

Enregistreur décrépito-métrique appliqué à la détermination des températures de dépôt des minéraux

Autor(en): **Pulou, R. / Croizant, J. de / Gritti, C.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **50 (1970)**

Heft 1: **Gas- und Flüssigkeitseinschlüsse in Mineralien**

PDF erstellt am: **27.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-39239>

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.

Enregistreur décrépitométrique appliqué à la détermination des températures de dépôt des minéraux

Par *R. Pulou, J. de Croizant et Mlle C. Gritti* (Toulouse)*)

Avec 3 figures dans le texte

Résumé

Un échantillon de minéral pulvérisé est chauffé dans un petit four électrique à température régulièrement croissante. A l'aide d'un microphone sensible on enregistre la fréquence de décrépitation en fonction de la température. L'interprétation de la courbe obtenue permet d'avoir la température de dépôt du minéral essayé.

Abstract

A sample of powdered mineral is heated in a small electric furnace with a constant rate of increase in temperature. By means of a sensible microphone the frequency of the decrepitation against temperature is recorded. The interpretation of the delivered curve serves to indicate temperature of deposition for the tested mineral.

Depuis plusieurs années (PULOU, DE CROIZANT, 1965), le *Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie de l'Université de Toulouse* possède un enregistreur décrépitométrique original de grande sensibilité. Cet appareil, dont le principe est très simple, enregistre sous forme de courbe (décrépitogramme) les bruits d'éclatement d'un minéral soumis à une température régulièrement croissante.

On sait que les cristaux éclatent sous la poussée du liquide qui remplit certaines inclusions et que la température atteinte au moment où commence la décrépitation est supérieure d'une vingtaine de degrés à celle qui régnait au moment de la formation du minéral (overshoot).

Nos décrépitogrammes permettent de repérer avec exactitude la température de début de décrépitation. C'est là leur but.

*) Laboratoire de Minéralogie et Cristallographie, 39 Allées Jules-Guesde, 31 Toulouse, France.

PEACH (1949) a eu le mérite de construire le premier enregistreur décrépitométrique. Il a malheureusement donné peu de détails pratiques sur sa réalisation et les tentatives faites par la suite en France pour le reproduire n'eurent pas le succès attendu.

La construction d'un tel appareil soulève en effet quelques difficultés techniques en raison du faible niveau des bruits à mesurer. C'est, plongés dans un silence absolu, l'oreille armée d'un sthétoscope, que les premiers opérateurs (SCOTT, 1948) s'efforçaient de saisir les bruits infimes produits par les minuscules inclusions. L'introduction d'un microphone suivi d'un amplificateur fut un progrès technique sensible. Mais l'écoute au casque, préconisée en pareil cas, restait encore une opération pénible, exigeant une attention soutenue de la part de l'expérimentateur, et elle n'était pas à l'abri d'un facteur personnel (DEICHA, 1955).

L'enregistrement d'un phénomène physique offre de grandes commodités car le travail devient automatique et peut être confié à un technicien. On conserve un document précieux auquel il est loisible de se reporter, par exemple en vue de comparaisons. Enfin, dans notre cas, les décrépitogrammes ont l'avantage de signaler par un décrochement de la courbe, souvent fort net, la température où les inclusions commencent à éclater.

DESCRIPTION DE L'APPAREIL

Notre appareil est un prototype non commercialisé. Pour venir en aide à ceux qui désireraient le reproduire nous en donnons une description complète, en insistant sur certains détails dont dépend le succès de la réalisation.

Il comprend trois parties principales: le *four*, l'*ensemble électronique* et l'*enregistreur* proprement dit.

Le four (fig. 1)

La qualité principale à exiger d'un four destiné à la décrépitométrie est qu'il soit lui-même insonore. Une première tentative faite avec un four ordinaire de chimie se solda par un échec. Ce four, ou plus précisément l'isolant céramique servant de support au fil résistant, émettant des micro-bruits en cours de fonctionnement. C'est pourquoi nous nous sommes orientés vers la construction d'un four où le fil résistant serait suffisamment rigide pour dispenser de tout support céramique. Après quelques essais, nous avons utilisé un fil de „Nichrome“ de 2,5 mm de diamètre et d'environ 50 cm de long roulé en spirale plate S de 4 cm de large. Cette spirale est maintenue, uniquement par ses connexions, à l'intérieur d'une boîte métallique B capitonnée d'amiante de façon à réduire les pertes de chaleur.

Un creuset spécial C en verre „Pyrex“ est posé directement sur la spirale.

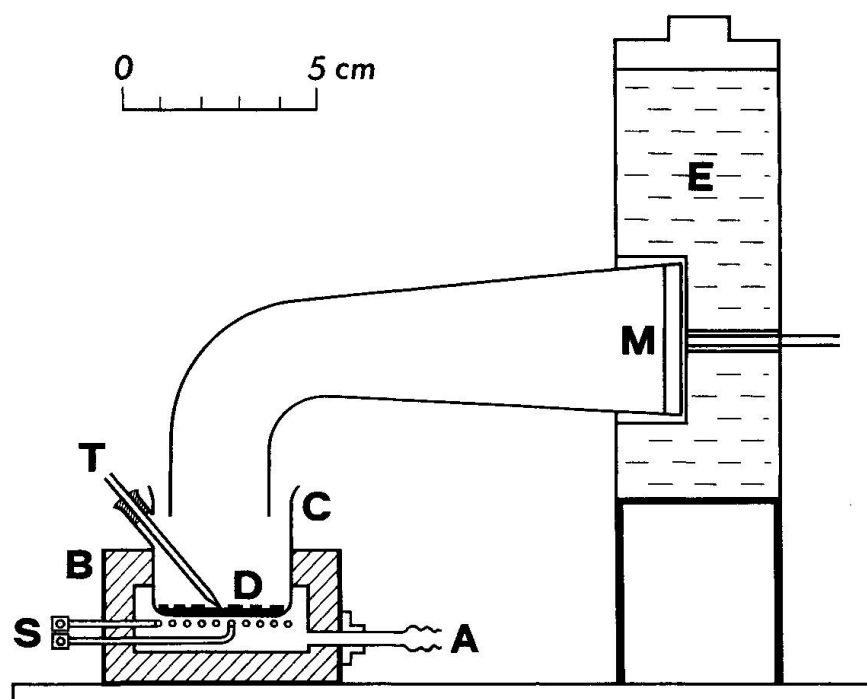


Fig. 1. Le four de décrepitolométrie.

S: résistance de chauffage; T couple thermo-électrique; M: microphone; E: réservoir d'eau de refroidissement.

Il contient un disque épais d'acier inoxydable D destiné à homogénéiser la température¹⁾ et portant des alvéoles où l'on répartit la poudre cristalline à étudier.

La prise d'essai normale est de 2 à 3 grammes. Elle peut être réduite dans le cas de minéraux riches en inclusions.

Le four est alimenté à basse tension (6 V) par un transformateur. Celui-ci est précédé d'un dispositif programmeur (rhéostat à avance automatique) pour assurer une montée linéaire de la température. Avec une puissance dissipée maximum de 120 watts, on atteint 450° en 20 minutes environ. Une montée plus rapide rend imprécises les mesures de température; une montée plus lente étale les bruits et la courbe manque d'amplitude.

La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple „Chromel-Alumel“ T logé dans une tubulure latérale du creuset de façon à amener la soudure sensible au contact du disque d'acier inoxydable.

Après chaque expérience le four peut être rapidement refroidi en insufflant un courant d'air par l'ajutage A.

Les conditions d'un bon rendement acoustique imposent de placer le microphone le plus près possible de la source sonore, c'est-à-dire de l'échantillon.

¹⁾ L'addition de ce disque nous a été conseillée par M. Gondet, Ingénieur aux Laboratoires de Bellevue du C.N.R.S., que nous tenons à remercier ici.

On est cependant limité dans cette voie par la température du four qui risque de détériorer le microphone. Il faut donc adopter un compromis.

Dans notre appareil une pastille microphonique M, du type piézoélectrique, est placée sur le côté du four. La liaison acoustique entre microphone et creuset est assurée par une sorte de pipe en verre P à branches inégales. La branche verticale, la plus courte, plonge d'environ 1 cm dans le creuset. Comme l'indique la figure, son diamètre est nettement inférieur à celui du creuset de façon à ménager un espace annulaire par où s'échappe l'air chaud en cours d'expérience. Quant à la branche horizontale, elle s'emboîte dans la cavité cylindrique d'un réservoir de cuivre E rempli d'eau froide. La pastille microphonique est appliquée au fond de cette cavité, en contact étroit avec le métal refroidi du réservoir. Par cet artifice, sa température ne dépasse jamais 40° C.

L'isolation acoustique du dispositif précédent a posé un sérieux problème. Les matières plastiques expansées auxquelles on peut penser en pareil cas se sont montrées moins efficaces que le sable sec.

Notre appareil est placé à l'intérieur de trois fûts métalliques emboîtés, chacun étant séparé de son voisin par une couche de sable sec d'environ 10 cm d'épaisseur. Des sacs en tissus remplis de sable sont posés sur les couvercles des fûts pour compléter l'isolation acoustique.

Le tout est posé sur un socle de maçonnerie par l'intermédiaire de blocs de caoutchouc évitant la transmission des vibrations du sol.

L'ensemble électronique (fig. 2)

Il est constitué d'un amplificateur suivi d'un intégrateur.

L'*amplificateur* à quatre étages est à faible bruit de fond. On a d'abord réduit le souffle du premier étage d'amplification, qui est le plus gênant, en réduisant la tension de chauffage du tube électronique correspondant. Ensuite, on a inséré un filtre de fréquence passe-haut F entre le premier et le second étage. L'efficacité de ce filtre est contrôlée par un rhéostat Rh de façon à obtenir un rapport signal/bruit aussi élevé que possible. Ce filtre a, de plus, l'avantage de supprimer les ronflements induits dans le circuit microphonique par le courant alternatif du four. Le réglage de l'amplification se fait avec le potentiomètre P. Un haut-parleur HP permet un contrôle auditif.

L'éclatement d'un grain cristallin se traduit à la sortie de l'amplificateur par un train d'oscillations amorties de forme, durée et amplitude variables.

L'*intégrateur* situé à la sortie de l'amplificateur est formé d'un univibrateur. Celui-ci substitue à chaque train d'oscillation une impulsion calibrée de durée et d'amplitude réglable par le commutateur double AA'. Ces impulsions servent à charger un condensateur de forte capacité C débitant dans un micro-ampèremètre à travers une résistance élevée R. Dans ces conditions, la déviation de l'appareil de mesure est proportionnelle à la fréquence des impulsions.

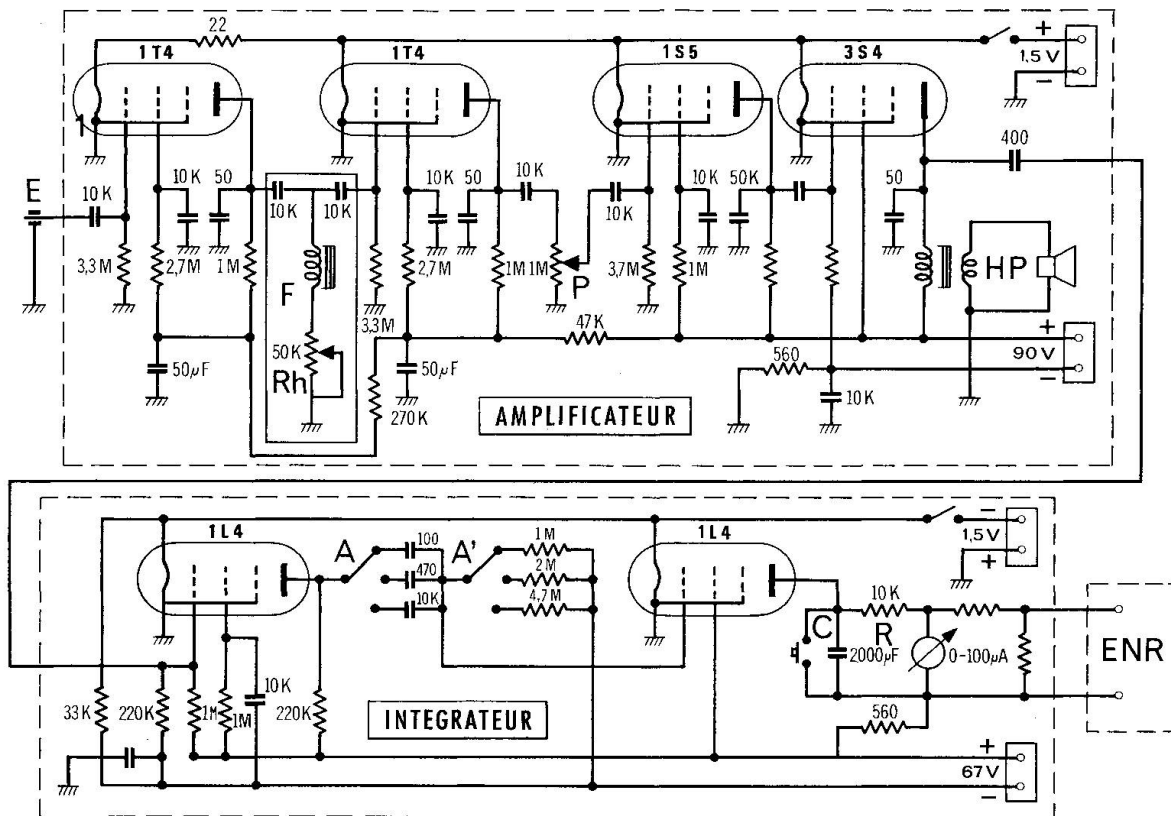


Fig. 2. L'ensemble électronique.

E: entrée reliée au microphone; F: filtre; HP: haut-parleur; ENR: enregistreur.

Afin d'éviter tout couplage parasite entre amplificateur et intégrateur, on a prévu des alimentations indépendantes.

L'enregistreur

Il y a peu de choses à dire sur cette partie de l'installation qui fait appel à un suiveur de spot „Photodyne“ de S.E.F.R.A.M. couplé à un galvanomètre relié à la sortie de l'intégrateur.

Les températures lues sur un indicateur pyrométrique connecté au couple thermo-électrique, sont reportées sur le bord de la bande d'enregistrement à l'aide du marqueur électrique de l'appareil.

LES RESULTATS

Tous les décrépitoigrammes présentent l'aspect suivant:

- d'abord une partie rectiligne qui correspond au silence du début de l'expérience;
- puis se développe la courbe proprement dite, profondément dentelée qui

traduit la variation de fréquence des éclatements en fonction de la température;

— enfin, après un maximum plus ou moins accusé, le silence renaît et la courbe retrouve son ordonnée initiale.

Le but essentiel de l'expérience étant de repérer la température de décrépitation commençante, c'est-à-dire du début de la courbe, on arrête bien souvent l'enregistrement avant la fin des éclatements.

Toutes les courbes sont plus ou moins dentelées. Ce caractère tient à la nature aléatoire du phénomène. L'éclatement des grains est irrégulièrement distribué dans le temps. C'est pourquoi les courbes ne sont pas reproductibles dans leurs fluctuations. Seule — et ceci est capital — la température de début de décrépitation se retrouve, à 5° C, quand on répète une expérience.

La granulométrie de la poudre a de l'importance. Des essais systématiques ont montré que des grains millimétriques donnaient les meilleurs résultats (DREAN, 1963). Une poudre trop fine a perdu beaucoup d'inclusions au broyage. Dans une poudre grossière le nombre d'inclusions superficielles est réduit comme la surface spécifique.

EXEMPLES D'ENREGISTREMENTS

Barytine. Colombiès (Aveyron) (fig. 3a). Prise d'essai: 3 g de minerai lavé avec HCl pour éliminer les carbonates et séché à 50° C. Granulométrie: 1,19–0,84 mm. Début de décrépitation à 125° C. L'un de nous (C.G.) a trouvé des températures toujours comprises entre 120 et 140° pour divers échantillons prélevés dans les mêmes lieux. Des mesures décrépitoscopiques au tube DEICHA (OGNAR, 1968) ont donné des températures comprises entre 90 et 120°. Ces résultats concordent de façon acceptable.

Fluorine. Le Berlan près Montredon-Labessonnié (Tarn) (fig. 3b). Prise d'essai: 3 g. Granulométrie: 1,19–0,84 mm. Début de décrépitation à 120°. Courbe typique d'un minéral riche en inclusions, qui a exigé une réduction de la sensibilité de l'amplificateur.

Quartz. Le Burc près Alban (Tarn) (fig. 3c). Prise d'essai: 3 g. Granulométrie: 0,84–0,36 mm. Début de décrépitation à 170°. Les courbes de quartz manquent souvent de netteté au départ par suite de quelques faibles bruits isolés, peut-être dus à la fissuration de certains grains polycristallins sous l'effet de la dilatation. Ce phénomène est accusé ici par la forte amplification nécessaire pour travailler sur ce minéral.

Sphalérite. Pierrefitte (Hautes Pyrénées) (fig. 3d). Prise d'essai: 1,2 g de minéral trié et lavé avec HCl à chaud puis séché à 50° C. Granulométrie: 1,41–0,2 mm. Début de décrépitation vers 270° C. L'étude thermodynamique des assemblages sphalérite-pyrrhotine-pyrite a permis de fixer la température

de dépôt à 300–330° C avec un accroissement de 30° C par kilobars de pression (BESSON, 1969).

Galène. Pierrefitte (Hautes-Pyrénées) (fig. 3e). Prise d'essai: 1,7 g. Granulométrie: 1,41–0,71 mm. Contrairement au sulfure précédent, auquel il était intimement associé, celui-ci ne décrépité pas. Cependant ces deux minéraux ont dû se former dans les mêmes conditions physicochimiques. On peut supposer que la galène, mineral favorable aux glissements structuraux, a perdu ses inclusions fluides sous l'effet de contraintes mécaniques.

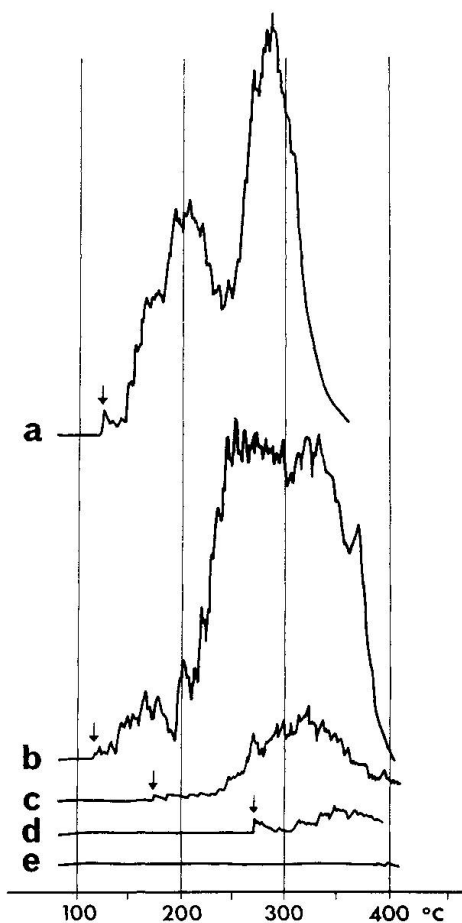


Fig. 3. Décrépitoigrammes.

a: barytine; b: fluorine; c: quartz; d: blende; e: galène.

Ces quelques exemples montrent tout l'intérêt des enregistrements décrépito-métriques. Moins spécifiques que les observations à la platine chauffante, ils séparent mal les effets des inclusions primaires et secondaires (sauf si un écart de température suffisant existe entre les domaines d'éclatement des deux types d'inclusions). Par contre ils ont pour eux les avantages de rapidité et de commodité qui les désignent pour les travaux de série.

Seules des difficultés expérimentales ont empêché la diffusion de la méthode.

C'est pourquoi nous pensons que notre enregistreur décrépito-métrique a sa place dans les laboratoires spécialisés où l'on étudie les inclusions liquides des cristaux.

BIBLIOGRAPHIE

- BESSON, M. (1969): Etude thermochimique des sulfures de la formation ferrifère de Pierrefitte (Hautes-Pyrénées). *Bull. Soc. franç. Minéral. Crist.* 92, p. 172-184.
- DEICHA, G. (1955): Les lacunes des cristaux et leurs inclusions fluides. Masson et Cie, Paris.
- DREAN, P. (1963): Etudes minéralogiques dans les régions du Kaymar et de Valzergues (Aveyron). Thèse Doctorat 3^e Cycle, Toulouse.
- OGNAR, S. (1968): Etude géothermométrique des minéraux plombo zincifères et satellites du Crétacé de la plaine de Foussana. Tunisie centrale. Thèse 3^e Cycle, Toulouse.
- PEACH, P. A. (1949): A decrepitation geothermometer. *The Amer. Mineral.* 34, p. 413-421.
- PULOU, R. et DE CROIZANT, J. (1965): Appareil pour mesurer la température d'éclatement d'un cristal. Brevet C.N.R.S. N° 9053 déposé le 12 mars 1965.
- SCOTT, H. S. (1948): The decrepitation method applied to minerals with fluid inclusions. *Economic Geol.* 45, p. 62-69.