

# Sur un procédé d'analyse sommaire des calcaires et des dolomies

Autor(en): **Gysin, Marcel**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen  
= Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie**

Band (Jahr): **21 (1941)**

Heft 2

PDF erstellt am: **06.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-18943>

## **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.

## Sur un procédé d'analyse sommaire des calcaires et des dolomies

par *Marcel Gysin*

Les divers procédés en usage pour identifier rapidement les différents carbonates alcalino-terreux sont inefficaces quand les roches contiennent des proportions importantes d'impuretés, telles que matières argileuses, minerai de fer, etc., ou quand les carbonates sont constitués en partie par de la giobertite. D'autre part, l'analyse chimique quantitative exige des opérations relativement longues et minutieuses, souvent hors de proportion avec le but que l'on se propose d'atteindre.

Au cours de l'étude d'une série de calcaires et dolomies provenant de la région de Divrik (Turquie)<sup>1)</sup>, nous avons mis au point un procédé relativement rapide pour distinguer effectivement les calcaires des dolomies et des giobertites. Ce procédé comporte le dosage approximatif des carbonates de calcium et de magnésium par évaluation du volume des précipités d'oxalate de calcium et de phosphate ammoniaco-magnésien, préalablement centrifugés dans des conditions bien déterminées.

Pour mettre au point cette méthode, nous avons utilisé des échantillons de calcaire, de dolomie et de giobertite, préalablement analysés par la voie gravimétrique, ainsi que des mélanges en proportions connues de ces trois constituants; nous avons ainsi formé une dizaine de prototypes de composition bien établie.

### TECHNIQUE DE LA METHODE

Une prise de 0,1 g. de la roche pulvérisée est attaquée dans une éprouvette de 10 cc. par 2 cc. d'acide chlorhydrique à 50 %; on parfait l'attaque en chauffant, puis on ajoute 2 à 3 gouttes d'acide nitrique concentré pour oxyder le fer. Sans décanter la solution d'attaque, on lui additionne 2 cc. d'ammoniaque concentrée pour précipiter le fer, l'alumine, etc., et on la filtre sur un tampon d'ouate; le résidu insoluble et le précipité sont abandonnés sur le filtre, tandis

<sup>1)</sup> M. GYSIN. Les dolomies de Divrik (Turquie). C. R. séances Soc. phys. et hist. nat. Genève, Vol. 57, n° 4, 1940, pp. 242—244.

que la liqueur filtrée est recueillie dans une éprouvette à centrifuger dont la partie effilée est graduée en dixièmes de centimètre cube (8 à 10 graduations). Pour ne pas augmenter le volume du filtrat, on essore le précipité sans le laver.

La liqueur est acidifiée par l'acide acétique glacial, puis additionnée de 5 cc. de solution saturée d'oxalate d'ammonium; le précipité d'oxalate de calcium est centrifugé pendant 3 minutes (vitesse de rotation comprise entre 2000 et 2400 tours par minute). On décante le liquide dans une deuxième éprouvette à centrifuger et l'on complète le volume de la première avec de l'eau distillée. Le liquide décanté est additionné de 3 cc. de solution à 100 g. par litre de phosphate d'ammonium et de 2 cc. d'ammoniaque concentrée; le précipité de phosphate ammoniaco-magnésien est centrifugé pendant 3 minutes, le liquide est décanté tandis que le phosphate est dissous dans 2 cc. d'acide chlorhydrique à 50 %, puis reprécipité par addition de 2 cc. d'ammoniaque concentrée. L'ensemble de ces opérations ne nécessite pas plus de 15 minutes. Finalement, on centrifuge les deux précipités (oxalate de calcium et phosphate ammoniaco-magnésien) pendant 60 minutes et on mesure leurs volumes respectifs.

#### INTERPRETATION DES RESULTATS

Dans les conditions précédemment exposées, le précipité de phosphate ammoniaco-magnésien acquiert un volume sensiblement constant après 10 minutes de centrifugation, tandis que l'oxalate de calcium se tasse encore un peu après plusieurs heures; néanmoins, après 60 minutes de centrifugation, ce dernier précipité atteint la majeure partie de son tassement et, pour les besoins de notre cause, nous avons pu négliger la réduction de volume qui se produirait au-delà de ces 60 minutes. D'autre part, la méthode opératoire hâtive ne permet pas d'obtenir des conditions de précipitation strictement identiques (température, acidité, etc.), si bien que pour un même échantillon les volumes des précipités centrifugés ne sont pas constants; l'erreur est plus sensible pour l'oxalate de calcium, surtout dans les échantillons ayant une forte teneur en carbonate de calcium (calcaires et calcaires légèrement dolomitiques).

En appliquant ce procédé à nos dix échantillons-types, nous avons obtenu une série de résultats, que nous exposons ci-dessous sous formes de diagrammes.

Le premier diagramme (figure 1) a été construit en portant en abscisses la teneur des échantillons en  $\text{CaCO}_3$  et en ordonnées les volumes des précipités d'oxalate correspondants. Les points ainsi

obtenus sont dispersés dans une surface triangulaire qui s'élargit à mesure que la teneur en  $\text{CaCO}_3$  augmente; la partie axiale de cette surface donne la courbe de référence permettant de déterminer approximativement la teneur en  $\text{CaCO}_3$  à partir du volume d'oxalate de calcium.

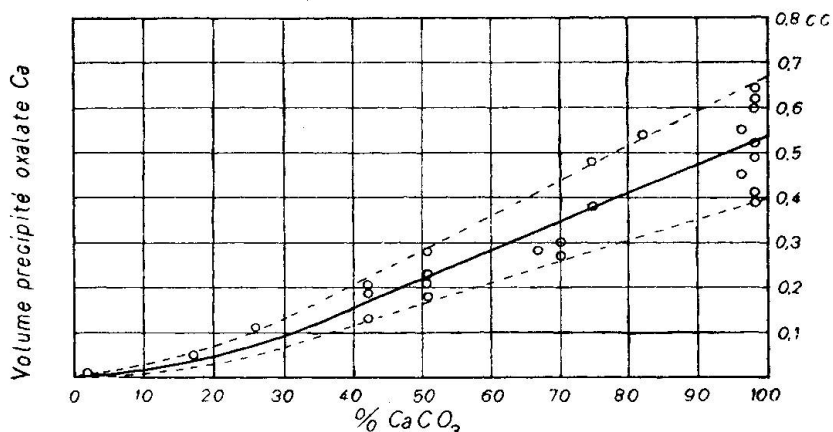


Figure 1. Variation du volume du précipité d'oxalate de calcium en fonction de la teneur en  $\text{CaCO}_3$

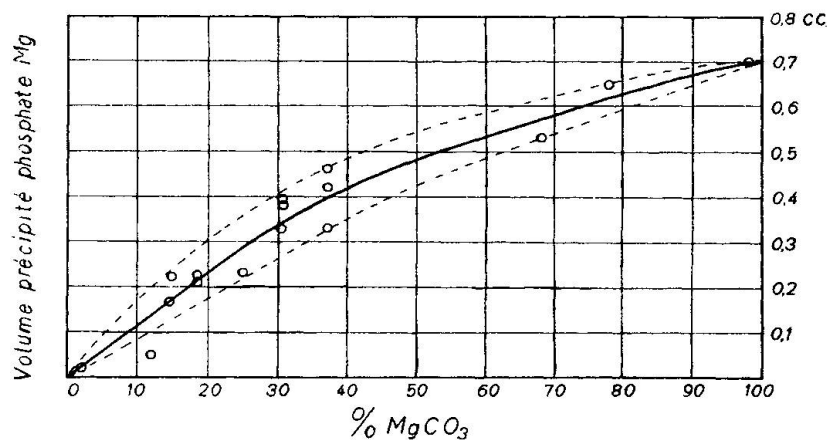


Figure 2. Variation du volume du précipité de phosphate ammonio-magnésien en fonction de la teneur en  $\text{MgCO}_3$

Le second graphique (figure 2) a été construit en portant en abscisses la teneur des échantillons en  $\text{MgCO}_3$  et en ordonnées les volumes des précipités de phosphate ammonio-magnésien correspondants. Les points figuratifs sont dispersés dans une surface lenticulaire, plus étroite que la surface du diagramme précédent. La courbe axiale permet de déterminer approximativement la teneur en  $\text{MgCO}_3$  à partir du volume du phosphate ammonio-magnésien.

Nous avons construit un troisième graphique (figure 3), d'un intérêt plus direct, en portant en abscisses le rapport en poids:

$$\frac{\text{CaCO}_3}{\text{CaCO}_3 + \text{MgCO}_3}$$

et en ordonnées le rapport:

$$\frac{\text{Volume précipité oxalate de calcium}}{\text{Volume précipité oxalate de calcium} + \text{Volume précipité phosphate ammoniaco-magnésien}}$$

Ce graphique permet de déterminer approximativement les proportions selon lesquelles la giobertite, la dolomie et la calcite sont mélangées dans une roche. Bien entendu, si les roches contiennent des minéraux magnésiens ou calciques solubles dans HCl dilué, autres que les carbonates, les résultats de l'analyse seront viciés.

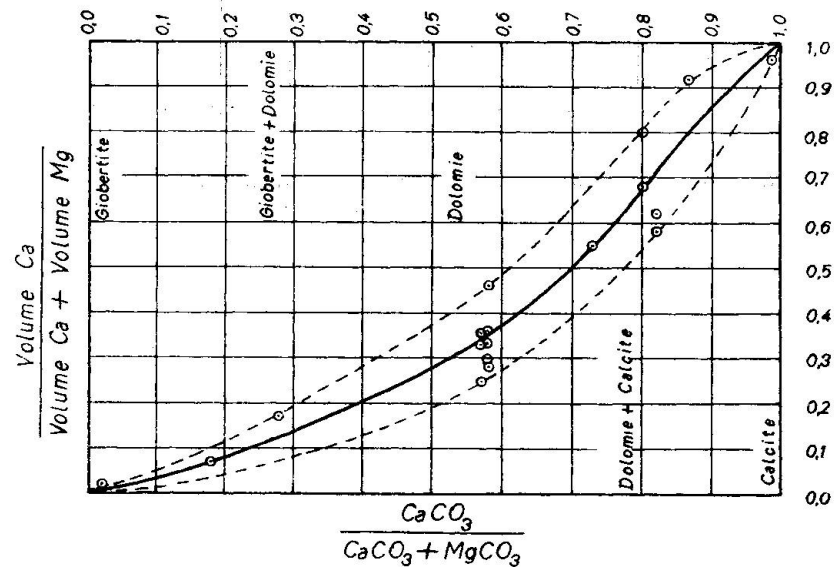


Figure 3. Variation du rapport des volumes des précipités en fonction de la composition chimique

Genève, Laboratoire de minéralogie de l'Université.

Reçu le 12 septembre 1941.