

Sur un procédé d'attaque électrolytique des minéraux opaques : et sur son application à la technique des «empreintes» de surface polies

Autor(en): **Wenger, P. / Gutzeit, G. / Hiller, Th.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Archives des sciences physiques et naturelles**

Band (Jahr): **16 (1934)**

PDF erstellt am: **08.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-741494>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Limite de perceptibilité: 6,3 γ Sb \cdots (dans 0,05 ccm),
Limite de dilution: 1/8000,
en présence de plus de 200 parties d'étain et d'arsenic.

Sur papier-filtre, la réaction se fait dans le même ordre. La sensibilité est plus grande. Toutefois, la spécificité diminue, si l'on se trouve en présence d'oxydants.

Limite de perceptibilité: 4 γ Sb (dans 0,05 ccm),
Limite de dilution: 1/12000,
en présence de plus de 200 parties d'étain et d'arsenic.

Le titane donnant un précipité brun, il faut, s'il y a lieu, masquer ce ion par addition dans la liqueur d'une goutte d'acide phosphorique sirupeux. Il en est de même du molybdène, qu'il convient de transformer en un complexe stable par quelques gouttes d'une solution à 10% d'oxalate d'ammonium.

Nous avons effectué une série d'analyses de contrôle, en présence des ions des groupes 1, 2, 3, dans lesquelles nous avons pu déceler sans erreur la présence ou l'absence d'antimoine au moyen du réactif indiqué.

La présente étude a été faite dans le Laboratoire de Recherches de M. le professeur P. Wenger, et appartient à une suite de travaux sur les réactifs spécifiques des ions et les complexes internes, effectués sous la direction de MM. Wenger et Gutzeit.

(Genève, Laboratoire de Chimie analytique
de l'Université.)

P. Wenger, G. Gutzeit et Th. Hiller. — *Sur un procédé d'attaque électrolytique des minéraux opaques, et sur son application à la technique des « empreintes » de surfaces polies.*

Au cours de précédents travaux, l'un de nous a appliqué la technique métallographique des empreintes aux minéraux en surface polie¹. Toutefois, dans des cas assez nombreux, l'attaque purement chimique est insuffisante ou n'a pas lieu. Aussi avons-

¹ G. GUTZEIT, M. GYSIN et R. GALOPIN, C. R. Soc. Phys. et Hist. natur. Genève, vol. L, n° 2 (1933), p. 192.

G. GUTZEIT et R. GALOPIN, C. R. Soc. Phys. Hist. natur. Genève, 1933, séance du 3 mai.

nous tenté d'utiliser sur les minéraux opaques, le procédé d'attaque électrolytique dû à M. le professeur A. Glazunov¹.

Pour réaliser les conditions électriques et mécaniques voulues (application du papier imprégné du réactif d'attaque sur la surface polie du minéral), nous avons construit un petit appareil, constitué essentiellement par deux plaques parallèles d'ébonite, recouvertes d'une mince feuille d'aluminium, dont l'inférieure est fixe, tandis que la supérieure, mobile, appuie sur la préparation, grâce à des poids supportés par un plateau.

L'une des faces de l'échantillon est soumise au polissage. Sa forme pouvant être très variable, la pression n'est jamais répartie régulièrement sur les différentes unités de surface. Pour obvier à cet inconvénient, nous avons recouru à l'artifice suivant: le minéral est enrobé dans un alliage très fusible et en même temps conducteur², qui permet, avant sa solidification par refroidissement, de rendre parallèle la face polie de l'échantillon et la face opposée de l'alliage. Pour permettre au papier de se bien modeler sur la surface polie, nous avons intercalé entre celui-ci et la plaque de l'appareil une feuille épaisse de caoutchouc poreux, recouverte d'une mince tôle d'aluminium (2-3 dixièmes de mm). L'intensité du courant électrique utilisé varie de quelques milliampères jusqu'à 50 milliampères au maximum, avec une tension de 4-8 volts.

Il résulte de nos expériences que le procédé d'attaque électrolytique présente, dans beaucoup de cas, des avantages marqués sur le procédé ordinaire (n'utilisant pas le courant électrique):

1° Il permet d'attaquer les minéraux conducteurs, qui sont inattaquables même par les acides forts sans l'aide du courant. Tel est le cas, par exemple, de la cobaltine, de certains mispickels réfractaires, de la tétraédrite (fahlerz), etc.;

¹ A. GLAZUNOV, Communications aux 8^{me} et 9^{me} Congr. Chim. Ind. (1928 et 1929).

Id., *Strojnický Obzor* (1929), c. 24.

Id. A. GLAZUNOV et KRIVOHLAVY, *Zeit. f. phys. chem. A.*, vol. 161, 4-5, p. 373 (1932).

² Alliage de Lipowitz, dont la composition est la suivante: Bi: 44%, Pb: 23,5%, Sn: 23,5%, Cd: 9%. Le point de fusion de ce métal est à 72,5°. Cette température est suffisamment basse pour que le minéral ne subisse aucun dommage lors de l'enrobage.

2° Il permet d'attaquer certains minéraux par les acides faibles, qui ne les attaquent pas sans courant (dissolution de fer, nickel, cobalt, cuivre, plomb, soufre, par l'acide acétique dans la pyrite, la pyrrhotine, la chalcopyrite, la galène, la bournonite, etc.);

3° Il permet d'obtenir des empreintes plus nettes que lors de l'attaque ordinaire;

4° Enfin, et c'est là un point à souligner, il permet une attaque sélective, tantôt de l'anion, tantôt du cation du constituant considéré, par simple inversion du courant.

Toutefois, pour être complet, signalons quelques lacunes. Le procédé n'est pas utilisable dans le cas de minéraux non conducteurs ou pour des échantillons formés de mouchetures d'un minéral conducteur dans une gangue qui ne l'est pas. En outre, il attaque la surface polie plus intensément que la méthode purement chimique.

Nous avons effectué un certain nombre d'essais sur des minéraux différents, afin de fixer la nature des réactifs d'attaque d'une part, et la nature des réactifs spécifiques des ions d'autre part. Nous ne nous dissimulons pas que cette étude, surtout en ce qui concerne la partie chimique, est encore bien incomplète. Mais elle a permis de délimiter le problème, et de fixer la voie dans laquelle les recherches ultérieures devront se diriger.

A titre d'exemple, citons quelques cas étudiés:

Recherche du fer. — Pour rechercher cet élément dans la pyrite, la pyrrhotine et la chalcopyrite, on peut utiliser avec succès, comme réactif d'attaque, l'acide acétique à 20% vol. (il est évident que les acides minéraux attaqueront également, mais le courant n'est indispensable que pour l'acide acétique). Pour déceler le fer, on emploiera avec avantage le ferrocyanure de potassium, l'acide chromotropique¹ ou la 5-7 dibromo-oxyquinoléine.

¹ Pour les réactifs organiques utilisés, voir les travaux sur l'analyse à la touche, par exemple, le « Manuel de Chimie analytique qualitative minérale » de P. WENGER-G. GUTZEIT.

Consulter également le travail de G. GUTZEIT et R. GALOPIN. *loc. cit.*, note 1.

Recherche du nickel. — Attaque de la nickéline, de la smaltine et de l'ullmannite par l'acide acétique 20% vol. ou par l'ammoniaque conc. Réaction par l'acide rubéanique ou la diméthylglyoxime.

Recherche du cobalt. — Attaque de la cobaltine et de la smaltine par l'acide acétique ou l'ammoniaque. Réaction par le sulfocyanure de potassium en solution saturée dans l'alcool amylique, par l'acide rubéanique (après traitement par le cyanure) ou par l' α -nitroso- β -naphтол.

Recherche du cuivre. — Attaque de la chalcoppyrite, de la bournonite ou du fahlerz par l'acide acétique ou l'ammoniaque, Réaction par l'acide rubéanique en milieu acétique.

Recherche de l'argent. — Attaque du fahlerz (inattaquable par d'autres méthodes) au moyen d'acide nitrique 5-10 vol. Réaction avec la p-diméthylaminobenzilidènerhodanine.

Recherche du plomb. — Attaque de la galène par l'acide acétique ou par l'acide formique à 20% vol. Réaction par une solution chlorhydrique d'iodure de potassium-chlorure stanneux.

Recherche de l'antimoine. — Attaque de l'ullmannite ou de la bournonite par l'acide chlorhydrique à 5% vol. Réaction par l'antipyrine-iodure ou par le produit de condensation du 1, 2, 4 trioxybenzène¹.

Recherche du soufre. — Attaque de la pyrite, de la pyrrhotine, de la chalcoppyrite, de la galène et de l'ullmannite par la soude caustique à 5% (avec courant inversé). Réaction par une solution chlorhydrique concentrée de chlorure d'antimoine.

Genève, Laboratoire de Chimie analytique
de l'Université.

¹ G. GUTZEIT, R. WEIBEL et R. DUCKERT, C. R. Soc. Phys. Hist nat. Genève, séance du 3 mai 1934.