

ANALYSE CHIMIQUE DES ROCHES ALTEREES, DES SOLS FERRALLITIQUES,  
ET DES SEDIMENTS MARINS DE NOUVELLE CALEDONIE

J. LAUNAY  
Chargé de Recherches

J.J. TRESCASES  
Chargé de Recherches

Mme A. MAREUIL  
Assistante de Recherches

Avril 1969

O R S T O M

Section Géologie

Centre de Nouméa

Analyse chimique des roches altérées, des sols ferrallitiques  
et des sédiments marins de Nouvelle-Calédonie.

J. LAUNAY

Chargé de Recherches

J.J. TRESCASES

Chargé de Recherches

Mme A. MAREUIL

Assistante de Recherches

Avril 1969

RESUME :

L'échantillon est solubilisé par l'acide perchlorique qui respecte les silicates primaires. La silice est obtenue par différence, après dissolution par la soude diluée du résidu total de l'attaque perchlorique. S'il est suffisamment important, le résidu insoluble dans la soude est repris par fusion alcaline.

Dans la solution perchlorique, l'aluminium, le fer, le chrome et le manganèse sont dosés directement : le fer et l'aluminium sont dosés par colorimétrie des complexes qu'ils forment respectivement avec l'orthophénantroline et l'ériochrome cyanine, le chrome, qui est oxydé au degré VI après l'attaque, est titré par réduction au sel de Mohr; le manganèse est colorimétré après oxydation par le périodate de sodium.

Le nickel est isolé par précipitation, puis complexé par la diméthylglyoxime en milieu oxydant et dosé par colorimétrie.

On sépare par double précipitation en milieu ammoniacal, les hydroxydes de fer, d'aluminium, et de titane, du calcium et du magnésium. Dans le précipité redissous, le titane est dosé par colorimétrie de son complexe avec l'eau oxygénée. Le calcium précipité du filtrat sous forme d'oxalate est dosé au moyen du permanganate de potassium, et le magnésium titré par l'EDTA dans le filtrat du calcium.

.. / ...

Analyse chimique des roches altérées, des sols ferrallitiques  
et des sédiments marins de Nouvelle-Calédonie.

---

Le laboratoire d'analyses chimiques de la section Géologie du Centre ORSTOM de Nouméa fonctionne depuis le mois d'Avril 1966. Les méthodes, mises au point en 1965 par TRESCASES, ont été complétées et améliorées en 1966 par LAUNAY puis en 1967 et 1968, au cours des séries d'analyses.

Plusieurs problèmes se posaient. Certaines séparations n'étaient pas satisfaisantes : Titane - Chrome , ou encore Calcium - Fer. Le dosage de magnésium donnait des résultats systématiquement par défaut (précipitation incomplète pour les petites teneurs, ou redissolution incomplète du précipité pour les fortes teneurs). Le complexe Aluminium-Eriochrome cyanine avait une coloration trop instable. D'une manière plus générale, avec la variété des échantillons, l'organigramme des séparations devenait beaucoup trop compliqué. Il était nécessaire de le remanier, et de standardiser les séparations.

Dans ce but quatre mélanges de composition connue ont été analysés afin de contrôler les méthodes retenues : un alliage (Nimonic 90 Alloy, British chemical standard n° 310) et trois échantillons artificiels, préparés par mélange d'oxydes et carbonates pesés, et correspondant à une péridotite altérée (A) un sol ferrallitique (B) et un sédiment carbonaté (C) (cf. tableau 1).

Tous les dosages ont été satisfaisants, à l'exception du cobalt, dont l'extraction sera étudiée ultérieurement.

TABLEAU I

Composition des échantillons témoins (en %)

	A	B	C	BCS 310	
SiO <sub>2</sub>	35,00	5,00	15,00	0,84	Si
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11,36	72,04	11,36	1,35	Fe
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,80	7,68	4,80	1,43	Al
Mg O	35,00	2,00	6,00	-	-
CaO	0,48	-	30,00	-	-
TiO <sub>2</sub>	0,17	0,34	0,17	2,46	Ti
NiO	1,00	1,60	0,20	58,7	Ni
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,55	2,47	0,14	19,22	Cr
Mn O <sub>2</sub>	0,44	0,88	0,11	0,04	Mn
Co O	0,10	0,20	0,10	15,6	Co

.../...

### TRAITEMENT PRELIMINAIRE

L'échantillon à analyser est séché puis broyé jusqu'à obtention d'une poudre de granulométrie inférieure à 100 microns. Cette opération est réalisée en deux temps :

- concassage d'environ 400 grammes de matériau au concasseur à mâchoire.
- broyage d'environ 200 grammes de produit concassé, après quartage, par un broyeur mécanique, à bille de carbure de tungstène.

### PERTE AU FEU

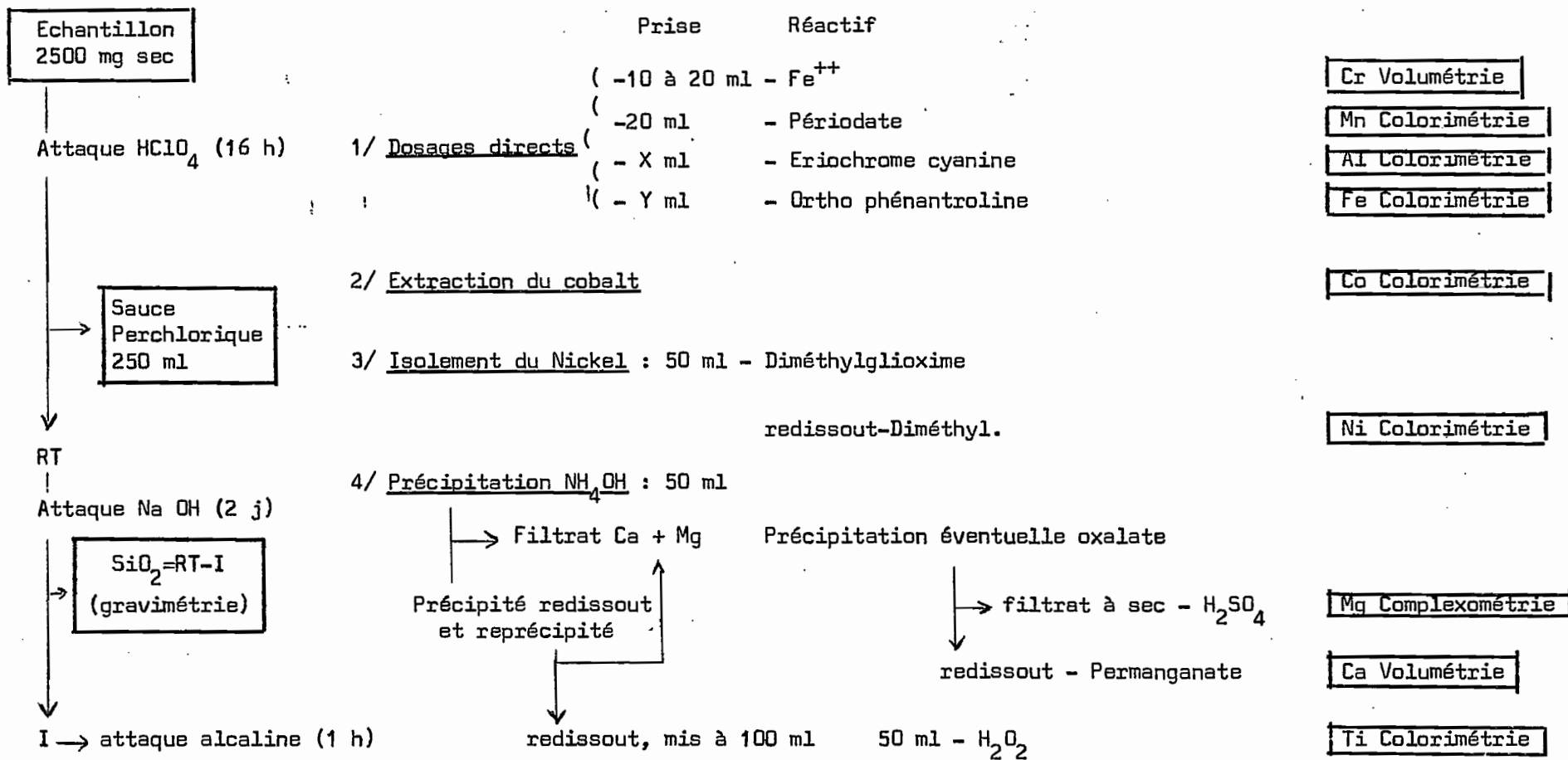
La perte au feu dose globalement l'eau de constitution, le  $\text{CO}_2$ , la matière organique, les chlorures et les sulfures.

Peser exactement dans un creuset en porcelaine taré, un gramme d'échantillon préalablement séché à l'étuve pendant six heures. Calciner au four à moufle à  $1000^\circ$  pendant trois heures, et peser.

Pour les sédiments riches en carbonates, il est préférable d'utiliser des capsules en platine et de porter la température à  $1100^\circ$ ;

../...

ORGANIGRAMME



## MISE EN SOLUTION

### 1/ - Principe

On utilise l'acide perchlorique qui solubilise très peu les silicates primaires mais attaque les produits d'altération et de néogenèse ainsi que les oxydes tels que la chromite et l'hématite.

### 2/ - Réactifs

Acide nitrique R.P. d = 1,33

Acide perchlorique R.P. d = 1,61

### 3/ - Mode opératoire

La pesée initiale est de 2500 mg. Peser exactement cette quantité, après avoir préalablement séché le matériau à l'étuve à 105° pendant 6 heures et l'introduire dans une fiole Kjeldahl de 300 ml. Ajouter éventuellement 2 à 3 ml d'acide nitrique pour détruire la matière organique. Pour un sédiment carbonaté, ajouter 3 ml supplémentaires quand le dégagement des bulles diminue. Laisser une nuit à froid.

Chauffer sur bec Bunsen jusqu'à dégagement des vapeurs nitreuses et laisser refroidir. Ajouter 15 ml d'acide perchlorique (20 ml pour un sédiment carbonaté), et chauffer sur bec Bunsen. Dès l'apparition de fumées blanches, l'ouverture de la fiole est partiellement obturée à l'aide d'un petit entonnoir, ce qui permet la condensation des vapeurs d'acide le long du col. Si malgré tout la masse commençait à se dessécher, laisser refroidir la fiole, ajouter 10 ml d'acide perchlorique et continuer l'attaque. Celle-ci dure 16 heures.

Reprendre alors par le minimum d'eau distillée le jus perchlorique et filtrer sur filtre lent. Recueillir le filtrat en fiole jaugée de 250 ml, laver longuement le résidu à l'acide nitrique dilué en joignant le liquide de lavage au filtrat.

Conserver le résidu d'attaque pour le dosage de la silice, et porter le filtrat à 250 ml pour le dosage des autres éléments.



SILICE

1/ - Principe

La silice insolubilisée par l'acide perchlorique est pesée avec le résidu de l'attaque. La pesée de ce résidu après dissolution par la soude diluée, donne par différence, la silice des silicates secondaires.

2/ - Réactifs

- Soude à 20 g/l
- Eau ammoniacale
- Acide chlorhydrique dilué

3/ - Mode opératoire

Recueillir en creuset de porcelaine taré le résidu total de l'attaque perchlorique et calciner à 800° au four à moufle. Après pesée, reprendre ce résidu par 200 ml de soude en bécher de 250 ml et chauffer 8 heures sur plaque chauffante, à température moyenne.

Lorsque le volume est réduit à 100 ml, réajuster à 200 ml avec de l'eau distillée, et répéter cette opération autant de fois qu'il le faut pendant une journée. Filtrer sur filtre rapide, laver à l'eau distillée et recueillir le filtrat s'il est coloré en jaune par du chrome. Porter ce filtrat à 250 ml pour dosage ultérieur du chrome, après acidification.

Reprendre le résidu par 200 ml de soude en bécher, de 250 ml pour une nouvelle dissolution pendant 8 heures sur plaque chauffante. Filtrer sur filtre rapide, laver à l'eau ammoniacale puis à l'acide chlorhydrique dilué, enfin à l'eau distillée, et calciner à 900°. Peser le résidu insoluble.

Si ce résidu est important (supérieur ou égal à 10 %) on le solubilisera par fusion alcaline (cf page 17).

## SEPARATION DES HYDROXYDES (Fe, Al, Ti) DU CALCIUM-MAGNESIUM

### 1/ - Principe

Les hydroxydes  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  et  $\text{Ti}(\text{OH})_4$  sont précipités à pH7 par l'ammoniaque, le calcium et le magnésium restent en solution.

### 2/ - Réactifs

Ammoniaque  $\frac{1}{2}$

Nitrate d'ammonium 1 g/l

Acide nitrique 1/5

### 3/ - Mode opératoire

Pipeter 50 ml de solution perchlorique en bécher de 1l et diluer à 300 ml environ avec l'eau distillée. Ajouter 50 ml de nitrate d'ammonium et porter à l'ébullition. Cesser de chauffer, ajouter l'ammoniaque goutte à goutte en agitant jusqu'au pH7, et reporter à l'ébullition quelques instants.

Transverser alors dans les godets de 700 ml de la centrifugeuse (la température ne doit toutefois pas dépasser 50°C) et centrifuger 15 minutes à 3000 t/mn. Le surnageant est recueilli en bécher de 1l (si des parcelles de précipité passent avec le liquide cela n'a pas d'importance) et mis à réduire sur plaque chauffante. Le culot de centrifugation est dispersé (policeman) dans 500 ml environ, d'eau chaude (50°C) et 20 ml de nitrate d'ammonium. Centrifuger 15 minutes à 3000 t/mn et joindre le surnageant à celui de la centrifugation précédente. Réaliser dans ces conditions trois lavages.

Dissoudre alors le précipité directement dans le godet de centrifugation par 100 ml d'acide nitrique, recueillir cette solution en bécher de 1l, la diluer et reprécipiter les hydroxydes en présence de nitrate d'ammonium dans les mêmes conditions que précédemment. Ce deuxième précipité est alors centrifugé puis lavé trois fois par centrifugation, comme le premier.

Si quelques flocons apparaissent dans le bécher où les solutions de lavage se concentrent, filtrer (filtre rapide) ce liquide lorsque son volume est de 400 ml environ. Le filtrat contient le calcium et le magnésium = Solution A.

Ouvrir le filtre et recueillir les traces de précipité en bécher de 600 ml par un jet de pissette d'acide nitrique. Dissoudre également le précipité dans le godet de centrifugation par 100 ml d'acide nitrique, joindre cette solution dans le bécher de 600, mettre à réduire (volume 100 ml) et porter à 100 ml en fiole jaugée pour dosage du titane (Solution B).

SOLUTION ACALCIUM1/ - Principe

L'oxalate de calcium, précipité dans le solution A, est titré par le permanganate de potassium.

2/ - Réactifs

Oxalate d'ammonium 4 %

Acide chlorhydrique 1/2

Ammoniaque 1/2

Rouge de méthyle 0,1 % dans l'alcool

Acide perchlorique 1/2

Permanganate de potassium 0,1 N

$\text{KMnO}_4$  sec 3,16 g

$\text{H}_2\text{O}$  distillée q.s.p. 11

(Permanganate de potassium N éventuellement)

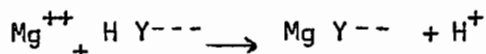
3/ - Mode opératoire

Acidifier la solution A par l'acide chlorhydrique. Ajouter quelques gouttes de rouge de méthyle. Ajouter 100 ml d'oxalate d'ammonium et porter à 80°. Verser goutte à goutte de l'ammoniaque jusqu'à virage de l'indicateur. Laisser reposer une heure à froid, mais pas plus longtemps.

Filtrer sur verre fritté n° 4 et laver à l'eau distillée. Le filtrat est conservé pour le dosage du magnésium. Le creuset est placé dans un bécher avec environ 100 ml d'acide perchlorique. Chauffer vers 60-70° puis titrer par le permanganate de titre convenable en conservant le creuset de verre fritté dans le bécher. La température doit être au moins égale à 60° à la fin du dosage et la teinte ~~rose~~ persister une minute.

MAGNESIUM1/ - Principe

Le magnésium est complexé par le sel disodique de l'Acide Ethylène diamine Tetracétique (E.D.T.A.) selon la réaction.



On observe la fin de la réaction à l'aide d'un indicateur de concentration de Mg, le noir ériochrome T, rouge vineux à pH 10, en présence de  $\text{Mg}^{++}$  et bleu en son absence.

2/ - Réactifs

- Solution tampon pH 10 à vérifier au pH mètre

$\text{NH}_4\text{Cl}$  RP ..... 67,5 g

$\text{H}_2\text{O}$  distillée ..... 200 ml

$\text{NH}_4\text{OH}$  RP d = 0,92 ..... 370 ml

$\text{H}_2\text{O}$  distillée q.s.p. .... 1000 ml

à conserver en récipient plastique

- KCN à 1 %

- Noir Eriochrome T : mélange à sec

Noir Eriochrome T ..... 1 g

$\text{NaCl}$  pulvérisé ..... 50 g

- E.D.T.A. N/5 ..... 37,21 g/l

N/10 ..... 18,60 g/l

3/ - Mode opératoire

Le dosage s'effectue sur le filtrat du calcium porté à sec en présence de 15 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentré. Lorsque le volume de filtrat diminue, réduire la température des plaques chauffantes afin d'éviter les projections, et terminer en calcinant le résidu sec sur plaque très chaude.

Reprendre le résidu sec par 100 ml d'eau distillée et amener le pH aux environs de 10 avec de l'ammoniaque au 1/2, ajouter 2 ml de cyanure, 20 ml de tampon, une pincée d'indicateur, et titrer par l'EDTA convenable en agitant (agitateur magnétique) jusqu'à obtention de la coloration bleue (aller très lentement à la fin du dosage). Faire un témoin contenant 10 mg de  $\text{Mg}^{++}$  afin de mesurer le titre exact de l'EDTA.

SOLUTION BTITANE1/ - Principe

Le complexe jaune du Titane en présence d'eau oxygénée est colorimétré à 4100 Å.

2/ Réactifs

## - Réactif du Titane

H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> RP .....	200 ml
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> RP .....	200 ml
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30 vol .....	200 ml
H <sub>2</sub> O distillée .....	qsp 1000 ml

3/ Mode opératoire

Le dosage s'effectue sur 50 ml de solution B portés à 100 ml en fiole jaugée avec le réactif du Titane.

On développe également la coloration sur une gamme de Titane de 0 à 50 mg/l.

On effectue les mesures à 4100 Å en cuves de 4 cm.

..//....

DOSAGES DIRECTSALUMINIUM1/ - Principe

Par addition d'eriochrome cyanine R, on obtient en présence d'Aluminium un composé rouge violet en milieu Thioglycolique à pH6. Ce complexe est colorimétré à 5350 Å.

2/ - Réactifs

Réactif de l'aluminium : à préparer immédiatement avant l'emploi.

Eriochrome cyanine R .....	76 mg
Eau distillée .....	20 ml
Chlorure de sodium .....	2,4 g
Nitrate d'ammonium .....	2,4 g
Acide nitrique R.P. d = 1,33 .....	0,2 ml
Eau distillée q.s.p. ....	100 ml

## - Thioglycolate de Sodium

Dissoudre 1,5 g de thioglycolate dans 450 ml d'eau. Ajouter 50 ml d'alcool. Renouveler cette solution tous les trois jours.

## - Tampon pH6

Acétate d'ammonium .....	320 g
Acide acétique .....	5 ml
H <sub>2</sub> O distillée q.s.p. 1 l	

3/ - Mode opératoire

Il est nécessaire de diluer la solution perchlorique afin d'obtenir une concentration comprise entre 0,2 et 0,6 mg/l d'aluminium, limite de validité de la loi de Beer. On sera donc quelquefois amené à faire plusieurs essais de dilution. Cette remarque s'applique d'ailleurs aux autres dosages colorimétriques, les limites de la loi de Beer étant données par la gamme étalon.

Pipeter 5 ml de solution perchlorique en fiole jaugée de 250 ml et porter au volume avec de l'eau distillée. Pipeter 5 ml de cette solution en fiole jaugée de 50 ml et ajouter dans l'ordre : 25 ml de thioglycolate, 5 ml très exactement de réactif d'aluminium, 5 ml de tampon pH6. Ajuster au volume.

Réaliser dans les mêmes conditions une gamme étalon d'aluminium de 0 à 0,8 mg/l. Colorimétrer 6 heures après, par rapport au zéro, à 5350 Å, en cuves de 1 cm. S'il est nécessaire d'utiliser une dilution beaucoup moins grande, ajuster le pH à 6 dans les fioles jaugées sur une prise équivalente.

CHROME1/ - Principe

Le chrome se trouve sous forme de Cr VI dans la solution perchlorique, il est titré par réduction au sel de Mohr.

2/ - Réactifs

- Sel de Mohr N/50

Sel de Mohr : 7,83 g

Dissoudre dans une solution sulfurique à 5 % et porter à 1 litre.

- Mélange sulfo-phosphorique

$H_2SO_4$  1/6 625 ml

$H_3PO_4$  375 ml

- Diphénylamine sulfonate de Baryum à 0,25 % dans l'eau distillée

- Solution à 1 g/l de chrome

-  $K_2Cr_2O_7$  2,827 g

-  $H_2O$  distillée q.s.p. 1 litre

3/ - Mode opératoire

Pipeter 20 ml de solution perchlorique en fiole cylindro-conique de 250 ml. Ajouter 4 ml de mélange sulfophosphorique et 7 gouttes de diphénylamine sulfonate de baryum. Titrer immédiatement par le sel de Mohr; le dosage est terminé à la disparition de la couleur violette.

Pour vérifier la normalité du sel de Mohr, on se sert d'un témoin : pipeter 2 ml de la solution de chrome à 1 g/l et titrer comme les échantillons.

Remarque

Du chrome peut rester absorbé sur le résidu total, il sera dosé selon la même méthode après dosage de la silice.

En très faible teneur le chrome est incomplètement oxydé en milieu perchlorique. Dans ce cas, on termine l'oxydation par ébullition avec du permanganate de potassium en milieu acide, Mn VII est décoloré par l'azote de sodium 10 %.

F E R1/ - Principe

Le fer réduit par le chlorhydrate d'hydroxylamine à pH 4,5 forme un complexe rouge avec l'orthophénantroline, colorimétré à 5080 Å.

2/ - Réactifs

- Chlorhydrate d'hydroxylamine à 10 % dans l'eau
- Acétate de sodium à 25 %
- O-Phénanthroline 0,5 % dans l'eau.

3/ - Mode opératoire

Il est nécessaire de diluer la solution perchlorique comme dans le dosage de l'Aluminium. Pipeter p ml de cette solution en fiole jaugée de 25 ml. Déterminer sur une autre mise la quantité d'acétate nécessaire pour amener le pH vers 3,5 (bleu de Bromophénol) et amener le pH à 3,5 par addition de la quantité voulue d'acétate.

Ajouter 1 ml de chlorhydrate d'hydroxylamine  
1 ml d'orthophénantroline.

Attendre 1 heure. Amener à 25 ml. Effectuer la colorimétrie à 5080 Å en cuves de 1 cm. Faire une gamme étalon de Fer de 0 à 10 mg/l.

../...



MANGANESE1/ - Principe

Colorimétrie à  $5200 \text{ \AA}$  du Mn VII après oxydation par le périodate.

2/ - Réactifs

Acide sulfurique R.P.	d = 1,83
Acide phosphorique R.P.	d = 1,70
Acide nitrique R.P.	d = 1,33
Périodate de sodium	40 g/l
Acide oxalique 0,1 M	

Solution étalon à 100 mg/l de manganèse : peser 288 mg de permanganate de potassium; dissoudre par le minimum d'eau distillée, décolorer goutte à goutte par le sel de Mohr, oxyder l'excès de fer II par de l'acide nitrique et porter à 1 litre en fiole jaugée.

3/ - Mode opératoire

Pipeter 20 ml de solution perchlorique en bécher de 100 ml. Ajouter 5 ml d'acide sulfurique (ou 10 ml d'acide nitrique dans le cas d'échantillons riches en calcium), puis 5 ml d'acide phosphorique et 5 ml de périodate de sodium; amener à ébullition au bain marie jusqu'à développement de la couleur violette, refroidir et porter à 50 ml en fiole jaugée. Pipeter 25 ml de cette solution en bécher de 50 ml, faire bouillir dix minutes au bain marie, ajouter goutte à goutte de l'acide oxalique jusqu'à décoloration du manganèse VII, refroidir et ramener à 25 ml en fiole jaugée.

Préparer dans les mêmes conditions une gamme étalon de manganèse de 0 à 20 mg/l.

Colorimétrer à  $5200 \text{ \AA}$  en cuves de 1 cm, sensibilité 5, par rapport au zéro, d'abord le violet, puis le jaune.

NICKEL1/ - Principe

Le nickel, séparé par précipitation à la diméthylglyoxime, est oxydé par l'eau de brome en Ni IV, complexé par la diméthylglyoxime et colorimétré à 4450 Å.

2/ - Réactifs

Acide chlorhydrique 1/2

Diméthylglyoxime 10 g/l dans l'alcool éthylique

Ammoniaque 1/2

Ammoniaque R.P.

Acide nitrique 1/2

Soude 300 g/l

Eau de brome saturée

Bleu de bromophénol

Solution étalon à 100 mg/l de nickel : préparée à partir de sulfate de nickel dissous dans l'eau distillée, titrée par gravimétrie, et ajustée à 100 mg/l.

3/ - Mode opératoire

Pipeter 50 ml de solution perchlorique en bécher de 600 ml, ajouter 5 g d'acide citrique, étendre à 100 ml environ par de l'eau distillée, et ajouter 10 gouttes de bleu de bromophénol. Amener à pH 4,5 par de l'acide chlorhydrique 1/2 (virage au jaune du réactif). Mettre sur plaque chauffante jusqu'à ébullition ajouter 20 ml de diméthylglyoxime, puis de l'ammoniaque 1/2 jusqu'à virage au bleu du réactif coloré.

Filtrer sur filtre moyen et laver à l'eau froide. Dissoudre le précipité de nickel par de l'acide nitrique et porter à 250 ml en fiole jaugée. Pipeter p ml de cette solution en fiole de 100 ml. Neutraliser par de la soude à 300 g/l, ajouter ensuite de l'eau de brome goutte à goutte jusqu'à ce que tout l'intérieur de la fiole soit envahi de vapeurs de brome. Dix minutes après, ajouter de l'ammoniaque concentrée goutte à goutte jusqu'à décoloration du brome, puis 10 ml d'ammoniaque concentrée, et enfin 10 ml de diméthylglyoxime. Compléter à 100 ml avec de l'eau distillée. Préparer dans les mêmes conditions une gamme étalon de nickel de 0 à 1 mg/l. Colorimétrer 15 minutes plus tard à 4450 Å, en cuves de 4 cm.

ANALYSE DU RESIDU INSOLUBLE PAR ATTAQUE ALCALINE1/ - Principe

Le résidu de l'attaque perchlorique est mis en solution par fusion au carbonate de sodium : Quartz et silicates primaires sont transformés en silicates alcalins solubles. L'acidification en milieu perchlorique insolubilise la silice et dissout tous les autres éléments.

2/ - Réactifs

$\text{Na}_2 \text{CO}_3$  sec

Acide chlorhydrique concentré

Acide perchlorique concentré

3/ - Mode opératoire

Peser 250 à 1000 mg d'échantillon, broyé et séché à l'étuve à 105° en creuset de platine taré. Mélanger intimement à quatre fois cette masse de carbonate de sodium et rajouter encore du fondant en couverture (environ le poids de la prise d'essai). Couvrir le creuset de son couvercle en ménageant une petite ouverture. Chauffer doucement et progressivement le creuset (four ouvert) jusqu'à la fusion. Lorsque le dégagement de  $\text{CO}_2$  est terminé, maintenir à 900° pendant une heure environ.

Cesser le chauffage et, à l'aide de pince en nickel, tourner le creuset pour répartir la masse en fusion sur toute la surface du creuset. Plonger alors le creuset dans de l'eau distillée froide, ce qui craquèle le culot, et facilite son extraction du creuset.

Porter le creuset dans un bécher de 600 cm<sup>3</sup> avec 100 cm<sup>3</sup> d'eau distillée chaude, et détacher toutes les particules adhérant aux parois et au couvercle. Si l'échantillon attaqué contient du chrome ou du manganèse, ne pas acidifier tant que le creuset est dans le bécher. Acidifier avec précaution par 100 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique et 20 cm<sup>3</sup> d'acide perchlorique, faire bouillir jusqu'à complète dissolution, et porter très doucement presque à sec (sur bain de sable) jusqu'à dégagement de fumées blanches.

Reprendre par de l'eau chaude (100 cm<sup>3</sup>), filtrer et laver soigneusement le résidu à l'acide dilué.

Calciner le résidu au four à moufle à 900°, et peser : il est constitué de la silice pure, blanche, de la prise d'essai.

Les autres éléments seront dosés dans le filtrat selon les méthodes décrites précédemment pour la solution perchlorique.

CALCULSPerte au feu

$P_1$  g = tare de creuset + 1 g d'échantillon

$P_2$  g = poids après calcination

$$\text{P.F. \%} = (P_1 - P_2) \cdot 100$$

Silice

P mg poids d'échantillon attaqué

RT mg poids du résidu total

I mg poids des insolubles

$$\text{SiO}_2 \text{ mg} = R - I$$

$$\text{SiO}_2 \% = \frac{\text{SiO}_2 \cdot 100}{P}$$

$$I \% = \frac{I \cdot 100}{P}$$

Calcium

P mg poids d'échantillon attaqué

n ml de permanganate

1 ml  $\text{KMnO}_4$  0,1 N = 2,005 mg  $\text{Ca}^{++}$

soit pour  $\text{KMnO}_4$  0,1 N

$$\frac{n \cdot 2,005 \cdot 250 \cdot 100}{50 \cdot P} \times \frac{\text{Ca O}}{\text{Ca}}$$

$$\frac{\text{Ca O}}{\text{Ca}} = 1,4$$

Ca

$\text{Ca O \%} = \frac{1403,5 \cdot n}{P}$
---

Magnésium

P mg poids d'échantillon attaqué  
 n ml d'EDTA pour l'échantillon  
 T ml d'EDTA pour 10 mg Mg (Témoin)

$$\frac{10 \cdot n \cdot 250 \cdot 100 \cdot \text{MgO}}{T \cdot 50 \cdot P} \cdot \text{Mg}$$

$$\frac{\text{MgO}}{\text{Mg}} = 1,658$$

Mg

soit  $\text{MgO \%} = \frac{8290 \cdot n}{T \cdot P}$

Titane

P mg poids d'échantillon attaqué  
 n mg/l lecture au colorimètre

$$\frac{n \cdot 10 \cdot 100 \cdot 250 \cdot 100 \cdot \text{TiO}_2}{1000 \cdot 50 \cdot 50 \cdot P} \cdot \text{Ti}$$

$$\frac{\text{TiO}_2}{\text{Ti}} = 1,668$$

Ti

$\text{TiO}_2 \% = \frac{166,8 \cdot n}{P}$

Aluminium

Pmg poids d'échantillon attaqué  
 D dilution préalable de la solution perchlorique (en général  $\frac{5}{250}$ )  
 p ml prise pour la colorimétrie (en général 5 ml)  
 n mg/l lecture au colorimètre

$$\frac{n \cdot 50 \cdot 250 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 5 \cdot 5 \cdot P} \times \frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Al}_2}$$

$$\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Al}_2} = 1,889$$

Al<sub>2</sub>

$\text{Al}_2\text{O}_3 \% = \frac{2 \ 361 \cdot n}{p \cdot D \cdot P}$

Chrome

P mg poids d'échantillon attaqué

n ml de Fe II pour l'échantillon

T ml de Fe II pour 2 mg Cr (Témoïn)

$$\frac{2 \cdot n \cdot 250 \cdot 100}{T \cdot 20 \cdot P} \cdot \frac{\text{Cr}_2\text{O}_3}{\text{Cr}_2}$$

$$\frac{\text{Cr}_2\text{O}_3}{\text{Cr}_2} = 1,46$$

$$\text{Cr}_2\text{O}_3 \% = \frac{3650 \cdot n}{T \cdot P}$$

Fer

P mg poids d'échantillon attaqué

D dilution préalable de la solution perchlorique

n mg/l lecture au colorimètre

$$\frac{n \cdot 25 \cdot 250 \cdot 100}{100 \cdot D \cdot p \cdot P} \cdot \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3}{\text{Fe}_2}$$

$$\frac{\text{Fe}_2\text{O}_3}{\text{Fe}_2} = 1,43$$

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 \% = \frac{894 \cdot n}{p \cdot D \cdot P}$$

Manganèse

P mg poids d'échantillon attaqué

n mg/l lecture au colorimètre après soustraction du jaune du violet

$$\frac{n \cdot 50 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 20 \cdot P} \cdot \frac{\text{Mn O}_2}{\text{Mn}}$$

$$\frac{\text{Mn O}_2}{\text{Mn}} = 1,58$$

$$\text{Mn O}_2 \% = \frac{98,75 \cdot n}{P}$$

Nickel

P mg poids d'échantillon attaqué  
 p ml prise pour la colorimétrie  
 n mg/l lecture de la colorimétrie

$$\frac{n \cdot 100 \cdot 250 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot p \cdot 50 \cdot P} \cdot \frac{\text{NiO}}{\text{Ni}}$$

$$\frac{\text{NiO}}{\text{Ni}} = 1,273$$

$\text{NiO \%} = \frac{15912 \cdot n}{p \cdot P}$
---

BIBLIOGRAPHIEBENNET, H - HAWLEY, W.G. - 1965

Methods of silicate Analysis  
Academic Press London and New York

CHARLOT, G. - 1964

Les méthodes de la Chimie Analytique - Analyse quantitative  
minérale  
Masson - Paris

CHARLOT, G. - 1964

Colorimétrie  
Masson - Paris

GRILLOT, H. - 1957

Analyse chimique des roches et des eaux  
Mémoire - B.R.G.M., n° 20 - Paris.

GRILLOT, H., BEGUINOT, J., BOUCETTA, M., ROUQUETTE, C., SIMA, A. - 1964

Méthode d'analyse quantitative appliquée aux roches et aux  
prélèvements de la prospection géochimique  
Mémoire B.R.G.M., n° 30 - Paris.

GROWES, A.W. - 1951

Silicate analysis  
G. Allen and Unwin Ltd - London.

LAUNAY, J. - 1966

Méthodes d'études et d'analyses chimiques des sédiments marins  
Rapport inédit ORSTOM - Nouméa.

LAUNAY, J., TRESCASES, J.J. - 1968

Analyse chimique des sols ferrallitiques et des sédiments ma-  
rins de Nouvelle-Calédonie  
Rapport inédit ORSTOM - Nouméa



MORET, J. - 1965

Contribution à l'analyse des latérites nickélifères et à l'analyse du mélange Fe, Ni, Co, Al, Cr, Mn, Si, Mg, Ca.  
Fondation C.E.R.G.A. - rapport inédit.

PASCAL, P.

Nouveau traité de chimie minérale  
Masson - Paris.

PINTA, M. - 1962

Recherches et dosage des éléments traces  
Dunod - Paris

SEGALEN, P. - 1964

Le fer dans les sols  
ORSTOM - Initiations - Documentations techniques.

TRESCASES, J.J. - 1965

Méthodes d'analyse des eaux drainant les massifs de péridotites de Nouvelle Calédonie  
Rapport inédit - ORSTOM - Nouméa.

VALENCE, G., MARQUES, S. - 1967

Les latérites de Nouvelle Calédonie - Méthode rapide de dosage des principaux éléments  
Chimie analytique - vol. 49, n° 5, p. 275-286.

VOINOVITCH, J.A., DEBRAS-GUEDON, J., LOUVRIER, J. - 1962

L'analyse des silicates  
Hermann - Paris.