

CONSIDÉRATIONS SUR QUELQUES TESTS DE COLORATION DE SURFACE

G. PANOU

Laboratoire de Géologie Appliquée de L'Université Libre de Bruxelles

1. *LES COLORATIONS DE LA SURFACE DES MINÉRAUX.*

L'identification des minéraux par coloration de leur surface est une technique peu utilisée par les géologues qui disposent d'un laboratoire bien équipé et du temps nécessaire à l'emploi de méthodes plus classiques de détermination.

Ce sont les ingénieurs, et plus spécialement ceux des laveries métalliques, qui ont le plus souvent senti le besoin de recourir à des méthodes simples et rapides d'identification et de dosage des minéraux contenus dans un minerai ou un concentré donné. On retrouve la même préoccupation chez certains géologues miniers et prospecteurs, qui, dans des conditions qui interdisent souvent l'emploi de techniques plus élaborées et d'un appareillage compliqué et fragile, ont également fait appel à ce type de tests d'identification.

Il n'est donc pas étonnant que la bibliographie contienne le plus souvent des « recettes » pour distinguer 2, 3 ou 4 minéraux (provenant parfois d'un gisement bien déterminé) sans aucun souci de généralisation. Il est également caractéristique de constater que les publications décrivent assez systématiquement des tests de coloration adaptés à l'identification de grains fins, traités dans les laveries de flottation. Par contre, rares sont les chercheurs qui ont vérifié la validité de leur méthode sur des échantillons différents d'un même minéral ou qui ont recherché les interférences possibles avec des espèces minéralogiques non présentes dans le minerai particulier étudié. Plus rares encore sont les auteurs qui se sont attardés à des travaux bibliographiques approfondis.

Cette situation explique pourquoi il est fréquent que des auteurs, qui ignorent les travaux précédents, décrivent de nombreuses variantes d'une même méthode; l'origine commune de ces techniques peut être facilement identifiée dans les traités classiques de chimie analytique. La situation inverse existe également. Des auteurs reproduisent parfois des données rencontrées au hasard des lectures sans procéder aux vérifications indispensables; des erreurs sont ainsi répétées avec une régularité qui les transforme en vérités bien établies.

Dès lors, le nombre de procédés de coloration décrits dans la littérature est très grand et la synthèse critique fort difficile. Nous ne connaissons que deux travaux qui résument les connaissances dans ce domaine. En 1935, GAUDIN a catalogué plus de vingt techniques de coloration, applicables à des minéraux très variés. Vingt-cinq ans plus tard, on trouve dans les publications de HOSKING (1955, 1964) plusieurs dizaines de tests d'une valeur d'ailleurs fort inégale. Dans le même ordre d'idées, il faut citer la note de RAFFINOT (1963), qui contient la description d'un nombre plus restreint de colorations, mais soigneusement sélectionnées et vérifiées.

2. *CONDITIONS EXPERIMENTALES*

2.1 *Les minéraux*

L'intérêt d'une étude systématique des réactions de coloration de surface nous est apparu au cours d'une recherche sur la flottation différentielle de carbonates. Pour pouvoir estimer rapidement les résultats d'une grande série

d'essais préliminaires, nous avons utilisé avec succès les tests à l'alizarine sulfonate. L'emploi de ce réactif a fait l'objet de nombreuses recherches (BLAZY et CASES [1963], FRIEDMAN [1963], HOSKING [1964], TILLE et PANOU [1965, pg 23], WARNE [1962]) et les conditions expérimentales d'utilisation peuvent être considérées comme bien connues. Or, même WARNE [1962] dans son très bel article se limite à la description d'une série de tests permettant de distinguer entre eux 14 carbonates et sulfates.

Nous avons pensé qu'il serait utile d'étudier systématiquement l'action des réactifs de coloration sur une série aussi complète que possible de minéraux comprenant, outre les sulfates et carbonates, des phosphates, silicates, oxydes, etc. Chaque test a été appliqué à tous les minéraux et chaque fois que nous avons pu disposer de variétés, spécialement colorées, d'une même espèce minéralogique, nous avons soigneusement noté les différences constatées. Au fur et à mesure que de nouvelles réactions étaient étudiées, le nombre de minéraux testés a augmenté. Toutefois, nous avons pris soin de nous limiter aux minéraux fréquents dans les gisements métallifères. Encore avons-nous exclu les feldspaths, ainsi que les sulfures, dont les réactions de coloration constituent, à notre avis, une catégorie particulière des méthodes de détermination des minéraux. Une attention particulière a été prêtée aux minéraux souvent incolores ou de coloration non caractéristique (la calamine par exemple) pour lesquels même la détermination optique n'est pas aisée ou peut conduire à des erreurs. Par contre, nous avons exclu des minéraux dont la couleur caractéristique permet de les classer dans un groupe restreint de minéraux possibles (minéraux oxydés de Cu et Ni).

Les minéraux qui ont servi à nos expériences appartiennent aux collections des laboratoires de « Géologie Appliquée » et « Préparation des Minerais » de l'U.L.B. Quelques spécimens proviennent également des services de « Géologie » et « Minéralogie » et de la collection personnelle de M. L. DOYEN(*).

(*) Nous les prions de trouver ici l'expression de nos sincères remerciements.

Chaque fois qu'un doute sur la nature d'un minéral était possible, nous avons vérifié ses propriétés physiques et optiques; dans un petit nombre de cas nous avons demandé des analyses chimiques de confirmation (nous reproduirons par la suite les résultats de celles-ci).

Nous n'avons pas jugé utile d'étudier l'influence de la granulométrie; les grains avaient des dimensions comprises entre 0,5 et 5 mm, à l'exception d'un échantillon de monazite, d'un échantillon de zircon et de quelques carbonates, formés de grains plus fins.

2.2. Les tests

Nous avons successivement étudié les tests suivants:

Test no.1: Alizarine sulfonate: en milieu acide. Les minéraux sont plongés à froid durant 5-6 minutes dans un milieu réactionnel formé de 0,1 gr. d'alizarine sulfonate, 8 ml HCl concentré et 992 ml d'eau distillée.

Test no.2: Alizarine sulfonate: en milieu légèrement basique. On immerge l'échantillon dans un mélange 1/1 du réactif précédent et d'une solution à 8 % de NaOH et on fait bouillir durant 2-3 minutes.

Test no.3: Alizarine sulfonate: en milieu basique. Le colorant est constitué d'un mélange 1/1 du réactif no.1 et d'une solution concentrée de NaOH (30 %). Les grains sont traités dans ce réactif bouillant durant 6-7 minutes.

Remarques:

A) L'Alizarine sulfonate est un réactif bien connu en analyse qualitative FEIGL [1953, pg 176-7], WENGER [1945, pg 207], Réactifs pour l'analyse minérale [1945, pg 92]). Elle sert principalement à la mise en évidence de l'aluminium. Des teintes caractéristiques ou des interférences sont également observées en présence des Cu, Fe, Ti, Bi, Ce, Zr, Th, Ga, Sr. B) Les conditions expérimentales indiquées ci-dessus sont très proches de celles décrites dans la littérature (BLAZY et CASES [1963],

FRIEDMAN [1953], PARFENOF [1970, pg 171] TILLE et PANOU [1965] WARNE [1962]).

C) Le résultat de chacun des tests décrits dans ce paragraphe sera considéré comme négatif, lorsque la surface du minéral considéré ne change pas de couleur.

Test no.4: Alizarine sulfonate: décoloration. Il s'agit d'un test original. Nous avons déposé sur les grains colorés au cours du troisième test, une goutte d'acide chlorhydrique dilué. Le test sera considéré comme négatif, si la couleur initiale est restituée.

Test no.5: Réactif dit de FEIGL: Ce réactif a été employé par WARNE (1962) pour distinguer l'aragonite de la calcite. 1gr. de Ag_2SO_4 et 11,8 g. de $\text{MnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ sont dissous dans 100 ml d'eau. On porte à ébullition. Après refroidissement, on ajoute 2-3 gouttes d'une solution diluée de NaOH. On laisse reposer 1 heure, on filtre et on conserve le réactif à l'abri de la lumière. L'échantillon est traité à froid durant 10 minutes. Remarquons qu'il s'agit d'une transposition de la méthode analytique, utilisée pour détecter le manganèse à l'état d'oxydation + 2 (FEIGL [1954, pg. 221] Réactif pour l'analyse minérale [1954, pg. 205]).

Test no.6: Sulfuration superficielle: La sulfuration des minéraux oxydés de plomb est une technique pratiquée à grande échelle dans les laveries de flottation; l'efficacité de cette opération avec d'autres minéraux oxydés (et notamment ceux qui contiennent du zinc) est beaucoup plus médiocre. RAFFINOT [1963] et HOSKING [1964] ont employé cette réaction chimique à froid comme test d'identification des minéraux oxydés plombifères. En outre, RAFFINOT, souligne, avec raison, le danger de confondre les grains sulfurés superficiellement et la galène éventuellement présente dans le minéral.

Lors de nos essais, nous avons immergé les grains durant 20 minutes dans une solution contenant 20g/l de $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$.

Test no.7: permanganate et acide oxalique: Les grains sont placés dans une solution de per-

manganate de K et on chauffe légèrement durant quelques minutes. On filtre et on chauffe ensuite l'échantillon dans une solution concentrée d'acide oxalique. Ce test a été proposé pour distinguer la barytine de la withérite (HOSKING [1964], TILLE et PANOU [19-45, pg. 16]).

Test no.8: réaction de MEIGEN: Cette méthode classique pour distinguer la calcite de l'aragonite (pure et non colorée) est décrite dans tous les traités de minéralogie (par exemple, DANA [1955, pg. 522]) et dans de nombreux travaux consacrés à la détermination des minéraux. Elle consiste à chauffer durant plusieurs minutes le minéral dans une solution étendue de nitrate de cobalt.

Test no.9: Nitrate de cobalt: On humidifie le minéral au moyen de nitrate de cobalt et on chauffe à la flamme fortement oxydante. On peut ainsi colorer des minéraux infusibles contenant de l'aluminium, et obtenir des masses colorées avec la smithsonite (pauvre en Fe) et la calamine (DANA [1955, pg. 522 et 633] TILLE et PANOU [1965, pg. 5]). Ces réactions sont difficiles à réussir, car un excès de solution de Co et la présence ou la formation d'autres oxydes colorés masquent la réaction.

Le résultat de ce test sera considéré comme négatif non seulement lorsque aucune coloration n'est observée, mais également si la formation d'oxydes noirs est inévitable.

Test no.10: Nitrate de cuivre: La coloration en vert des grains de calcite, plongés dans une solution de nitrate de nickel était déjà connue de GAUDIN [1935]. HOSKING [1964] signale qu'une coloration analogue peut être obtenue, en remplaçant le nitrate de nickel par une solution très diluée de nitrate de cuivre. Une série d'essais préliminaires a montré que pour obtenir des couleurs nettes, il était préférable d'employer une solution à 2 % au moins de nitrate.

Test no.11: solution de Morin: La fluorescence des sels ou complexes que des solutions de Morin forment avec divers cations est une des méthodes classiques utilisées pour la détection

de métaux tels que Al, Be et Zr (CHARLOT [1963, pg. 244] [Réactifs pour l'analyse minérale [1945, pg. 94]). Nous avons essayé d'adapter de la façon suivante cette technique: l'échantillon est attaqué par une solution plus ou moins concentrée de HCl (selon la nature du minéral). On dépose ensuite sur les grains quelques gouttes d'une solution alcoolique de Morin et on les examine sous une lampe U.V. Il ne s'agit donc pas, à proprement parler, d'une coloration de surface.

Test no.12: La quinalizarine: Pour colorer la surface du béryl, JEDWAB (1967) a adapté, en le simplifiant considérablement, le processus expérimental de mise en évidence des ions Be^{++} , préconisé par les chimistes (CHARLOT [1963, pg. 218] (FEIGL [1955, pg. 184]). Or, ceux-ci signalent les dangers d'interférence de métaux tels que Al, Ce, La, Th, Zr et on peut se demander si, par la méthode JEDWAB, des colorations pourraient également être obtenues sur d'autres minéraux.

Test no.13: Le chlorure stanneux: Pour détecter le tungstène en solution on traite, en chimie analytique, la liqueur par du $SnCl_2$ en solution (25%) dans HCl concentré. Ce réactif réduit le tungstène hexavalent à l'état d'oxyde bleu (W_2O_5) (FEIGL, 1954, pg. 115), (TILLE et PANOU [1965, pg. 66]), (WENGER [1945, pg. 124]). Cette même réaction peut être utilisée pour colorer la surface de la scheelite (HOSKING [1955]) (PANOU et TILLE [1965, pg. 66]) qui, portée à ébullition dans une solution chlorhydrique fraîche de chlorure d'étain II, se colore en bleu et n'est plus fluorescente. Cette teinte s'atténue rapidement et disparaît après une heure environ et la fluorescence réapparaît.

Test no.14: La réaction de RAFFINOT: Pour distinguer facilement des grains fins de minéraux oxydés de zinc, RAFFINOT [1953] a proposé le test suivant: les grains sont attaqués par un mélange I/I d'une solution à 3% de ferricyanure de potassium et d'une solution aqueuse de diéthyle aniline (0,5%) et d'acide oxalique (3%); les minéraux contenant du zinc oxydé se colorent en rouge.

Remarquons que la coloration s'observe non seulement sur la smithsonite et la calamine, mais également sur des minéraux plus rares, tels l'hydrozincite, la willemite, la descloizite, etc... (HOSKING [1955, 1964]. Signalons aussi que, selon FEIGL (1954, pg. 170-I), lorsque la réaction est réalisée en solution aqueuse, des métaux tels que FeII, Co, Ni, Mn peuvent interférer.

Test no.15: L'iodure de cinchonine: Ce test de coloration des minéraux bismuthifères sera examinée dans un paragraphe particulier.

2.3. Quelques remarques importantes

Dans un très beau travail, déjà cité, RAFFINOT (1953) indique les conditions, à son avis, nécessaires à la réalisation d'une coloration de surface. Ces conditions, reprises également par BLAZY et CASES [1963], conservent aujourd'hui encore toute leur valeur. Toutefois, nous croyons utile d'ajouter les remarques suivantes:

1) RAFFINOT admet que le minéral doit être légèrement soluble dans le milieu réactionnel. Cette condition est effectivement nécessaire dans un grand nombre de cas. D'autres colorations résultent non de réactions chimiques, mais d'absorptions sur les cristaux; pour ces phénomènes superficiels, la nécessité de la mise en solution partielle est beaucoup plus discutable. Mais même lorsque la réaction chimique est démontrée (nous pensons en particulier à la sulfuration superficielle), elle peut avoir lieu entre phases sans passage en solution.

2) RAFFINOT, et après lui de nombreux chercheurs (BLAZY et CASES [1963], FRIEDMAN [1953], HOSKING [1964], WARNE [1962]) conseille le nettoyage soigné de la surface des grains avant toute tentative de coloration. Cette précaution paraît indispensable lorsqu'on examine des concentrés bruts de flottation. Par contre, avec des grains relativement gros (supérieurs à 1 mm) et propres (des cassures fraîches p.ex.) le décapage est toujours souhaitable mais non nécessaire.

3) La principale condition pour bien réussir une coloration de surface est, croyons-nous, l'acquisition de l'expérience. La difficulté majeure ne consiste pas à obtenir une teinte sur la surface du minéral, mais à colorer uniformément toute la surface et surtout à reproduire cette coloration.

Pour chaque test, nous avons effectué un grand nombre d'essais préliminaires sur de nombreux minéraux et lors des essais systématiques, la réaction a été répétée jusqu'à obtenir 3 fois de suite des teintes uniformes et identiques. Ce but n'a d'ailleurs pas toujours été atteint d'une manière satisfaisante. Nous nous rallierons donc volontiers à la première partie de la conclusion suivante d'un ouvrage récent: « Les résultats ne sont pas toujours nets et bien tranchés et on ne peut parler dans ces cas d'essais réellement spécifiques » (PARFENOF [1970 pg. 170]). Par contre, nous ne pouvons accepter la deuxième partie de cette sentence. En effet, il est juste d'ajouter que, une fois l'expérience acquise, les tests de coloration sont un des moyens les plus rapides d'identification de nombreux minéraux et peuvent constituer un outil précieux entre les mains des ingénieurs et géologues miniers.

3. RESULTATS EXPERIMENTAUX.

3.1. Tests sur grains.

3.1.1. Carbonates.

ANKERITE: Un seul échantillon a été testé. Il était formé de petits grains blanc gris et provenait de la mine San Jose en Bolivie (*). Les résultats des tests effectués sont les suivants:

Test no. 1,2,3: pourpre, ce qui est conforme aux données de la littérature [WARNE (1962)]

Tests 4 à 14: négatifs

ARAGONITE: Nous avons utilisé trois échantillons. Le premier, incolore-blanc, à grands

cristaux est d'origine inconnue. L'aragonite 2 est incolore-rose, pseudo-hexagonale et provient de la région de Terruel (Espagne). Le troisième échantillon est une aragonite corallienne de couleur blanc laiteux.

Test no.1: rouge foncé, ce qui confirme les travaux précédents [FRIEDMAN (1953), WARNE (1962)]

Tests no. 2, 4, 6, 7, 9, 11 à 14: négatifs.

Test no. 3: négatif. Toutefois, des taches et reflets violacés sont souvent observés sur la surface des grains.

Test no. 5: gris foncé avec nuances allant du gris brunâtre au gris presque noir. Selon WARNE (1962), la couleur est noire.

Test no.8: lilas

Test no. 10: vert bleuté clair.

BASTNAESITE: Un seul spécimen, jaune cire, provenant de Karonge (Burundi) a été employé.

Tests no. 1 à 4 et 6 à 14: négatifs

Test no. 9: gris

CALCITE: Les quatre échantillons choisis sont largement cristallisés. Trois d'entre eux sont blancs et proviennent de Bioul, d'un filon minéralisé de Clausthal et d'un filon de Stolice (Yougoslavie); l'échantillon 4, de Denée, est incolore jaunâtre.

Test no.1: rouge foncé. La couleur évolue lentement et après 3-4 heures elle devient rouge brun. La coloration était déjà signalée dans la littérature (BLAZY et CASES [1963], FRIEDMAN [1953, TILLE et PANOU [1965, pg. 23], WARNE [1962]). La fluorescence naturelle (rouge) de l'échantillon de Clausthal disparaît après coloration.

Tests no. 2, 4 à 7, 9, 11 à 14: négatifs.

Test no. 3: négatif; les cristaux peuvent acquérir une légère coloration violacée.

Test no.8: bleu pâle. De nombreux essais sont négatifs, sans raison apparente.

Test no. 10: vert bleuté clair; la fluorescence de la calcite 2 disparaît après coloration. Il

(*) Analyse chimique: CaO = 27,8 %, FeO = 22,3 %, MgO = 8,2 %, MnO = 1,6 %

existe une légère différence entre les colorations observées sur les surfaces de l'aragonite et de la calcite, mais cette différence est trop faible pour constituer, sans risque d'erreur, un moyen de distinction entre les deux minéraux.

CERUSITE: Deux échantillons de cérusite massive proviennent de Zellidja (Maroc); leurs couleurs sont respectivement blanc crème et crème rose. Le troisième échantillon (Embreville) est blanc et bien cristallisé. La cérusite 4 est grise, à structure colloforme et provient de Djebel Gustar (Algérie). L'échantillon 5, de Yajd (Iran), est vert.

Tests no. 1 et 2: pourpre

Test no. 3: rouge brun foncé. WARNE (1952) avait déjà réalisé ces colorations.

Test no. 4: jaune foncé pour les échantillons 1 et 3, jaune orange pour 2 et 4, et jaune verdâtre pour la cinquième.

Tests no. 5, 8 à 14: négatifs

Test no. 6: gris noir

Test no. 7: négatif pour 3, 4 et 5, rose pâle pour 1 (l'échantillon 2 est naturellement rosâtre).

DIALOGITE: L'échantillon 1 est rose et provient d'un filon de Trepsa (Yougoslavie). L'échantillon 2, des Cabesses (Ariège), est massif et de couleur gris rose. Pour nos essais, nous avons utilisé des grains pratiquement monominéraux; la dialogite 3 est la seule exception. Il s'agit d'une roche gris noir, recueillie sur le gisement de Kamata, riche en dialogite et qui contient aussi des silicates, oxydes et hydroxydes de manganèse. Elle est soluble à 77,3% dans HCl bouillant (rappe-lons que certains oxydes de manganèse sont également solubles dans ces conditions).

Tests no. 1, 2, 4 à 14: négatifs.

Test no. 3: pourpre pour les échantillons 1 et 2, ce qui confirme les travaux de WARNE (1962), négatif pour le troisième.

DOLOMITE: L'échantillon 1, bien cristallisé, est incolore grisâtre et provient de Bleiberg

(Autriche). L'échantillon 2, d'origine inconnue, est massif blanc gris (*)

Tests no. 1, 2, 4 à 14: négatifs

Test no. 3: pourpre, ce qui confirme les renseignements bibliographiques. [WARNE (1962)]

GIOBERTITE: Les échantillons 1 et 2 sont blancs, compacts et proviennent de l'île d'Eubée (Grèce) et de N. Calédonie. Les giobertites 3 et 4 sont cristallisées, de couleur gris clair et jaune(**) et proviennent respectivement de Eugui (Espagne) et de Veitsh (Autriche).

Test no. 1: négatif. Les giobertites 1 et 2 (compactes) présentent fréquemment des taches et reflets rose pâle.

Tests no. 2, 3: pourpre. WARNE (1962) avait observé les mêmes colorations.

Test no. 4: jaune foncé qui évolue très rapidement au gris violacé. Le dépôt d'une nouvelle goutte de HCl restitue pour quelques minutes la couleur jaune.

Test no. 5: négatif. Toutefois la giobertite compacte peut acquérir une légère coloration rose pâle.

Test no. 6: négatif ou grisâtre.

Test no. 7: gris

Tests no. 8 à 14: négatifs.

HYDROZINCITE: Le premier échantillon, de Skoura, est blanc; le deuxième est jaunâtre et provient de Bou Vaber (Tunisie). Ils sont d'aspect terreux. L'hydrozincite 3, de Parjan (Iran) est blanche et compacte.

Test no. 1: gris à gris rose.

Tests no. 2, 4 à 13: négatifs.

Test no. 3: violet

Test no. 14: rouge.

PHOSGENITE: Nous avons employé un seul

(*) Analyse chimique: CaO = 28,3 %, MgO = 21,2 %, FeO = 2,2 %

(**) Analyse chimique de la giobertite 4: MgO = 44,6 %, FeO = 2,3 %, insolubles = 3,1 %

échantillon. Il était incolore, à gros cristaux et provenait de Broken Hill (Australie).

Test no. 1: rose violacé

Test no. 2: violet

Test no. 3: pourpre

Tests no. 4, 7 à 14: négatifs

Test no. 5: gris brunâtre; le minéral devient translucide.

Test no. 6: gris noir. On peut donc ajouter la phosgénite à la longue liste des minéraux qui se sulfurent facilement.

SIDERITE: Deux échantillons jaunes, bien cristallisés, proviennent du Siegerland (Allemagne) et d'Arditurri (Portugal); le troisième, de Peyrebrune (Tarn), est formé de petits grains blanc sale.

Tests no. 1, 4, 5 à 14: négatifs

Test no. 2: pourpre

Test no. 3: brun noir; cette coloration avait déjà été obtenue par WARNE (1962).

Test no. 6: les surfaces se colorent partiellement et très irrégulièrement. La couleur varie du gris clair au brun noirâtre.

SMITHSONITE: Nous avons utilisé trois échantillons. Le premier, de Zellidja (Maroc), est massif et de couleur blanc grisâtre. L'échantillon de Moresnet, stalactitique, est blanc gris et celui de la mine Samuels Glück (H. Silésie) est blanc sale.

Tests no. 1, 4 à 8, 10 à 13: négatifs.

Test no. 2: violet; WARNE (1962) avait observé une coloration pourpre.

Test no. 3: pourpre.

Test no. 9: seule la masse provenant de l'échantillon 1 avait une couleur verdâtre bien visible. Les autres échantillons ont donné après réaction des masses grises à reflets verdâtres.

Test no. 14: rouge.

STRONTIANITE: Les 3 échantillons employés étaient formés de gros cristaux. Les deux premiers, de Minerus Mine (Missouri)

et de Drenstreinfurt (Westphalie) étaient blancs, le troisième, de Clausthal, pratiquement incolore.

Test no. 1: pourpre.

Tests no. 2, 4 à 6, 8 à 14: négatifs.

Test no. 3: violet. WARNE (1962), dans les mêmes conditions, n'a obtenu aucune coloration.

Test no. 7: rose brun.

WITHERITE: Le seul échantillon employé était incolore et provenait de Minerus Mine (Missouri).

Test no. 1: rouge foncé, ce qui confirme les observations de WARNE (1962).

Tests no. 2 à 4, 6, 8, 9, 10 à 14: négatifs.

Test no. 5: gris. Les cristaux deviennent translucides.

Test no. 7: rose, ce qui est en accord avec les indications de la bibliographie [HOSKING (1964), TILLE et PANOU (1965)].

Test no. 10: vert bleuté clair.

3.1.2. Sulfates.

ANHYDRITE: Le premier échantillon est massif, blanc et provient de la mine de Nicciolleta (Toscane). L'échantillon no. 2 est un fragment de carotte du sondage de l'asile de Tournai; il est gris. Le troisième échantillon, recueilli dans la mine Bollwiller (Alsace) est brun.

Tests no. 1, 2, 5, à 8, 10 à 14: négatifs.

Test no. 3: pourpre, ce qui confirme les travaux de WARNE (1962).

Test no. 4: jaune.

Test no. 9: masse gris rose à gris brunâtre.

BARYTINE: Nous avons utilisé trois échantillons. Le premier, incolore, à grands cristaux, provient de la mine de Reclesne-Maine (Morvan). La barytine 2, de Vierves, est blanche. Le troisième échantillon est formé de grains roses provenant du Mayombe.

Tests no. 1, 2, 4 à 12, 14: négatifs.

Test no. 3: légère coloration violacée pour les deux premiers échantillons, test négatif pour la barytine rose.

Test no. 12: Ce test est très difficile à réaliser, car la soude attaque très rapidement le minéral. En outre, la barytine décrépite, ce qui rend l'expérience dangereuse. En limitant le temps d'attaque à quelques secondes, on peut poursuivre le test. Nous avons obtenu une couleur gris violacé pour les deux premiers échantillons et rose violacé pour le troisième.

CELESTINE: Un seul échantillon blanc, de Condorcet (Drôme), a été testé.

Test no. 1: jaune pâle.

Tests no. 2, 4 à 6, 8, 9, 11 à 14: négatifs

Test no. 3: violet

Test no. 7: rose brunâtre

Test no. 10: vert bleuté clair.

GYPSE: Le premier échantillon, de l'île de Crète (Grèce), est massif et blanc. Le deuxième provient de la région de Terruel (Espagne) il est formé de grands cristaux incolores.

Tests no. 1, 4 à 14: négatifs

Tests no. 2, 3: pourpre. **WARNE** (1962) avait obtenu la même coloration.

3.1.3. *Phosphates.*

AMBLYGONITE: L'échantillon de la mine de Rongi est blanc, largement cristallisé et présente des caractères qui le rapprochent de la variété montebrasite.

Tests no. 1, 2, 4 à 8, 10 à 14: négatifs

Test no. 3: rose

Test no. 9: gris bleuté

APATITE: L'échantillon 1 est formé de petits grains blanc crème et provient de la mine de Ruseifa (Jordanie) (*). L'échantillon 2, de la

presqu'île de Kola, est verdâtre. L'apatite 3, de Rectorn-Kiruna (Suède) est massive et de couleur blanc gris.

Test no. 1: rouge pâle pour le premier échantillon, vert rosâtre pour le deuxième et gris rose pour le troisième.

Tests no. 2, 4 à 6, 8 à 14: négatifs

Test no. 3: violet clair pour le premier échantillon, vert violacé pour le deuxième et gris violacé pour le troisième.

Test no. 7: jaune pour le premier échantillon, vert jaunâtre pour le deuxième et jaune gris pour le troisième.

MONAZITE: Le premier échantillon est formé de grains presque blancs et provient de Mitwaba (Katanga). Le deuxième échantillon, de Simu (Ruanda), est constitué de petits grains jaunes. Des pastilles grises, de Kaseti (Kivu), forment le troisième échantillon.

Test no. 1: négatif.

Tests no. 2, 4, 5, 8 à 11, 13, 14: négatifs

Test no. 3: rose violacé pour les échantillons 1 et 3, et violet clair pour l'échantillon 2.

Test no. 6: La couleur des 3 échantillons devient grise avec des nuances. Lors d'expériences successives, les teintes observées sur un même échantillon peuvent être assez différentes. Ainsi avec la monazite 2, nous avons obtenu des colorations allant du gris jaunâtre au gris foncé. La sulfuration de la monazite paraît à première vue étonnante.

Test no. 7: gris jaunâtre pour l'échantillon 1, jaune brun pour l'échantillon 2 et jaune foncé pour l'échantillon 3.

Test no. 12: bleu violet foncé.

XENOTIME: Le seul échantillon employé est jaune brunâtre, bien cristallisé et provient de Kaseti (Kivu).

Tests no. 1, 2, 4 à 14: négatifs

Test no. 3: violet.

(*) Analyse chimique: CaO = 53,1 %, P₂O₅ = 40,8 %

3.1.4. *Silicates.*

BERYL: Les deux échantillons sont blancs et proviennent de Katumba (Ruanda) et de Kobo-Kobo (Kivu).

Tests no. 1 à 11, 13, 14: négatifs

Test no. 12: bleu violet.

CALAMINE: Un seul échantillon, provenant de la mine de Kipushi. Il est incolore et bien cristallisé.

Tests no. 1 à 5, 8, 10 à 13: négatifs.

Tests no. 6: gris noirâtre; coloration partielle et fort irrégulière.

Test no. 7: négatif en général. Une légère coloration rose pâle a aussi parfois été observée.

Test no. 9: gris bleuté.

Test no. 14: rouge.

RHODONITE: L'unique spécimen employé provenait d'Adervielle (H. Pyrénées) et était rose.

Tests no. 1, 2, 4 à 11, 13, 14: négatifs.

Test no. 3: rose violacé.

Test no. 12: bleu violet foncé. Ce résultat est inattendu, car le manganèse ne réagit pas avec la quinalizarine.

SPODUMENE: Les grains de couleur crème de l'unique échantillon ont été extraits de la pegmatite de Manono.

Test no. 1: rose pâle.

Tests no. 2, 4 à 14: négatifs.

Test no. 3: violet clair.

TOPAZE: L'échantillon 1 est blanc et d'origine inconnue. La topaze 2 est verte et provient de M'tele (Kivu).

Test no. 1: jaune pour l'échantillon 1, jaune verdâtre pour le deuxième.

Tests no. 2, 4 à 6, 8, 10 à 14: négatifs.

Test no. 3: violet clair pour l'échantillon 1, négatif pour l'échantillon 2.

Test no. 7: jaune pâle pour l'échantillon 1, négatif pour l'échantillon 2.

Test no. 9: gris bleuté.

ZIRCON: Le premier échantillon, de Bungwe (Kivu), est formé de grains rose-brunâtre. Un concentré australien a fourni le deuxième échantillon; il est constitué de grains fins, jaune crème.

Test no. 1: négatif pour l'échantillon 1, rose clair pour l'échantillon 2.

Tests no. 2, 4 à 8, 10 à 14: négatifs.

Test no. 3: négatif pour le premier échantillon, violet pour le deuxième.

Test no. 9: gris pour le premier échantillon, négatif pour le deuxième.

3.1.5. *Divers.*

CORINDON: Nous avons employé quatre échantillons. Des grains presque blancs, de Maganidgipa (Kivu), constitue le premier. Le deuxième est formé de grains bleus, de Bobolo (Kivu). L'échantillon 3 est vert et provient de Bandolierskop (Afrique du S.), et le quatrième est gris et d'origine inconnue.

Tests no. 1 à 8, 10 à 14: négatifs.

Remarque: Au troisième test les échantillons 1 et 4 présentent quelques petites taches violacées, qui deviennent, au cours de l'essai 4, rouges.

Test no. 9: bleu grisâtre.

FLUORINE: Deux échantillons de fluorine incolore, à grands cristaux, proviennent respectivement de Rosalia (Espagne) et du Laurium (Grèce). La fluorine de Reclesne-Maine (Morvan) est verte. L'échantillon 4, de Pic Martin (Var), est blanc bleuté. Le cinquième échantillon, de Gimnée, est violet.

Tests no. 1, 2, 4, 6, 7 à 14: négatifs.

Test no. 3: violet clair (l'échantillon 5 conserve sa couleur).

Test no. 5: rose pâle pour les 4 premiers échantillons, rose violacé pour le cinquième.

PYROCHLORE: Les deux échantillons sont exclusivement formés de grains octaédriques, gris vert pour celui de Lueshe (Kivu), blanc crème pour celui de Bingo.

Tests no. 1, 2, 4 à 14: négatifs.

Test no. 3: jaune violacé pour le premier échantillon, rose violacé pour le second.

SCHEELITE: L'échantillon de Mitwaba (Katanga) est blanc crème. Le deuxième échantillon, de Hassinabad (Iran), est formé de petits grains blancs.

Test no. 1: rose pâle à peine visible.

Tests no. 2 à 8, 10, 11, 14: négatifs.

Test no. 9: gris foncé.

Test no. 12: bleu violet foncé; la fluorescence naturelle disparaît. Cette coloration inattendue est beaucoup plus difficile à obtenir avec l'échantillon 2 et pourrait résulter d'un processus plus compliqué que la simple réaction, inconnue d'ailleurs des chimistes, entre le tungstène et la quinalizarine.

Test no. 13: bleu; la scheelite perd momentanément sa fluorescence. La couleur bleue disparaît assez rapidement et la fluorescence réapparaît.

VANADINITE: L'unique échantillon traité est rose crème et provient de Mibladen (Maroc).

Test no. 1: rose jaune.

Test no. 2: rose.

Test no. 3: rose violacé.

Tests no. 4 à 14: négatifs.

3.2. Tests sur lames minces.

Les chercheurs n'ont, à notre connaissance, prêté que peu d'attention à la possibilité de transposition des procédés de coloration de la surface des grains à l'étude des lames minces. Cette négligence est compréhensible; les colorations de surface ont principalement été employées comme moyen grossier et rapide d'identification de minéraux.

Pourtant, les études microscopiques pourraient, dans certains cas, faire appel à ce type de tests. Ainsi, p.ex., les comptages et mesures des pétrographes seraient parfois sensiblement facilités si certains constituants de la roche étaient colorés.

Nous n'avons effectué que quelques essais d'orientation. La technique adoptée était la suivante: des grains ont été enrobés dans du plastique et des lames minces ont ensuite été taillées dans ces préparations. Avant de les recouvrir, nous les avons soumises aux tests de coloration.

Remarquons immédiatement que cette méthode ne permet pas l'emploi de réactifs qui dissolvent rapidement le minéral ou attaquent le plastique. D'autre part, dans les solutions aqueuses en ébullition, la préparation se détache du porte-objet, et les manipulations ultérieures, en particulier le rinçage final, deviennent très délicates. Enfin, les tensions qui apparaissent dans le plastique peuvent gêner l'observation sous le microscope.

Les résultats des essais effectués sont les suivants:

Test no. 1 Minéral: calcite, échantillon 1. Couleur des grains: blanc. Couleur des grains après réaction: rouge foncé qui se transforme lentement en rouge brun.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: idem.

Couleur sous le microscope: rouge brunâtre.

Test no. 1 Minéral: phosgénite. Couleur des grains: incolore. Couleur des grains après réaction: rose brun.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: brun gris violacé.

Couleur sous le microscope: idem.

Test no. 3 Minéral: giobertite, échantillon 1. Couleur des grains: blanc. Couleur des grains après réaction: pourpre.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: pourpre.

Couleur sous le microscope: pourpre avec des bandes et taches de couleur violet, dues à l'excès de réactif, non éliminé au cours du rinçage incomplet.

Test no. 3 Minéral: hydrozincite, échantillon 2. Couleur des grains: jaunâtre. Couleur des grains après réaction: violet.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: rose violacé.

Couleur sous le microscope: rose violacé. Le réactif souligne en violet le feuilletage du minéral.

Test no. 6 Minéral: phosgénite. Couleur des grains: incolore. Couleur des grains après réaction: gris noir.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: noir.

Couleur sous le microscope: opaque.

Test no. 7 Minéral: strontianite, échantillon 1. Couleur des grains: blanc. Couleur des grains après réaction: rose brun.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: brun clair.

Couleur sous le microscope: idem.

Test no. 7 Minéral: célestine. Couleur des grains: incolore. Couleur des grains après réaction: rose brunâtre.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: incolore.

Test no. 10 Minéral: calcite, échantillon 1. Couleur des grains: blanc. Couleur des grains après réaction: vert bleuté clair.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: idem.

Couleur sous le microscope: incolore à jaune verdâtre et localement vert bleuté clair.

Test no. 10 Minéral: aragonite, échantillon 1. Couleur des grains: incolore blanc. Couleur des grains après réaction: vert bleuté clair.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: idem.

Couleur sous le microscope: gris verdâtre.

Test no. 14 Minéral: smithsonite, échantillon 3. Couleur des grains: blanc gris. Couleur des grains après réaction: rouge.

Couleur macroscopique de la lame après réaction: jaune foncé brunâtre.

Couleur sous le microscope: jaune brunâtre.

On peut donc conclure que certains tests de coloration peuvent être appliqués avec succès

aux préparations microscopiques, mais la couleur peut être différente de celle observée, dans les mêmes conditions, sur la surface des grains.

3.2. L'iodure de cinchonine.

L'iodure de cinchonine colore les minéraux riches en bismuth, c-à-d. des espèces minéralogiques fort différentes de celles utilisées dans les tests précédents. Nous citons cette méthode, relativement peu connue, parce que nous avons eu l'occasion dernièrement de préciser les possibilités et limites de son utilisation.

Rappelons d'abord la composition du réactif: on dissout 1g de chlorhydrate de cinchonine dans 100ml d'eau chaude et on ajoute quelques gouttes d'acide nitrique. Après refroidissement, on ajoute 2g d'iodure de potassium.

Les chimistes utilisent ce réactif pour détecter le Bi et signalent les interférences possibles des Cu, Pb, Hg, Mo et Pt (DANA [1955, pg. 71-74] Réactifs pour l'analyse minérale [1945, pg. 21-23]). Hosking [1955] cite également l'iodure de cinchonine et les interférences possibles des minéraux contenant du plomb ou du cuivre. Enfin, les mineurs espagnols emploient couramment ce réactif pour estimer la richesse en bismuth de leur minerai [I.A.R.S. A.].

Pour colorer les grains, il faut les nettoyer avec une solution diluée d'acide nitrique et ajouter, après quelques secondes, la solution fraîche d'iodure cinchonine. Les minéraux bismuthifères se colorent en rouge orange.

Nous avons vérifié cette coloration sur des grains de bismuth natifs de bismuthinite et d'oxydes et carbonates de Bi, de diverses origines. Dans les mêmes conditions, nous avons constaté que:

- Le cinabre ne se colore pas.
- Les minéraux de Cu (chalcopyrite, bornite, famille de la carrollite, malachite, pseudo-malachite, chrysocolle) et les minéraux de plomb (galène, cérusite) se colorent en rouge brun. Cette couleur ne peut être confondue avec celle du Bi, mais peut la masquer.

Nous avons également coloré la surface d'une galène bismuthifère, sans pouvoir distinguer la couleur jaune orange caractéristique.

4. CONCLUSIONS.

Nous nous sommes volontairement abstenu d'indiquer les identifications et distinctions rendues aisées par l'emploi des tests de coloration et en général les services, pourtant nombreux et parfois importants, que cette technique peut rendre.

Nous avons préféré une énumération systématique, et inévitablement fatigante, des colorations observées et des difficultés rencontrées.

Nos résultats ne peuvent nécessairement pas servir de référence. Le cas de l'échantillon 3 de dialogite montre bien que les associations minérales réservent parfois des surprises. Le cas des séries isomorphes de minéraux pose également des problèmes non encore abordés.

Malgré ces lacunes dans nos connaissances, les tests de coloration sont incontestablement une des méthodes les plus rapides et les plus simples d'identification des minéraux.

BIBLIOGRAPHIE

- BLAZY, P. et CASES, J. [1963]: Coloration sélective des carbonates et traitement des minerais. *Bull. soc. franç. minéral. cristall. Vol. 86, p. 200-1.*
- CHARLOT, G. [1963]: *L'analyse qualitative et les réactions en solution* — 5e éd. Masson.
- DANA [1955]: *Textbook of mineralogy*. 4th. ed. J. Wiley.
- FEIGL, F [1954]: *Spot tests, vol. I: inorganic applications* — 4th. ed. Elsevier.
- FRIEDMAN, G.M. [1953]: Identification of carbonate minerals by staining methods. *Journ. sedim. petrology, vol. 29, no. 1 (3/1953), p. 87-97.*
- GAUDIN, A.M. [1935]: Staining minerals for easier identification in quantitative mineralogical problems. *Econ. géol. vol. 30, no. 5 (8/1935), p. 552-62.*
- HOSKING, K.F.G. [1955]: Chemical tests on streaks as a rapid aid to mineral identification. *Camborne school of mines magaz. 1955, p. 5-11.*
- HOSKING, K.F.G. [1964]: Rapid identification of mineral grains in composite samples. *Min. Mag. Vol. III (2/1964), p. III-21.*
- I.A.R.S.A.: Rapports d'archives — Non publiés.
- JEDWAB, J. [1967]: Coloration de surface du béryl. *Bull. Soc. belge Géol., vol. 66 pg. 133-36.*
- PARFENOF, F.A.; POMEROL, G.; TOURENG, J. [1970]: *Les minéraux en grains; méthodes d'étude et de détermination*. Masson.
- RAFFINOT, P. [1953] Identification des minéraux en grains par coloration de leur surface. *C.R. cong. mines métall. franç. Paris (1953) comm. 5, p. 1025-30.*
- TILLE, R. et PANOU, G. [1965]: *Méthodes de détermination des minéraux*. 2ème éd. P.U. Bruxelles.
- WARNE, S. [1962]: A quick field or laboratory staining scheme for the differentiation of major carbonate minerals. *Journ. sedim petrology, Vol. 32, no. 1 (3/1962), p. 29-38.*
- WENGER, P.E. [1955]: *Analyse qualitative minérale*. Libr. de l'Univ. (Genève)
- [1945]: *Réactifs pour l'analyse qualitative minérale (deuxième rapport)*. Wepf. and Co.

Communication présentée le 19 octobre 1971.