

SÉPARATION RAPIDE DES MINÉRAUX DES ROCHES

Par J. C. DUCHESNE

(1 fig. et 2 tableaux dans le texte)

RÉSUMÉ

L'auteur décrit un schéma opératoire de séparation des minéraux des roches dans lequel les liqueurs denses et le séparateur magnétique Frantz Isodynamic sont employés. Ces opérations permettent d'obtenir rapidement et en évitant les contaminations de bons concentrés des minéraux. Quelques données concernant les susceptibilités magnétiques des ilménites, pyroxènes et olivines sont proposées.

INTRODUCTION.

Les liqueurs denses et le séparateur magnétique sont depuis plusieurs années d'un usage courant en pétrographie pour la séparation des minéraux des roches.

Les principes des séparations par différence de densité et de susceptibilité magnétique sont très simples. Néanmoins, on éprouve souvent des difficultés dans la réalisation pratique des opérations de séparation. Cela tient d'une part au peu de données disponibles sur les susceptibilités magnétiques des minéraux des groupes tels que les pyroxènes, amphiboles, olivines, etc., et d'autre part au grand nombre de paramètres que l'opérateur doit contrôler (choix des granulométries, des densités des liqueurs, des intensités du champ magnétique, etc.).

Le géochimiste est souvent confronté avec des problèmes de séparation dans lesquels le nombre de minéraux à analyser et d'échantillons à traiter est très grand. Il est donc opportun de mettre à sa disposition un mode opératoire applicable en routine. Celui-ci doit être assez souple pour s'adapter à des roches de nature différente et en même temps suffisamment efficace pour que le degré de concentration de chaque minéral soit satisfaisant après un petit nombre d'opérations simples et rapides. En outre, on veillera spécialement à éviter les contaminations par les appareils de concassage, broyage et tamisage de façon à laisser ouvertes toutes les possibilités d'études chimiques de chacun des minéraux présents. Cette note propose un schéma opératoire adapté à la séparation des minéraux des roches magmatiques de la catazone norvégienne. Dans ces roches de granularité moyenne à fine, on rencontre les minéraux suivants : plagioclase, feldspath potassique, mésoperthite, quartz, ortho- et clinopyroxènes, olivine, ilménite, magnétite, apatite et, accessoirement, sulfures et spinelle. Quoique la minéralogie des roches soit relativement simple, l'expérience nous a montré qu'il est généralement difficile de prévoir, à partir des seules données de la lame mince et de la section polie, le comportement des minéraux au cours de la séparation. La structure de certains agrégats de minéraux, leur granulométrie, l'existence dans le minéral d'inclusions ou d'exsolutions, les variations même faibles de leur teneur en fer sont notamment des facteurs qui modifient à des degrés divers les propriétés magnétiques. Le traitement de chaque roche selon un schéma standardisé s'impose donc. Il permet avantageusement de juger des possibilités de séparation et d'orienter les éventuelles opérations de purification plus poussées.

MODE OPÉRATOIRE

Le mode opératoire est schématisé au Tableau I. Il appelle les commentaires suivants :

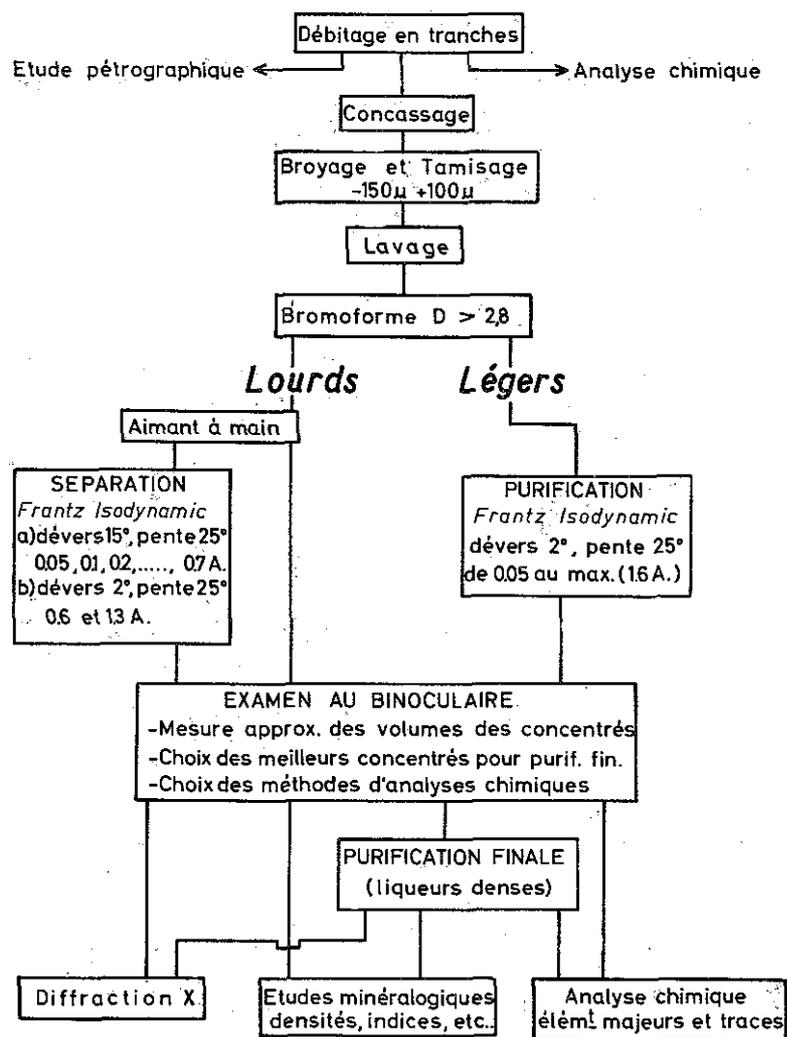
1. Débitage.

L'échantillon est débité à la scie diamantée en différentes tranches d'épaisseur appropriée pour la confection de lames minces, sections polies et lames minces polies. Des tranches de 2 à 4 cm d'épaisseur sont réservées au concassage pour la séparation minéralogique et l'analyse chimique.

2. Concassage.

Les parties altérées étant éliminées, les tranches sont réduites jusqu'à une grosseur de grains de 5 mm. Cette opération est réalisée au marteau et à l'enclume. Quand elle est menée avec prudence, les contaminations sont évitées. Après plusieurs années d'utilisation intensive du marteau et de l'enclume, nous n'avons pas remarqué d'usure des surfaces. Cela tient surtout au peu d'effort de percussion nécessité par le travail sur des tranches de roche d'épaisseur faible.

TABLEAU I



J.C.D. 1966.

3. Broyage et tamisage.

Le produit concassé est amené à une granulométrie de -150μ à $+100 \mu$. Le broyage est effectué dans des mortiers à billes en agate, il est suivi d'un tamisage à 150μ ; le refus du tamis est rebroyé puis retamisé jusqu'à ce que la totalité de la roche soit passée à travers le tamis de 150μ .

Remarques :

1° Il est fort important que la totalité de la roche soit broyée à -150μ . En effet, au début du broyage, ce sont les minéraux les plus fragiles qui sont d'abord broyés (les feldspaths par exemple) tandis que les minéraux les plus résistants (les ferromagnésiens et surtout les oxydes) restent à une granulométrie supérieure à 150μ .

2° Le choix des granulométries de 150 et 100μ résulte d'un compromis. On a évidemment avantage à travailler aux granulométries les plus fines possible pour obtenir le meilleur degré de libération des minéraux et réduire la quantité de grains mixtes. Il faut également serrer au mieux cette granulométrie pour obtenir de bons résultats au séparateur magnétique. Par contre, plus la granulométrie est fine, plus le temps de broyage et de tamisage s'allonge et plus les séparations aux liqueurs denses et surtout au séparateur magnétique Frantz deviennent difficiles si pas impossibles en dessous de 60μ . Pour les roches moyennement à finement grenues, les résultats les meilleurs sont obtenus avec des granulométries de 100μ à 150μ .

3° En broyant au mortier à bille, une quantité importante de la roche est surbroyée et passe à travers le tamis de 100 μ (ou même de 60 μ). Plus le temps de broyage est court vis-à-vis de la durée de tamisage qui lui succède, moins cette quantité est importante. La pratique montre cependant qu'il est difficile de descendre en dessous de 40 % en poids de perte. Il faut par conséquent avoir l'attention attirée par l'éventualité d'un broyage sélectif et d'une élimination de certains minéraux très tendres ou très fins dans la fraction inférieure à 100 μ .

4° En ce qui concerne les contaminations, le broyage dans des garnitures en agate est satisfaisant. Il est de loin supérieur à ceux utilisant le carbure de tungstène qui peut contenir des quantités importantes d'autres éléments (cobalt par exemple). Le tamisage sur toile en nylon est sans danger, ce qui n'est pas le cas pour les tamis en laiton ou en bronze phosphoreux. En outre, ils sont plus faciles à nettoyer ou peuvent être jetés après usage vu leur prix modique.

4. Lavage.

Le produit tamisé est lavé à l'eau du robinet puis rincé à l'eau distillée ou à l'acétone. On élimine ainsi les poussières qui collent aux grains et provoquent des agglomérats de particules. Le produit, après séchage est de nouveau retamisé à 100 μ . On obtient ainsi un produit bien classé. La boue de lavage peut être récupérée par décantation ou filtration.

5. Bromoforme

La poudre est ensuite passée au bromoforme. Par différence de densité, les minéraux se séparent en deux fractions : les feldspaths et le quartz flottent, les oxydes, les ferromagnésiens, l'apatite et les sulfures se sédimentent. L'opération est réalisée dans des ampoules à séparation et les fractions sont recueillies sur verre fritte où elles sont lavées à l'acétone. Le bromoforme mélangé à l'acétone peut être facilement régénéré par extraction de l'acétone par l'eau. La densité ainsi obtenue est toujours supérieure à 2,85, ce qui est suffisant pour le but poursuivi.

Remarque :

On pourrait contester l'utilité de la séparation au bromoforme. En effet, les minéraux légers ont une susceptibilité magnétique très faible et par conséquent, il serait théoriquement possible de les isoler des ferromagnésiens et des oxydes à l'aide du séparateur magnétique. En pratique, les résultats par cette voie sont mauvais.

Les légers sont d'ordinaire fort abondants dans les roches et, de ce fait, la quantité de grains mixtes qu'ils forment avec les autres minéraux est très importante. Ces grains mixtes ont des susceptibilités magnétiques suffisamment élevées pour être attirés avec les pyroxènes ou même avec les oxydes qu'ils contaminent ainsi de manière désastreuse. Par contre, ces grains mixtes flottent sur le bromoforme et sont séparés de la fraction lourde.

6. Purification de la fraction légère.

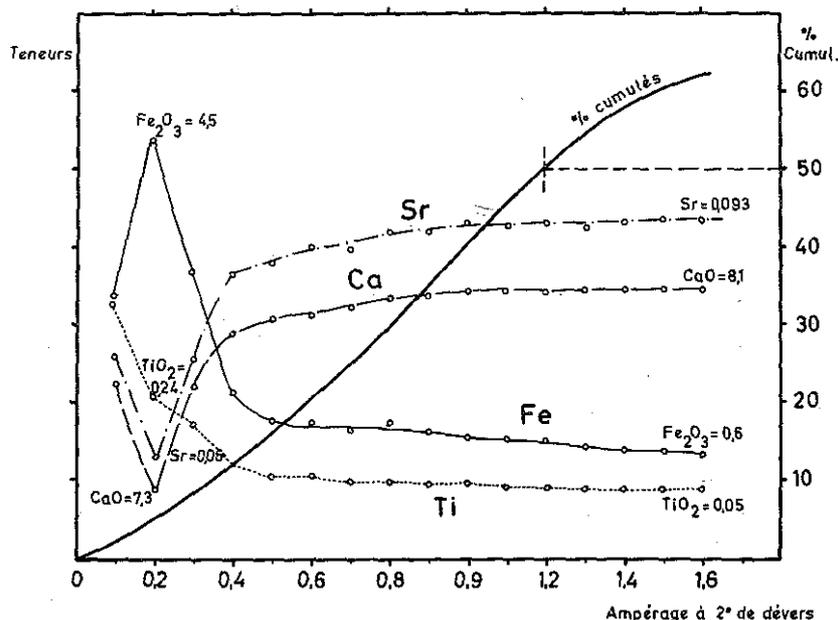
La fraction légère est débarrassée des impuretés magnétiques (grains mixtes) par passages successifs dans un champ magnétique d'intensité croissante.

L'opération est réalisée dans un séparateur magnétique Frantz Isodynamic dont le dévers (angle d'inclinaison transversale) est fixé à une valeur faible (2°) et l'intensité du courant alimentant l'électroaimant est relevée de 0.2 Amp. après chaque passage de la poudre.

A titre d'exemple, la figure 1 illustre la purification de la fraction légère d'une leuconorite, dont les constituants principaux sont du plagioclase (à très fines inclusions de minerai noir), de la bronzite et de l'ilménite.

Les variations des teneurs en éléments Ca, Sr, Ti et Fe (mesurées par fluorescence X) sont portées en ordonnée et en abscisse les intensités du courant de l'électroaimant auxquelles sont attirées les fractions analysées.

Fig. 1. — Purification de la fraction légère. En abscisse, les intensités du courant de l'électroaimant auxquelles ont été attirées chacune des fractions. Les teneurs en Ca, Sr, Ti et Fe mesurées sur chaque fraction par Fluorescence-X sont portées en ordonnée. Les valeurs indiquées sont approximatives et exprimées en %. La courbe des poids cumulés (exprimés en % du poids total de la fraction légère) est également tracée.



Après des variations importantes des teneurs dues à la présence dans les grains mixtes d'ilménite et de pyroxène, les teneurs en Ca et Sr se stabilisent à partir de 1.0 A, tandis que les teneurs en Fe (et en Ti) continuent à diminuer et à tendre vers une limite asymptotique déterminée par la teneur en fer du plagioclase pur. Les diverses fractions magnétiques recueillies aux ampérages successifs ont été pesées avant leur analyse et la courbe des poids cumulés a été tracée. L'examen de cette courbe permet de se rendre compte que, dans cet exemple, le plagioclase est pur sous le rapport de Ca et Sr quand on atteint l'intensité de 1.0 A c'est-à-dire quand 40 % en poids de la fraction légère est attirée. Pour ce qui est du Fe (et du Ti), la limite asymptotique n'est pas atteinte aux intensités maximum permises par l'appareil, mais l'erreur que l'on commettra en mesurant les teneurs en Fer sur la fraction non magnétique au maximum sera faible.

Quand la fraction légère contient plusieurs minéraux dont les teneurs en fer sont différentes, il y a lieu d'envisager l'éventualité d'un fractionnement des différents minéraux aux ampérages élevés.

7. Séparation de la fraction lourde.

Les minéraux très magnétiques (magnétite, pyrrhotine) sont préalablement enlevés à l'aimant à main. La poudre est ensuite passée au séparateur magnétique d'abord à une intensité nulle ou très faible (0.05 A), puis la fraction non attirée par l'aimant est repassée à 0.1 A et ainsi de suite de 0.1 en 0.1 A jusqu'à 0.7 A. A chaque passage on recueille les minéraux attirés.

La valeur du dévers est fixée par l'expérience à 15°. Une valeur plus grande étale plus largement l'intervalle d'extraction d'un même minéral et augmente inutilement le nombre de fractions recueillies ; une valeur plus faible que 15° diminue les intervalles d'extraction de 2 minéraux différents et par conséquent leur séparation est moins nette voire impossible.

La fraction non attirée à 0.7 A ne contient, en général, que les minéraux très faiblement magnétiques ou diamagnétiques. Ceux-ci sont purifiés (comme la fraction légère) à un dévers de 2° et aux intensités successivement de 0.6 et 1.3 A.

Au tableau II sont reportées quelques valeurs d'intensité d'extraction observées pour les minéraux rencontrés dans les conditions opératoires proposées (15° de dévers et 100-150µ de granulométrie). La susceptibilité

$$\text{spécifique } K_M = \frac{20 \sin \alpha}{I^2} \times 10^{-6} \text{ CGS}$$

(α étant l'angle de dévers et I l'intensité du courant de l'électro-aimant) est calculée d'après les abaques de H. H. Hess.

Tableau II

Dévers = 15° Intensité (Amp.)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7
Ilménite	— Hémo-ilmén.- Ilménite						
Orthopyroxène	_____ Hypersth.- Bronzite _____ Enstatite						
Clinopyroxène	_____ Augite _____ Diallage _____						
Olivine	(altérée) Fo ₂₀ Fa ₈₀ Fo ₇₀ Fa ₃₀ Fo ₉₀ Fa ₁₀						
	----- _____						
Susceptibilité spécifique CGS $\times 10^{-6}$	500.	125	57	32	20	14	10

8. Examen au binoculaire.

Le volume de chaque fraction recueillie est approximativement chiffré. Cette mesure est très rapide si on a soin de standardiser les types de récipients utilisés. Elle présente l'avantage de faire ressortir immédiatement les fractions dans lesquelles les minéraux principaux sont concentrés et, en plus, elle donne l'ordre de grandeur de la quantité dont on dispose pour les études poursuivies en fonction du poids de l'échantillon traité.

Toutes les fractions sont ensuite examinées au binoculaire. Le degré de pureté des minéraux est estimé, les minéraux accessoires sont recherchés dans les fractions susceptibles de les contenir et enfin, les meilleurs concentrés sont retenus pour la purification finale ou pour les études projetées.

9. Purification finale.

Cette opération n'est pas toujours nécessaire. En fait, tout dépend du type de roche étudié et des buts poursuivis. Toutefois, on peut dire qu'en général elle n'est pas indispensable pour l'étude des minéraux aux Rayons-X mais qu'elle s'impose pour l'étude chimique et en particulier pour l'étude des éléments en trace.

Cette purification finale est réalisée en pratique au moyen de liqueurs denses dont les poids spécifiques encadrent au mieux la densité du minéral à purifier. On dilue le Bromoforme à l'aide de Diméthylsulfoxyde, l'Iodure de Méthylène avec du N,N-Diméthylformamide ⁽¹⁾. Les liqueurs ainsi obtenues ont des densités parfaitement stables. De plus, ces produits sont solubles dans l'eau et, par conséquent, ils sont éliminés avec l'acétone lors de la régénération des liqueurs (voir point 5). La liqueur de Clérici est utilisée à chaud et à froid. Elle est diluée à l'eau distillée.

CONCLUSIONS.

Le schéma opératoire remplit les buts désirés :

1° juger les possibilités de séparation des minéraux dans une roche ;

2° obtenir de bons concentrés sur lesquels une série d'études peut être entreprise ou sur lesquels il est plus facile

⁽¹⁾ Ces renseignements précieux m'ont été communiqués par Dr. E. Jaeger (Berne) que je remercie vivement.

de procéder à la purification finale ;

3° évaluer la quantité de minéral qu'il est possible d'obtenir à partir du poids de roche traité ou inversement, le poids de roche qu'il est nécessaire de traiter pour obtenir une quantité de minéral déterminée. Ce dernier point a une grande importance dans le *choix* des méthodes chimiques d'étude ou dans l'établissement d'un programme de séparation.

Dans ce procédé, les opérations les plus longues et les plus fastidieuses sont le broyage et le tamisage. Si l'on veut éviter les contaminations, obtenir une bonne libération des minéraux et traiter l'entière du produit concassé de façon à récupérer le maximum de chaque minéral présent dans la roche, il est difficile de procéder par une autre voie. Dans certains cas, toutefois, on peut simplifier ce schéma. Si l'on veut purifier par exemple *uniquement* le plagioclase d'une roche dans laquelle il est le seul feldspath (anorthosite, leuconorite, etc....), on procède plus simplement : on concasse et on broie dans des mâchoires en acier, on tamise à 250 μ (60 mesh) et on arrête non plus quand l'échantillon est complètement broyé à -250 μ mais quand la quantité est jugée suffisante. La poudre est lavée abondamment à l'eau pour éliminer les poussières et les grains de -100 μ (loi de Stokes). L'utilisation du bromoforme ne s'impose plus puisque l'on n'étudiera pas les minéraux lourds. Aussi la poudre est-elle directement passée au séparateur magnétique (point 6) où les oxydes et les ferromagnésiens sont éliminés en même temps que les particules provenant des mâchoires d'acier. Les grains mixtes sont éliminés ensuite à plus haute intensité et, comme le montre la figure 1, le produit recueilli est pur. La purification finale n'est donc pas nécessaire (sauf si de l'apatite est présente dans la roche).

REMERCIEMENTS

Cette recherche a été possible grâce aux crédits du Fonds de la Recherche Scientifique Fondamentale Collective.

Université de Liège, Institut de Géologie, Pétrologie et Géochimie.

BIBLIOGRAPHIE RÉSUMÉE

LAVERGNE, P. J., 1965. — Preparation of Geological materials for chemical and spectrographic analysis. *Paper 65-8, Geological Survey of Canada* 23 p., 8 fig.

POVARENYYKH, A. S., 1964. — On the magnetic properties of minerals in *Aspects of theoretical Mineralogy in the USSR*, pp. 451-463. Éd. Battey M. H. et Tomkeieff, S. I., Pergamon Press.

ROSENBLUM, S., 1958. — Magnetic susceptibilities of minerals in the Frantz Isodynamic magnetic separator. *Am. Mineralogist*, vol. 43, pp. 170-173

WAGER, L. R. et BROWN, G. M., 1960. — Collection and preparation of material for analysis, pp. 4-32, in *Methods in Geochemistry*, Interscience Publishers Inc.