

Dosage par photométrie de flamme du calcium et du magnésium dans les roches calcaires et dolomitiques

Autor(en): **Buchs, Armand / Otten, Claude**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **44 (1964)**

Heft 1

PDF erstellt am: **19.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-34326>

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.

Dosage par photométrie de flamme du calcium et du magnésium dans les roches calcaires et dolomitiques

Par *Armand Buchs* et *Claude Otten* (Genève)

Avec 2 figures et un tableau

Résumé. Les auteurs présentent une méthode rapide pour le dosage du calcium et du magnésium dans les roches calcaires, donnant une précision acceptable et permettant d'analyser en un jour un nombre d'échantillons plus grand qu'avec les méthodes gravimétriques ou complexométriques.

Abstract. The authors present a rapid flamephotometric method for the determination of calcium and magnesium in rocks which gives an acceptable precision and allows to determine a larger number of samples per day, than do the usual gravimetric or complexometric methods.

Introduction

Le dosage du calcium et du magnésium par les méthodes classiques exige des opérations longues et minutieuses. Ce fait exclut la possibilité d'analyser rapidement un nombre d'échantillons suffisant. Comme la solution d'un problème géochimique ou géologique dépend souvent plus du nombre de résultats acquis que de la précision avec laquelle ces résultats sont obtenus, nous avons mis au point une méthode rapide pour le dosage du calcium et du magnésium, donnant une précision suffisante pour l'interprétation des résultats.

Technique de la méthode

1 g de roche, préalablement pulvérisée, est attaquée à chaud par 10 ml de HCl 50%. Après quelques minutes, quand l'attaque est terminée, on ajoute 2 à 3 gouttes de HNO₃ concentré et de l'ammoniaque à 50% jusqu'à virage du papier tournesol. On filtre ensuite les hydroxydes

précipités et amène la liqueur à 100 ml, dans un ballon jaugé, après l'avoir acidifiée par HCl dilué (1 N). Cette solution servira à préparer celles qui serviront au dosage du calcium et du magnésium.

Solution servant au dosage du calcium

On prélève 10 ml de la solution d'attaque et les dilue à 500 ml avec de l'eau distillée.

Solution servant au dosage du magnésium

On prélève 25 ml de la solution d'attaque et les dilue à 100 ml avec de l'eau distillée.

Solutions types pour le dosage du calcium

Si l'échantillon est une calcite pure, nous aurons, avec les conditions que nous avons choisies, une concentration maximum de 80,1 mg de calcium par litre. Aussi avons nous préparé, à partir de CaCO_3 (Merck), une série de 4 solutions témoins dont les concentrations s'échelonnent

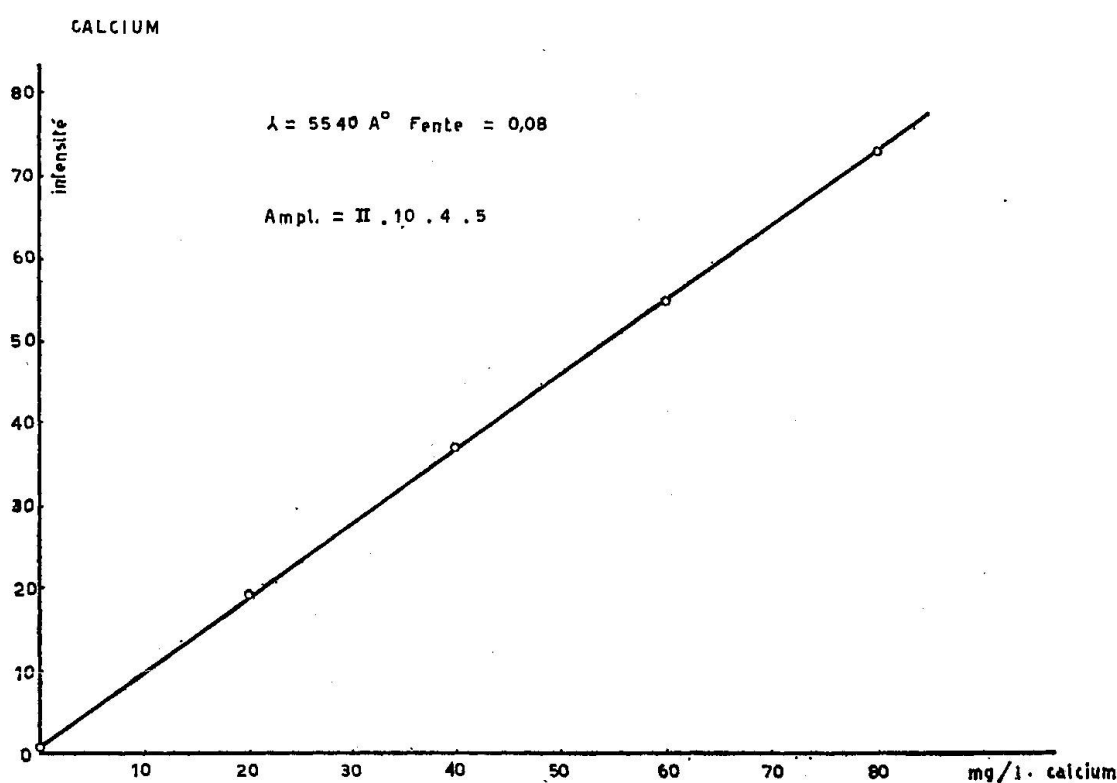


Fig. 1.

entre 20 et 80 mg de calcium par litre. Ces solutions se conservent pendant plusieurs mois.

Solutions types pour le dosage du magnésium

Avec les conditions opératoires choisies, la présence de magnésium dans la solution qui sert au dosage du calcium ne perturbe pas la mesure. Par contre, la présence de calcium dans la solution destinée au dosage du magnésium gêne. En effet, l'intensité de la radiation de 3710 Å, émise par le magnésium est augmentée par la présence des ions calcium. Aussi est-il nécessaire d'avoir en plus des solutions témoins contenant seulement du magnésium, d'autres solutions renfermant aussi du calcium, en quantités variables. Afin d'avoir un lot de témoins valable pour tous les échantillons, nous avons préparé une série de solutions ayant des concentrations en magnésium échelonnées entre 20 et 330 mg

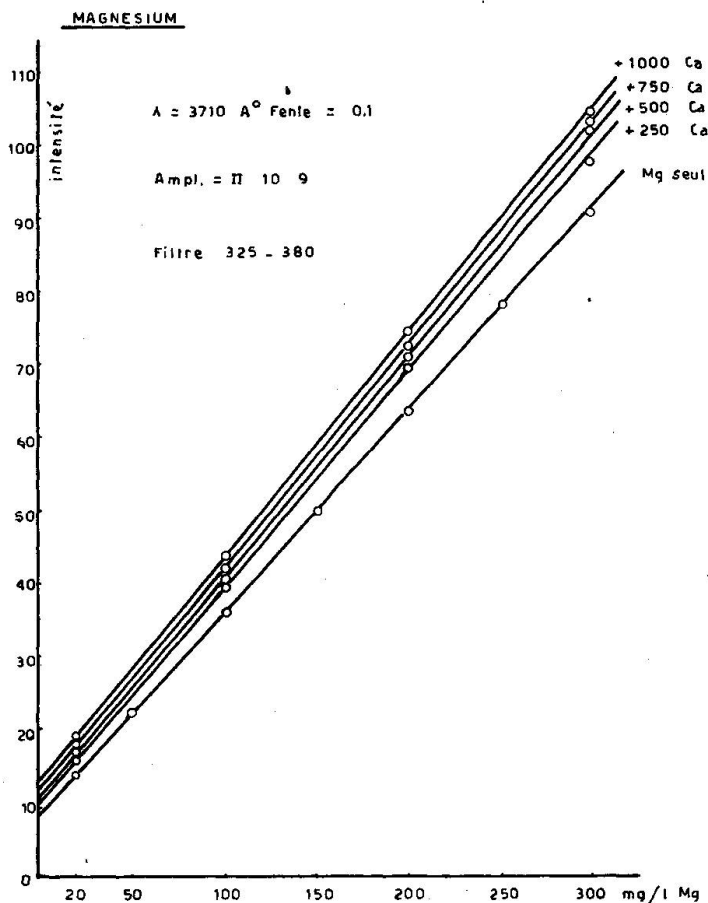


Fig. 2.

par litre, et 4 séries de solutions témoins contenant en plus du magnésium, respectivement 250, 500, 750 et 1000 mg de calcium par litre.

Droites d'étalonnage

La fig. 1 représente la droite d'étalonnage obtenue avec les solutions témoins de calcium. Les conditions dans lesquelles les mesures furent faites sont les suivantes :

Longueur d'onde de la radiation mesurée: 5540 Å
Largeur de la fente: 0,08 mm

La fig. 2 nous montre la famille de droites étalons obtenue avec les solutions types de magnésium, contenant ou non du calcium. L'ensemble de ces 5 droites permet le dosage du magnésium, quelque soit la teneur en dolomie de l'échantillon. Les conditions dans lesquelles les mesures furent faites sont les suivantes :

Longueur d'onde de la radiation mesurée: 3710 Å
Largeur de la fente: 0,10 mm

Toutes les mesures ont été faites avec un spectro-photomètre à flamme Zeiss, modèle PMQ II. Le facteur d'amplification a été choisi de manière à obtenir pour la concentration maximum une déviation presque totale de l'échelle.

Technique de la mesure et calcul des résultats

On détermine d'abord, sur la solution d'attaque diluée 50 fois, la teneur de la roche en calcium. Cette mesure permet de calculer la teneur totale en calcium. On calcule ensuite quelle est la teneur en calcium de la solution sur laquelle se fait la mesure de la concentration en magnésium; rappelons que pour cette mesure, la solution d'attaque est diluée seulement 4 fois.

On détermine ensuite la concentration en magnésium en se référant à la droite étalon appropriée. Si la concentration en calcium est telle qu'elle se situe entre deux des valeurs pour lesquelles les droites ont été tracées, on interpole linéairement.

La connaissance de la concentration en magnésium nous fournira le pourcentage de dolomie contenue dans la roche, et la différence entre le calcium total trouvé et le calcium de la dolomie calculé, nous donnera la teneur de l'échantillon en calcite.

Résultats et discussion

Pour vérifier la validité de cette méthode nous avons à notre disposition deux échantillons de dolomie et un échantillon de calcite analysés par la méthode de RILEY¹⁾.

L'échantillon 1, une dolomie presque pure, a donné par l'analyse complexométrique les résultats suivants:

MgO 20,3%
CaO 30,4%

Par la méthode décrite dans ce travail, nous avons trouvé les résultats suivants:

MgO 21,2%
CaO 30,3%

D'autre part, le tableau 1 montre les résultats que nous avons obtenus avec les échantillons C₀—D₁₀ et C₁₀—D₀ et avec 9 mélanges en proportions exactement connues de ces deux échantillons, comparés aux résultats donnés par l'analyse gravimétrique et complexométrique de ces deux échantillons et aux valeurs calculées pour les mélanges.

Tableau 1

Echantillon	% CaO		% MgO		% Calcite		% Dolomie	
	Calculé	Mesuré	Calculé	Mesuré	Calculé	Mesuré	Calculé	Mesuré
C ₀ —D ₁₀	26,6*	26,2	19,2*	18,6	0	0	87,8	85,1
C ₁ —D ₉	29,5	29,0	17,3	16,8	10,0	10,0	79,1	76,8
C ₂ —D ₈	32,5	32,7	15,4	15,4	20,0	20,0	70,4	70,4
C ₃ —D ₇	35,4	35,5	13,5	14,3	30,0	28,1	61,7	64,9
C ₄ —D ₆	38,4	38,6	11,5	11,3	40,0	40,9	52,6	51,7
C ₅ —D ₅	41,3	41,3	9,6	9,5	50,0	50,1	43,9	43,4
C ₆ —D ₄	44,3	43,5	7,7	7,5	60,0	59,1	35,2	34,3
C ₇ —D ₃	47,2	46,9	5,8	5,6	70,0	69,8	26,5	25,6
C ₈ —D ₂	50,2	49,2	3,8	3,9	80,0	78,2	17,4	17,8
C ₉ —D ₁	53,1	52,3	1,9	2,0	90,0	88,4	8,7	9,1
C ₁₀ —D ₀	56,1*	55,5	0	0	100,0	99,0	0	0

* Les valeurs surmontées de cet astérisque ont été trouvées par gravimétrie et par complexométrie. Elles représentent la moyenne de ces deux méthodes.

¹⁾ RILEY, J. P. (1958): The rapid analysis of rocks and minerals. Anal. Chim. Act. 19. pp. 413—428.

On constate que pour le dosage du calcium, l'erreur relative est inférieure à 2% et que pour le magnésium elle est de l'ordre de 2 à 4%. Cette précision est en général suffisante pour l'interprétation des résultats dans la plupart des problèmes.

Ce travail a été exécuté dans les laboratoires de l'Institut de minéralogie de l'Université de Genève, sous la direction de M. le Prof. Marc Vuagnat. Le spectrophotomètre à flamme a été mis à notre disposition par le Fonds national suisse pour la recherche scientifique.

Manuscript reçu le 25 octobre 1963.