de solution chlorhydrique à 1/5 du minéral (cf VI.C), ajouter un petit fragment de réactif (ici, le chlorure de césium).

- b/ Réactions:

- ANTIMOINE.

Précipitation immédiate de lamelles hexagonales et d'étoiles incolores.

- BISMUTH.

Précipitation immédiate de prismes et lamelles incolores.

- CADMIUM.

Précipitation immédiate de pyramides hexagonales incolores, effilées aux sommets.

- COBALT.

Précipitation lente de prismes et lamelles bleues ciel après évaporation.

-ETAIN.

Précipitation immédiate de très petits octaèdres incolores.

- TELLURE.

Précipitation immédiate d'octaèdres et de lamelles hexagonales jaunes.

- ARSENIC.

Précipité amorphe jaunâtre avec parfois quelques grains et lamelles hexagonales.

- CUIVRE.

Cristallites aciculaires rouges après évaporation.

- FER.

Octaèdres, lamelles hexagonales jaunes d'or et cristaux aciculaires après évaporation.

- NICKEL.

Longues aiguilles jaunes après évaporation.

- OR.

Tétraèdres jaunes brunâtres (forte concentration)

- PLOMB.

Cristaux en croix, octaèdres, plaques et dendrites blanches. remarquons que l'acide chlorhydrique à 1/5 seul conduit à la formation de cristaux allongés déformés.

- THALLIUM.

Cristaux opaques, blancs, en croix.

3/. REACTIONS A L'IODURE DE POTASSIUM.

- a/ Procédure.

A une solution chlorhydrique à 1/20 du minéral, ajouter un grain de réactif (iodure de potassium). Pour le plomb, la solution est nitrique à 1/100 et pour le mercure, neutre.

- b/ Remarque.

Attention, du fait de son instabilité à chaud, n'ajouter l'iodure de potassium qu'à une solution refroidie.

- c/ Réactions.

- PLOMB.

Précipité jaune d'or, plus ou moins scintillant; après dissolution par chauffage et refroidissement: recristallisation en cristaux hexagonaux.

- MERCURE.

Petits cristaux rouges carminés en aiguilles ou rhomboèdres.

- SELENIUM et TELLURE.

Précipité amorphe brun chocolat.

- ANTIMOINÉ ET FER

Coloration jaune.

- ARSENIC.

Précipité granuleux jaunâtre avec quelques cristaux hexagonaux aplatis.

- BISMUTH.

Coloration orangée à brune. La présence de bismuth et de plomb rougit le précipité.

- CUIVRE.

Précipité cryptocristallin jaune, quelques rares cristaux hexagonaux aplatis.

- OR.

Grains métalliques jaunes d'or (précipité d'or métallique).

- THALLIUM.

Précipité amorphe jaune orangé.

4/. REACTION AVEC L'IODURE DE POTASSIUM ET LE CHLORURE DE CESIUM.

a- Procédure.

A une solution chlorhydrique à 1/5, ajouter un petit fragment d'iode de potassium sur le bord de la goutte, puis après dissolution, un petit fragment de chlorure de césium sur le bord opposé.

b- Réactions.

-ANTIMOINE.

Hexagones orangés, étoiles.

- BISMUTH.

Lamelles hexagonales, épaisses, rouges carminées et parfois quelques étoiles.

- ARSENIC.

Précipité amorphe brunâtre ou jaune orangé, après évaporation, donne des cristaux similaires à ceux obtenus avec le bismuth.

- CADMIUM.

Après évaporation, quelques cubes incolores (réaction très peu sensible)

- COBALT, CUIVRE, ÉTAIN, FER.

Comme avec le chlorure de césium.

- MERCURE, PLOMB, SELENIUM, TELLURE, THALLIUM.

Comme avec l'iode de potassium.

- OR.

Petits cristaux octaédriques d'or métalliques.

5/ REACTIONS A L'ACIDE SULFURIQUE.

a- Procédure.

Ajouter une goutte d'acide sulfurique 1/5 à une goutte de solution chlorhydrique à 1/20. Laisser évaporer à froid pendant une dizaine de minutes.

b- Réactions.

- BARYUM.

Précipité blanc avec quelques cristaux très petits, d'aspect rectangulaire.

- STRONTIUM.

Fines aiguilles, groupées parfois en fagots. Le baryum et le strontium sont difficiles à distinguer.

- CALCIUM.

Cristaux aciculaires, incolores, groupés en gerbes aigrettes et oursins, présence de cristaux maclés en fer de lance.

- ARGENT ET THALLIUM.

Prismes incolores de grande taille.

- PLOMB.

Précipité granuleux, blanc, quelques prismes et croix.

F. REACTIFS SPECIFIQUES D'UTILISATION FREQUENTE.

Un certain nombre d'éléments ou groupements moléculaires peuvent être détectés par un réactif spécifique. Ces réactifs offrent un diagnostic sûr mais entraînent des manipulations plus fastidieuses nécessitant des prises d'essai plus importantes lors de la détection de plusieurs éléments.

6/ VANADIUM. Réaction à l'eau oxygénée.
Reprendre le résidu d'évaporation par l'acide sulfurique à 1/5, ajouter à froid 2 gouttes d'eau oxygénée; il apparaît une coloration rouge orangée à orange selon la concentration en vanadium.

7/ NICKEL. Réaction à la diméthylglyoxine.
Préparation du réactif.
Solution alcoolique (éthanol) à 2%.
Ajouter à la solution nitrique ou chlorhydrique un excès d'ammoniaque, filtrer. Ajouter une goutte de réactif au filtrat, il apparaît immédiatement un précipité jaunâtre devenant rose, formé d'aiguilles fines.

8/ MAGNESIUM. Réaction au phosphate disodique.
Dans la solution nitrique à 1/7, ajouter quelques grains de chlorure d'ammonium; après la dissolution, ajouter quelques grains d'acide citrique et ensuite le phosphate disodique. Ajouter un excès d'ammoniaque; il apparaît immédiatement, un précipité amorphe gélatineux suivi de la formation plus ou moins lente de tout petits cristaux blancs en forme d'étoile à quatre branches.

9/ MANGANÈSE. Réaction au bismutate de sodium.
Ajouter à la solution nitrique à 1/7 une petite pincée de réactif; il apparaît une coloration violette.

10/ URANIUM. Réaction au ferrocyanure de potassium.
Déposer sur un morceau de papier filtre une goutte de solution acceuse à 10% de thiosulfate de sodium, puis une goutte de solution nitrique à 1/7 (cette opération a pour but de réduire le fer et le cuivre qui pourraient masquer la réaction).
Ajouter une goutte de la solution de ferrocyanure de potassium; il apparaît immédiatement une coloration marron caractéristique.

11/ PHOSPHORE (PHOSPHATES). Réaction au molybdate d'ammonium.
Dans la solution nitrique à 1/7 ajouter quelques gouttes de molybdate d'ammonium (1,5% dans l'acide nitrique à 1/7), chauffer environ 20s; une coloration jaune apparaît. Si cette coloration n'apparaît qu'après une ébullition prolongée, il s'agit de l'arsenic.

12/ SOUFRE (SULFURES, SULFATES). Réaction à l'acétate (ou carbonate) de calcium. A une goutte de solution d'acide chlorhydrique à 1/20, ajouter un grain d'acétate de calcium. Laisser évaporer à froid; il se forme des cristaux aciculaires incolores (étoiles de gypse).

G. AUTRES REACTIFS.

La liste suivante peut être négligée dans un premier temps lors de la constitution d'un laboratoire de microchimie.

a-/ Réactifs à large champ d'action.

13/ REACTIONS AU CHLORURE DE SODIUM OU DE RUBIDIUM.

Procédure.

Mélanger dans un creuset de platine ou de plomb, le minéral réduit en poudre (5mm³) avec deux parties de fluorure de sodium et 5 gouttes d'acide sulfurique concentré. Recueillir les sulfoacides formés dans une goutte d'acide chlorhydrique à 1/5 posée sur une lame de plexiglas retournée sur le creuset. Ajouter ensuite à la goutte un fragment de chlorure de sodium.

Réactions.

- SILICIUM.

Plaques hexagonales, rosettes de teinte légèrement rosée.

- GERMANIUM.

Idem (réaction sûre pour un minéral d'aspect métallique)

- BORE.

Cristaux hexagonaux sans coloration. Si ces cristaux ne sont pas apparus après 10 mn, ajouter un fragment de chlorure de rubidium.

- RUBIDIUM.

Formation immédiate de cristaux hexagonaux et de prismes irréguliers.

- ZIRCONIUM.

Après quelques minutes; formation de cristaux octaédriques et de plaques hexagonales.

14/ Réactions à l'acétate d'uranyle.

Préparation du réactif.

Dissoudre en chauffant légèrement 100 mg de réactif avec 3 gouttes d'eau, puis ajouter 5 gouttes d'acide acétique? Eviter le contact prolongé avec le verre (utiliser du plexiglas)

Procédure.

Les minéraux contenant les éléments alcalins (césium, lithium, potassium, rubidium, sodium) sont souvent des éléments insolubles (silicates). Pour les dissoudre: mélanger dans une capsule en platine la poudre de minéral avec 2 parties de fluorure de calcium et quelques gouttes d'acide sulfurique. Laisser évaporer. Chauffer ensuite jusqu'à disparition de l'acide sulfurique (plus de vapeurs). reprendre à l'eau le résidu, filtrer, le test s'effectuera sur le filtrat. Dans le cas de silicates solubles: attaquer à l'acide sulfurique 1/1, évaporer et reprendre à l'eau. Déposer une goutte de solution sur une lamelle porte objet, amener à sec, placer à proximité une goutte de réactif, avec un fil de platine établir un chenal entre le résidu et le réactif, incliner la lamelle de sorte à imbiber progressivement le résidu. Cette méthode, en faisant agir le réactif plus lentement, donne des cristaux plus volumineux.

Réactions.

- SODIUM.

Tétraèdres jaunes réguliers.

- LITHIUM.

Après évaporation, prismes incolores ou légèrement jaunes.

- AMMONIUM, CÉSIUM, POTASSIUM, RUBIDIUM, THALLIUM.

Prismes quadratiques, aiguilles jaunes, après évaporation.

- ARSENIC, PHOSPHORE.

Précipité amorphe, blanc jaunâtre.

- MOLYBDENE.
Précipité amorphe blanc.
- TUNGSTENE.
Précipité amorphe jaunâtre.

15/ REACTIONS AVEC LE BICHROMATE D'AMMONIUM.

Procédure.

A une goutte de solution nitrique au 1/100, ajouter un fragment de réactif.

Réactions.

- ARGENT.

Cristaux lamellaires, en forme de lames de couteau rouges carminées à noirâtres. En présence de sélénium ou de tellure, il se forme des cristaux oranges, moins allongés.

- PLOMB.

Précipité amorphe, aiguilles jaunes.

- ARSENIC.

Octaèdres brunâtres après évaporation (réaction difficile).

- BISMUTH.

Précipité jaune finement cristallisé

- THALLIUM.

Précipité jaune granuleux se transformant lentement en cristaux dendritiques.

16/ REACTIONS AVEC LE SULFATE DE CESIUM.

Procédure.

Passer en solution ammoniacale, recueillir le précipité, le dissoudre dans l'acide sulfurique au 1/5, introduire un petit grain sur le bord de la goutte.

Réactions.

- ALUMINIUM.

Octaèdres incolores.

- CHROME.

Octaèdres de teinte violacée.

- FER.

Après forte évaporation; octaèdres brunâtres (forte concentration en fer nécessaire.)

b/ Réactifs spécifiques.

17/ SELENIUM, TELLURE. REACTIONS AUX CHLORURES STANNEUX.

Disposer sur un morceau de papier filtre une goutte de la solution chlorhydrique 1/5. En présence de sélénium il apparaît immédiatement une coloration rouge brique. En présence de tellure il apparaît immédiatement une coloration noire. Ces sont aussi positives avec les sélénites, séléniates, tellurites ou tellurates. L'or peut aussi donner une coloration violacée à noire (masquée par le tellure).

18/ CHLORE. Réaction au ntrate d'argent.

Ajouter un grain d'argent à la solution nitrique au 1/7, il se forme un nuage blanc opalescent autour du grain de nitrate d'argent.

19/ TUNGSTENE. Réaction des "portugais".

Introduire quelques tout petits fragments dans un creuset de silice, ajouter 2 à 3 gouttes d'acide phosphorique, chauffer sur la flamme en évitant les projections, amener presque à sec et laisser refroidir un peu; sans dissolution effective, le résidu liquide deviendra bleu d'encre.

- TITANE. Réaction à l'eau oxygénée.

Les minéraux de titane doivent souvent être attaqués par fusion alcaline. Dissoudre la perle à chaud dans l'eau, recueillir le résidu insoluble, le dissoudre dans l'acide sulfurique 1/1 (chauffer éventuellement). Laisser refroidir la solution, ajouter 2 gouttes d'eau et 1 goutte d'eau oxygénée; une coloration jaune plus ou moins intense apparaît. Si on ajoute quelques grains de fluorure de sodium, la coloration disparaît.

21/ CHROME. Réactif à la diphénylcarbazine.

Les minéraux de chrome nécessitent souvent une fusion alcaline. Dissoudre la perle à chaud dans l'eau, filtrer, recueillir le filtrat et l'acidifier à l'acide sulfurique 1/5. Déposer une goutte de la solution de diphénylcarbazine sur un morceau de papier filtre, laisser sécher puis déposer une goutte de la solution à analyser, il apparaît immédiatement une coloration violette plus ou moins intense.

22/ FLUOR.

Mélanger le minéral (ou la perle de fusion) pulvérisé à de l'acide sulfurique concentré au fond d'un tube à essai. Chauffer le mélange et approcher de la surface liquide un agitateur (tige de verre) avec, à son extrémité une goutte d'eau. En présence de fluor la goutte d'eau se trouble.

23/ LITHIUM. Essai à la flamme.

En l'absence de strontium, le meilleur test du lithium est le test à la flamme. Mélanger la poudre avec de l'acide chlorhydrique concentré; prélever la pâte avec un fil de platine, porter à la flamme, le lithium colore celle-ci en rouge carmin.

24/ BORE. Test à la flamme.

Le minéral en poudre est mélangé au bisulfate de potassium et fondu au fil de platine. Introduire du fluorure de calcium en poudre dans la perle et chauffer fortement. Le fluorure de bore colore la flamme en vert intense.

25/ MOLYBDENE. Réaction au sulfocyanure de potassium.

Les minéraux contenant du molybdène sont souvent insolubles dans les acides. L'attaque se fait par fusion alcaline. Dissoudre le résidu de fusion dans 2 gouttes d'eau à chaud. Filtrer et évaporer le filtrat. Dissoudre le filtrat dans l'acide chlorhydrique au 1/5. Ajouter une goutte de sulfocyanure de potassium 10%. En présence de fer ou de molybdène une coloration rouge orangé apparaît. Si cette coloration n'est due qu'au fer, celle-ci disparaît en ajoutant un grain de zinc métallique.

26/ POTASSIUM. Réaction à l'acide chloroplatinique.

Dissoudre le résidu d'attaque dans 2 gouttes d'acide chlorhydrique à 1/20 et ajouter la valeur d'une tête d'épingle d'acide chloroplatinique. Il apparaît immédiatement un précipité tout d'abord formé de microcristaux jaune brillant puis après quelques minutes d'octaédres jaune miel.

Remarque: le rubidium et le césium donnent une réaction similaire.

27/ BERYLLIUM. Réaction avec le paranitrobenzénazoocinol.

Préparation du réactif.

Solution de paranitrobenzénazoocinol à 0,025% dans la soude normale (soit 40 g par litre)

Procédure.

Les minéraux de béryllium nécessitent souvent une fusion alcaline (béryl, chrysobéryl). Dissoudre la perle ou le résidu d'attaque dans l'acide chlorhydrique à 1/5. Placer une goutte sur un papier filtre puis au centre une ou deux gouttes de réactif; il apparaît une coloration orange à rouge bordeaux différente de la coloration rouge du réactif.

VI. CONCLUSION.

L'analyse microchimique permet encore le test spécifique d'autres éléments ou molécules tels: le platine, le niobium, le tantale, l'ion nitrate, le germanium etc... Ces tests sont utilisés rarement (éléments rares, tests peu sensibles ou peu sûrs, réactifs chers ou instables..) Si nécessaire, on trouvera leur description dans la bibliographie ci-dessous.

En conclusion, répétons que l'analyse microchimique est sans conteste la méthode la plus précise, accessible à faible coût, à un minéralogiste amateur (ou à un club). Son extension reste toutefois trop limitée et l'on ne peut que souhaiter qu'elle fasse partie, dans un proche avenir, de l'arsenal de base du minéralogiste amateur.

BIBLIOGRAPHIE.

- H.AGRINIER bull d'information sci. et tech. du CEA n°137 (mai 1969) "Analyse qualitative microchimique des minéraux".
- ALEXEEV ed. du Mir "Analyse qualitative".
- C.GUILLEMIN, publication BRGM n°13 (1953) " Microanalyse qualitative appliquée à la détermination des espèces minérales".
- R.FISCHESSER. Ed. Société de l'industrie minière(1977) "Données des principales espèces minérales".

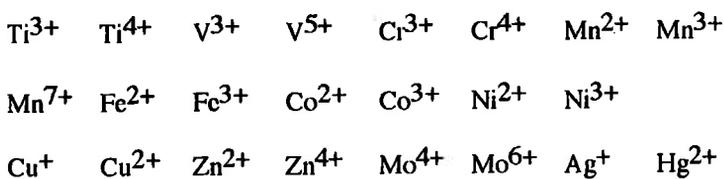
Z	Symbole	Elément	Z	Symbole	Elément	Z	Symbole	Elément
1	H	hydrogène	36	Kr	Krypton	71	Lu	lutetium
2	He	hélium	37	Rb	Rubidium	72	Hf	hafnium
3	Li	lithium	38	Sr	strontium	73	Ta	tantale
4	Be	béryllium	39	Y	yttrium	74	W	tungstène
5	B	bore	40	Zr	zirconium	75	Re	rhénium
6	C	carbone	41	Nb	niobium	76	Os	osmium
7	N	azote	42	Mo	molybdène	77	Ir	iridium
8	O	oxygène	43	Te	technetium	78	Pt	Platine
9	F	fluor	44	Ru	ruthénium	79	Au	or
10	Ne	néon	45	Rh	rhodium	80	Hg	mercure
11	Na	sodium	46	Pd	palladium	81	Tl	thallium
12	Mg	magnésium	47	Ag	argent	82	Pb	plomb
13	Al	aluminium	48	Cd	cadmium	83	Bi	bismuth
14	Si	silicium	49	In	indium	84	Po	polonium
15	P	phosphore	50	Sn	étain	85	At	astate
16	S	soufre	51	Sb	antimoine	86	Rn	radon
17	Cl	chlore	52	Te	tellure	87	Fr	francium
18	Ar	argon	53	I	iode	88	Ra	radium
19	K	potassium	54	Xe	xénon	89	Ac	actinium
20	Ca	calcium	55	Cs	césium	90	Th	thorium
21	Sc	scandium	56	Ba	barium	91	Pa	protactinium
22	Ti	titane	57	La	lanthane	92	U	uranium
23	V	vanadium	58	Ce	cérium	93	Np	neptunium
24	Cr	chrome	59	Pr	praséodyme	94	Pu	plutonium
25	Mn	manganèse	60	Nd	néodymium	95	Am	américium
26	Fe	fer	61	Pm	prométhium	96	Cm	curium
27	Co	cobalt	62	Sm	samarium	97	Bk	berkélium
28	Ni	nickel	63	Eu	europlum	98	Cf	californium
29	Cu	civre	64	Gd	gadolinium	99	Es	einsteinium
30	Zn	zinc	65	Tb	terbium	100	Fm	fermium
31	Ga	gallium	66	Dy	dyprosium	101	Md	mendéléviyev
32	Ge	germanium	67	Ho	holmium	102	No	nobélium
33	As	arsenic	68	Er	erbium			

Nom des éléments de la classification périodique
Z: numéro atomique.

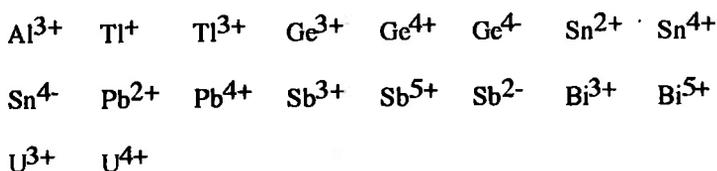
RECAPITULATION DES REACTIONS, par ELEMENT ou ION
Sont placés en premier, les numéros de réactions normalement
caractéristiques et bien sensibles à l'élément ou à l'ion.

ALUMINIUM: 16	MANGANESE: 9,1,p9
AMMONIUM: 14	MERCURE: 3,4
ANTIMOINE: 2,4,3	MOLYBDENE: 25,14
ARGENT: 15,1,5	NICKEL: 1,2,7
ARSENIC: 2,4,14,15	OR: 1,2,3,4
BARYUM: 5	PHOSPHORE: 11,14
BERYLLIUM: 27	PLOMB: 3,15,1,2,4,5
BISMUTH: 2,4,3,15	POTASSIUM: 26,14
BORE: 24,13	RUBIDIUM: 26,14
CADNIUM: 1,2,4	SELENIUM: 3,17,1
CALCIUM: 5	SILICIUM: 13
CESIUM: 14,26	SODIUM: 14
CHLORE, CHLORURES: 18	STRONTIUM: 5
CHROME: 16,21	SULFURES: 12
COBALT: 1,2,4	TELLURE: 2,3,17
CUIVRE: 1,2,3,4	THALLIUM: 1,2,3,5,14,15
ETAİN: 2,4	TITANE: 20,13
FER/ 1,2,3,4,16	TUNGSTENE: 19,14
FLUOR: 22	URANIUM: 10
GERMANIUM: 13	VANADIUM: 6
LITHIUM: 14,23	ZINC: 1
MAGNESIUM: 8	ZIRCONIUM: 13
CARBONATES: p9	EAU: p8
SULFATES: p8,12	PHOSPHATES: 11,14

- alcalins: X^+
- alcalino-terreux: X^{2+}
- métaux de transition:



-autres métaux:



Métalloïdes:



Chalcogènes: X^{2-} (X^{4+} plus rare)

Halogènes: X^-

Etats d'ionisation habituels des éléments cités.

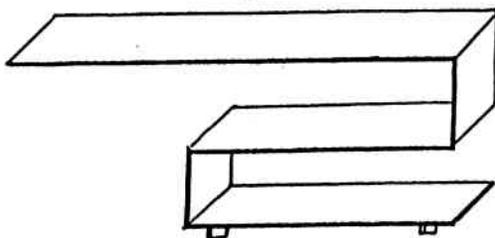


FIG. 2
Platine de Malassez

PLAN

PREAMBULE

I.- UN PEU DE CHIMIE

II.- PRINCIPES DE LA DETERMINATION QUALITATIVE DES MINERAUX.

III.- MATERIEL UTILISE.

IV.- PRODUITS CHIMIQUES.

- 1.- Acides.
- 2.- Base
- 3.- Solvants
- 4.- Fondant.
- 5.- Réactifs utilisés fréquemment
- 6.- Les autres réactifs.

V.- PRECAUTIONS A PRENDRE.

VI.- PROCEDURES D'ANALYSES.

- A. Hypothèse sur les minéraux.
- B. Manipulations préliminaires.
- C. Mise en solution.
- D. Evaporation et observation des résidus d'évaporation.
- E. Action des réactifs à large champ d'action.
 - 1/ Réactif de Montéqui
 - 2/ Réactions avec le chlorure de césium.
 - 3/ Réactions avec l'iodure de potassium.
 - 4/ Réactions avec l'iodure de potassium et le chlorure de césium.
 - 5/ Réactions à l'acide sulfurique.
- F. Réactifs spécifiques d'utilisation fréquente.
- G. Autres réactifs.

VII.- Conclusion.

BIBLIOGRAPHIE.

TABLEAUX ET FIGURE.

THE HISTORY OF THE

THE HISTORY OF THE
THE HISTORY OF THE

Jacques GEFROY

**La Mine d'Ouche
à Massiac
(Cantal)**

Préface de Christian BAILLARGEAT-DELBOS.
(Format 24x15 45 pages et 17 photographies)

La revue de la **HAUTE AUVERGNE** a publié dans ses Numéros 59 et 60 (Années 1997-98) un hommage consacré à **Jacques Geffroy** ainsi que son manuscrit sur la **Mine d'Ouche** (Cantal), inédit à ce jour.

Cette mine d'**Antimoine**, bien connue des minéralogistes amateurs, a connu une longue période d'activité au XIX ème siècle et n'a cessé toute production qu'à la fin des années soixante.

A la demande de l'Archéologue **Alphonse VINATIE**, un tiré à part regroupant ces articles a été réalisé par l'Imprimerie GERBERT (Aurillac) afin d'être mis en vente à la maison de l'Antimoine à Massiac (15).

Illustré par de nombreuses photographies et accompagné d'un plan des anciennes mines d'Ouche, ce fascicule est en vente au prix de **.30 francs**.

Les adhérents de l'A.M.I.S susceptibles d'être intéressés par cette publication qui sera présentée lors d'une prochaine réunion de l'Association sont priés de prendre contact avec **Christian BAILLARGEAT**.

VIE DE LA COLLECTION.

Depuis le 1^{er} mai, je n'exerce plus mes fonctions de Conservateur. Atteint par l'âge de la retraite, je continue cependant mes activités auprès de l'association des A.M.I.S. Mon remplaçant Jean-Claude BOULLIARD assure désormais le développement de la Collection.

Les dernières semaines précédant mon départ, j'ai pu réaliser un rêve caressé depuis longtemps en échangeant un échantillon appartenant à l'A.M.I.S contre deux spécimens uniques qui enrichissent notre association et qui comblent deux lacunes de la Collection de Minéraux.

Il s'agit d'un groupe de cristaux de RHODOCHROSITE en provenance des célèbres gisements sédimentaires de manganèse du Kalahari en Afrique du Sud, qui ont produit, en particulier dans la mine de N'Chwaning il y a une quinzaine d'années, les plus remarquables cristaux gemmes de ce minéral. La forme scaléonédrique est typique de ces formations, à l'inverse des gîtes polymétalliques des chaînes récentes des cordillères américaines riches en rhomboédres (Colorado, Pérou, etc..)

Les cristaux de cet échantillon sont gemmes, d'une couleur rouge éclatante, ils atteignent 4 cm. A ma connaissance il s'agit d'un des meilleurs spécimens connus.

Un tout autre échantillon, tout aussi remarquable, est constitué de cristaux d'ARGENTITE, mesurant 6 cm, groupés sur une gangue de calcite, en provenance de la mine de Dolorès près de Chanarcillo au Chili. Ce gisement abandonné depuis la fin du siècle dernier, est célèbre pour ses cristaux de proustite, ses halogénures d'argent, et de belles feuilles cristallisées d'argent natif.

L'A.M.I.S a acquit également quelques échantillons de la collection de notre regretté ami Jean CHERVET, en particulier des spécimens d'AZURITE de la mine du Cap Garonne qu'il avait été le premier, bien avant la guerre, à redécouvrir.

Pierre BARIAND.

