

DOSAGE RAPIDE DU MAGNESIUM DANS LES ILMENITES PAR MICROREFLECTOMETRIE

Bernard CERVELLE et Claude LEVY

Laboratoire de Minéralogie, Cristallographie  
associé au C.N.R.S., Faculté des Sciences de PARIS

et René CAYE

Direction du Service Géologique National,  
B.R.G.M., ORLEANS.

## RESUME

Une méthode rapide et un appareil simple sont proposés pour la détermination de la teneur en magnésium d'échantillons microscopiques d'ilménites.

Fondée sur la proportionnalité entre le pouvoir réflecteur et le pourcentage de MgO des termes de la série ilménite-geikielite, cette méthode est précise, rapide, peu onéreuse et non destructive. Servie par un appareil très simple, le "magnésiomètre" (Brevet B.R.G.M. numéro 1553 106), utilisable dans un laboratoire de terrain, elle peut être pratiquée par un personnel non spécialisé. Cet appareil trouve des applications dans la détection des ilménites provenant de kimberlites, et de manière plus générale, dans tout autre domaine où la variation de composition chimique d'un matériau entraîne une variation proportionnelle des propriétés optiques, tel qu'en pétrologie, minéralogie, métallogénie et métallurgie.

## INTRODUCTION

On sait que la recherche des gisements diamantifères est faite, en général, à l'aide de méthodes indirectes. En raison de la très faible teneur en diamant des roches qui le contiennent et même des alluvions issues de ces dernières, la prospection alluvionnaire, notamment, ne peut être axée sur ce minéral dont la probabilité de rencontre est trop faible. La prospection est donc orientée sur la recherche des minéraux "satellites" du diamant, c'est-à-dire de minéraux qui lui sont associés en quantité plus importante dans les roches où il s'est mis en place, et dont la probabilité de rencontre dans les alluvions est donc beaucoup plus forte. Ces "satellites", en plus de leur fréquence relativement élevée, doivent présenter, pour être des indicateurs valables, des caractéristiques minéralogiques spécifiques des roches diamantifères auxquelles ils appartiennent. Les géologues ont ainsi retenu, comme satellites les plus caractéristiques, une variété de pyroxène - le diopside chromifère -, une variété de grenat - la pyrope chromifère -, et une variété d'ilménite, dite "ilménite magnésienne" considérée comme "l'accompagnateur spécifique du diamant le plus constant, le plus fréquent et le plus abondant" (M. BARDET, 1863).

Les "ilménites" au sens large, constituent des séries de formule générale  $R\text{TiO}_3$ , dans lesquelles R peut être Fe, Mg, Mn et ... La crichtonite -  $\text{FeTiO}_3$  - et la geikielite -  $\text{MgTiO}_3$  - représentent les termes extrêmes de la série la plus commune entre lesquels existe une miscibilité complète. Dans cette série, l'ilménite des kimberlites se caractérise par une teneur en MgO de l'ordre de 10 % (de 8 à 12 % selon les auteurs) (BOBRIEVITCH 1957, NIXON 1960, BARDET 1969). Il ne nous appartient pas de discuter ici si cette teneur représente effectivement la condition nécessaire et suffisante pour que le minéral soit d'origine kimberlitique : nous avons seulement constaté qu'en prospection, un échantillon présentant une telle teneur constitue un indice suffisant pour déclencher une recherche de kimberlite dans la région où on l'a trouvé. En conséquence, nous parlerons par la suite d'ilménite "magnésienne" plutôt que d'ilménite kimberlitique.

L'ilménite est un minéral très répandu dans les roches, notamment dans les schistes métamorphiques et elle représente donc un constituant fréquent et important des concentrés alluvionnaires. Les corps kimberlitiques qui affleurent que sur des surfaces restreintes, libèrent très peu d'ilménite, par érosion, par rapport aux roches qui les entourent. Un concentré alluvionnaire pourra donc contenir seulement quelques grains d'ilménite magnésienne, associés à de très nombreux grains d'ilménite banale. La teneur moyenne en MgO d'un tel concentré - même débarrassé des minéraux autres que l'ilménite - est pratiquement la même que celle d'un concentré à ilménite banale et l'analyse chimique globale ne permet évidemment pas d'y décaler l'ilménite magnésienne.

De manière générale, les concentrés alluvionnaires recueillis pour la prospection du diamant font simplement l'objet d'un examen visuel. Si certains des spécialistes qui effectuent cet examen sont réellement à même de reconnaître l'ilménite magnésienne à son faciès (couleur, aspect de la cassure, etc.), la méthode n'en est pas moins subjective et peut donc toujours être entachée d'erreur, quelle que soit la valeur des spécialistes qu'il n'est nullement question d'incriminer ici. Pour devenir définitif, l'examen visuel doit au minimum être complété par une méthode objective, indépendante de l'observateur, et pouvant être appliquée sur chaque grain supposé être d'ilménite magnésienne ou même sur chaque grain des concentrés.

Le microsonde électronique semblait toute indiquée pour obtenir la composition de chacun des grains - et nous l'avons utilisée - mais pour des raisons d'ordre économique, il s'est avéré impossible de l'utiliser systématiquement : pour effectuer les calculs de corrections (d'autant plus nécessaires que la différence de numéro atomique <sup>entre</sup> Mg et Ti-Fe est considérable) il faut doser tous les éléments contenus dans le minéral et le prix de revient d'une telle analyse devient prohibitif.

#### PROPRIETES PHYSIQUES DE L'ILMENITE

Il semblait possible d'utiliser la variation des propriétés physiques de l'ilménite en fonction de sa composition pour essayer d'aboutir, par une mesure précise de ces propriétés, à une analyse indirecte du minéral. La substitution du fer par le magnésium dans le ~~réseau~~ de l'ilménite introduit, en effet, des variations certaines dans sa densité, sa susceptibilité magnétique, ses paramètres cristallins, etc. Des essais ont ainsi été effectués pour sélectionner "l'ilménite magnésienne" par immersion en milieu dense, séparation électromagnétique, etc., ou pour identifier des grains déjà triés par étude radiocristallographique ou par analyse par voie sèche.

Les résultats obtenus ont été peu concluants, soit parce que certaines méthodes étaient difficiles à mettre en oeuvre, (obtention de liquides de très haute densité) soit parce qu'elles manquaient de sélectivité (séparation électromagnétique, rayons X) (CERVELLE 1966, FRANCESSON 1962).

Parmi les nombreuses propriétés des minéraux, encore peu étudiées, on pouvait espérer, par contre, que la variation d'absorption due à la variation de la teneur en fer amènerait à une variation importante du pouvoir réflecteur de ces minéraux. Dans le cas où cette variation se serait montrée effectivement assez importante pour qu'il soit possible d'établir une corrélation entre le pouvoir réflecteur et la teneur en Mg de l'échantillon, la mesure de cette propriété optique (faite par l'intermédiaire d'un microscope, et donc applicable à des grains microscopiques) pouvait être utilisée comme méthode d'analyse ponctuelle indirecte, au même titre que la méthode d'analyse par microsonde électronique. La première approche consistait donc en l'établissement systématique des

propriétés optiques quantitatives des ilménites de la série crichtonite-geikielite.

### POUVOIR REFLECTEUR

Le pouvoir réflecteur d'un minéral est le rapport entre l'intensité d'un faisceau lumineux réfléchi par la surface spéculaire (section polie) d'un échantillon et l'intensité du faisceau incident ( $R = \frac{I}{I_0}$ ). Il varie avec l'angle d'incidence et il est mesuré en principe à l'aide des microscopes métallographiques polarisants sous l'incidence normale ( $i = 0^\circ$ ).

Le pouvoir réflecteur varie avec la longueur d'onde et sa mesure effectuée dans différentes radiations du spectre visible permet d'aboutir à l'établissement d'une courbe de dispersion des pouvoirs réflecteurs. Dans le cas où le faisceau incident est polarisé, toute section d'un minéral anisotrope présente 2 pouvoirs réflecteurs principaux à partir desquels il est possible, dans certains cas, de retrouver les pouvoirs réflecteurs absolus du minéral (C. LEVY, 1967).

L'appareillage nécessaire à l'établissement des pouvoirs réflecteurs d'un minéral est un microréfectomètre. Sans en donner ici une description détaillée, on peut rappeler qu'il comprend, schématiquement, une source lumineuse stabilisée, un monochromateur, un microscope métallographique polarisant, un photomultiplicateur lui-même alimenté par une haute tension stabilisée, et un appareil de mesure galvanométrique ou potentiométrique. La complexité d'un tel appareillage peut faire penser, *a priori*, que la méthode de mesure des pouvoirs réflecteurs est inapplicable en prospection, mais on verra qu'il n'en est rien : la connaissance des propriétés optiques de l'ilménite a permis de construire un appareil très simple, car il ne fait qu'utiliser les résultats déjà établis par le microréfectomètre ; cet appareil dit "magnésiomètre" (brevet B.R.G.M. n° 1 553 106, du 2-12-68) permet à un personnel peu spécialisé d'obtenir directement la teneur en Mg d'un grain d'ilménite microscopique.

## I - ETABLISSEMENT DES COURBES DE DISPERSION DES POUVOIRS REFLECTEURS DES ILMÉNITES DE LA SÉRIE CRICHTONITE-GEIKIELITE

### a) Composition chimique

Après un polissage très soigné, 13 échantillons représentant des termes régulièrement répartie  $(Fe, Mg)TiO_3$  de la série continue ilménite-geikielite ont été analysés par voie non destructive à la microsonde électronique.

Les résultats de ces analyses sont exprimés dans le tableau 1.

### b) Mesure des pouvoirs réflecteurs

Les plages analysées ont été repérées sur chaque section polie, et des mesures de pouvoirs réflecteurs ont été faites sur ces mêmes plages. L'ilménite se prête très bien à de telles mesures : la dureté, et la cohésion de ce minéral permettant un polissage reproductible d'excellente qualité. Cette qualité qui est nécessaire pour établir les propriétés optiques des différents termes de la série, a été obtenue par l'utilisation d'une méthode de polissage au diamant dérivée de celle de MALLIMOND (1960) ; par contre, nous verrons plus loin que l'exploitation des résultats obtenus pour déterminer la teneur en Mg des échantillons est indépendante de la méthode de polissage utilisée.

L'ilménite, rhomboédrique, est un minéral uniaxe : il s'en suit que celui des deux pouvoirs réflecteurs principaux qui correspond à la vibration ordinaire de l'onde lumineuse ( $R_w$ ) est constant pour une  $\lambda$  donnée quelle que soit l'orientation de la section cristalline étudiée (J. CERVELLE, 1966).

Dans le cas de l'ilménite, uniaxe négatif, on trouve  $R_w$  en recherchant, par simple rotation de la platine du microscope, le pouvoir réflecteur maximum présenté par toute plage monocristalline montée en section polie, sans qu'il soit donc nécessaire d'en connaître l'orientation. Il sera fait mention, dans la suite de cette étude consacrée à la variation du pouvoir réflecteur en fonction de la composition, de ce seul pouvoir réflecteur  $R_w$ , constant pour un terme donné (et pour une longueur d'onde donnée).

TABLEAU I : COMPOSITION CHIMIQUE DES ILMENITES

$\% \text{ oxydes}$ / $n^{\circ}$	1	2	3	7	16	21	26	29	33	34	35	3	39
TiO <sub>2</sub>	50,6	51	60,6	60,3	46	51,4	51,6	47	48	47,4	60,5	66,5	65,5
FeO et Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36	36	8	27,1	49,7	48	45,6	47,4	43,7	41,4	30	3,85	12,7
MgO	10,2	10,4	25,7	15,6	-	-	-	5,35	7,3	10	11,4	29,4	24
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,1	1,75	-	-	-	-	-	-	tr	tr	tr	-	-
MnO	-	-	-	-	3,9	4,65	3,2	0,30	0,26	0,39	-	-	-
TOTAUX	96,9	99,15	101	102	99,7	102,05	100,4	100,05	99,26	99,19	101,9	99,75	102,2

La méthode de mesure utilisée, désormais classique (ORCEL, 1935) consiste à substituer dans la microréflectométrie, dont on trouvera par ailleurs la description détaillée (C. LEVY, 1967), les échantillons inconnus à un étalon de pouvoir réflecteur connu. L'étalon était constitué par une section basale de SiC, elle-même étalonnée par rapport à un étalon international de SiC fourni par la Commission of Ore Microscopy de l'Association Internationale de Minéralogie, et dont les pouvoirs réflecteurs avaient été mesurés par une méthode absolue (BOWIE, 1967). Les mesures ont été effectuées dans l'air (objectif X 16, d'ouverture numérique 0,40) en jalonnant tous les 20nm la partie du spectre visible comprise entre 420 nm et 620 nm. La précision dans la reproductibilité des mesures était de 1 % relatif.

### C) Résultats obtenus

La figure 1 présente les courbes de dispersion des pouvoirs réflecteurs  $R_w$  pour des échantillons choisis parmi ceux qui ne contenaient que le fer et le magnésium comme éléments majeurs.

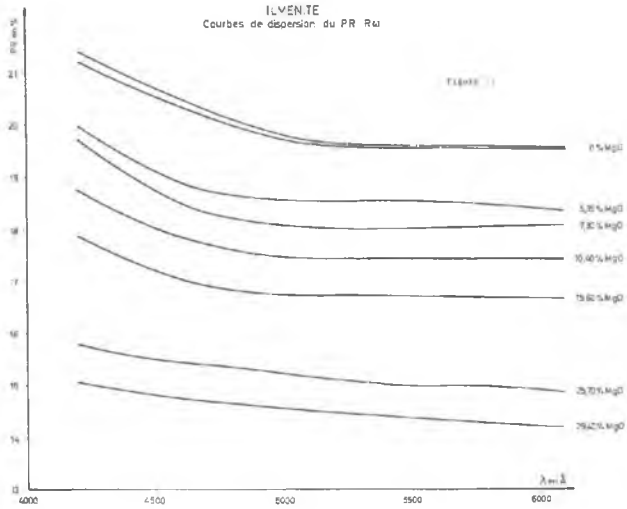
### d) Discussion des résultats

1 - La première constatation qui s'impose est qu'entre 450 et 600 nm, le pouvoir réflecteur d'une ilménite quelconque est pratiquement constant : il n'y a pas de dispersion du pouvoir réflecteur dans ce domaine de longueur d'onde qui correspond à la partie médiane du spectre visible, pour laquelle les réflectomètres sont les plus sensibles.

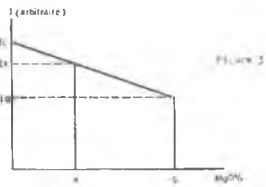
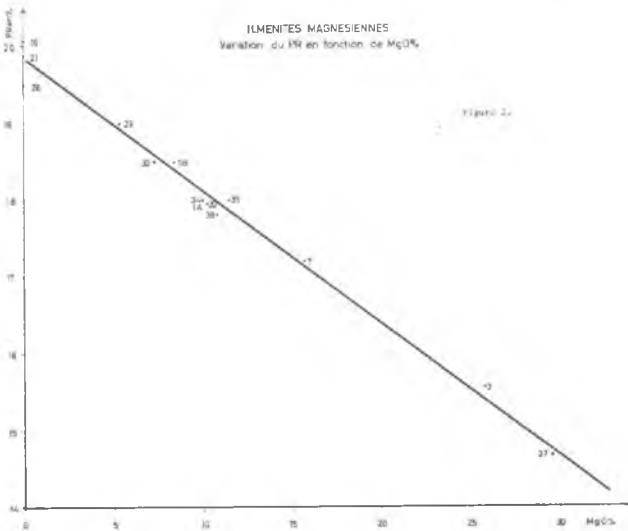
Puisque le pouvoir réflecteur est pratiquement égal dans toute radiation appartenant à ce domaine, il peut être indifféremment mesuré dans chacune d'entre elles ou bien dans l'ensemble de ces radiations simultanément, c'est-à-dire en "lumière blanche". La conséquence pratique importante de cette observations réside dans le fait qu'il ne sera pas nécessaire pour exploiter ces résultats, de disposer d'une source monochromatique : il suffira d'une simple source de lumière blanche.



ILMENTE  
 Courbes de dispersion du PR Ru



ILMENTES MAGNÉSIENNES  
 Variation du PR en fonction de MgO%



Une conséquence secondaire, non moins importante, en découle : comme l'intensité du faisceau de lumière blanche est de beaucoup supérieure à celle d'un faisceau monochromatique, le photomultiplicateur et son alimentation à haute tension pourront être remplacés par un récepteur beaucoup moins sensible et plus simple, tel qu'une cellule photoélectrique.

2 - La seconde constatation fait apparaître une diminution du pouvoir réflecteur ordinaire  $R_w$  pour une augmentation du pourcentage de magnésium entrant dans la composition de l'ilménite.  $R_w$  est de l'ordre de 14 % pour une geikielite pure  $MgTiO_3$ , il augmente régulièrement jusqu'à 20 % pour une crichtonite pure  $FeTiO_3$ . Entre ces deux termes extrêmes, la variation de  $R_w$  en fonction de  $MgO$  % est linéaire, comme le montre la figure 2.

La présence d'éléments autres que  $Fe^{2+}$  et  $Mg^{2+}$  n'entraîne pas de modifications fondamentales de cette loi : le chrome et le manganèse - immédiatement voisins du fer dans la charte périodique des éléments - ont une action équivalente à celle du fer sur les propriétés de réflexion de ces minéraux et peuvent lui être assimilés.

La conséquence de ces diverses observations est qu'il n'a pas été nécessaire, pour connaître la teneur en magnésium d'une ilménite, d'en mesurer le pouvoir réflecteur vrai par rapport à un étalon absolu. Il suffit de comparer l'intensité du faisceau réfléchi par l'échantillon inconnu à celle du faisceau réfléchi par une ilménite de composition connue. Il ne sera donc pas nécessaire de disposer d'un étalon même secondaire, de pouvoir réflecteur connu.

#### e) Conclusion partielle

Compte tenu de ces résultats, on pouvait donc prévoir qu'il serait possible, pour connaître la teneur en magnésium d'une ilménite, de comparer directement en lumière blanche l'intensité du faisceau réfléchi par une ilménite inconnue à l'intensité du faisceau réfléchi par une ilménite étalon, à l'aide d'une cellule photoélectrique placée sur l'oculaire d'un microscope à réflexion.

Cette possibilité a été vérifiée par des séries de mesures effectuées sur un appareillage très simple dit "magnésiomètre" dont le principe, la réalisation

et la méthode d'emploi vont être décrits ci-dessous.

## II - DOSAGE RAPIDE DU MAGNESIUM DANS LES ILMÉNITES A L'AIDE DU "MAGNESIOMETRE"

### a) Principe de la mesure

On a vu que la variation du pouvoir réflecteur  $R_w$  des ilménites en fonction de leur teneur en Mg est linéaire et qu'il est donc possible de substituer à la fonction  $R_w = f(\text{Mg})$ , la fonction  $I_w = f(\text{Mg})$  qui lui est directement proportionnelle,  $I_w$  étant l'intensité du faisceau réfléchi par l'échantillon poli. Pour tracer la droite représentant cette dernière fonction, il suffit de mesurer les intensités des faisceaux respectivement réfléchis par les 2 termes extrêmes de la série crichtonite-geikielite et de porter ces valeurs sur un graphique (fig. 3) dont l'axe des ordonnées représente les intensités (en unités arbitraires) et l'axe des abscisses, les teneurs en Mg (en % pondéral de  $\text{MgO}$ ).

Soit :  $x$  la teneur en  $\text{MgO}$  de l'échantillon à doser,

$g$  la teneur en  $\text{MgO}$  de la geikielite,

$I_x$  l'intensité du faisceau réfléchi par l'échantillon de teneur inconnue,

$I_g$  l'intensité du faisceau réfléchi par la geikielite,

$I_c$  l'intensité du faisceau réfléchi par la crichtonite.

On voit immédiatement que :

$$\frac{g}{g-x} = \frac{I_c - I_g}{I_x - I_g} \quad (1)$$

D'où l'on tire aisément la valeur de  $x$  :

$$x = g \left( \frac{I_c - I_x}{I_c - I_g} \right) \quad (2)$$

selon un processus analogue à celui utilisé dans la méthode de la double pesée de GAUSS.

Remarques :

1 - La fonction  $I_w = f(\text{MgO})$  étant linéaire, il n'est pas nécessaire, en principe, que les échantillons de teneurs  $c$  et  $g$  représentent exactement les termes extrêmes de la série crichtonite geikielite. Il est, néanmoins, préférable qu'ils possèdent les teneurs en MgO les plus éloignées possible, de façon à ce que les valeurs expérimentales de  $I_c$  et  $I_g$  soient également les plus éloignées possible, ce qui accroît la précision obtenue dans l'établissement du rapport  $\frac{I_c - I_x}{I_c - I_g}$ . Par ailleurs, si la teneur en MgO de l'échantillon de crichtonite n'est pas nulle, il faut, évidemment remplacer dans la formule (1) l'expression  $g$  par  $g-c$  et, l'expression de  $x$  devient plus compliquée.

2 - La relation (2) reste valable quelle que soit la pente de la droite. Autrement dit, la pente étant fonction de la sensibilité du récepteur, n'importe quelle cellule photoélectrique peut être utilisée à condition que sa réponse soit proportionnelle au flux lumineux reçu et que sa sensibilité soit suffisamment grande pour permettre d'obtenir des valeurs de  $I_c$ ,  $I_x$  et  $I_g$  suffisamment écartées.

3 - L'étude des différentes causes d'erreur affectant, en général, les mesures microphotométriques, permet de conclure que, dans cette méthode simple de dosage du magnésium, leur effet est nul ou négligeable.

Certaines d'entre elles (réflexions entre l'illuminateur et l'objectif, diffraction par le diaphragme de champ) introduisent une erreur constante qui a pour effet de déplacer la droite  $I_c I_g$  parallèlement à elle-même. D'autres, (diffraction par le diaphragme de mesure) introduisent, à l'inverse, une erreur proportionnelle au pouvoir réflecteur de l'échantillon qui a pour effet de modifier la pente de la droite. Ainsi qu'on l'a vu précédemment, la relation (2) reste valable dans ces deux cas.

Un troisième type d'erreur (n'intervient d'ailleurs que pour certains types d'illuminateur) est dû aux réflexions multiples entre la surface polie de l'échantillon et l'objectif : l'erreur n'est, cette fois-ci, ni constante, ni proportionnelle. Son incidence est donc réelle, mais, sans entrer ici dans

le détail des travaux effectués à son sujet par CAPDECOMME (1938), PILLER (1967) et CAYE (1970), un calcul simple permet de constater que l'erreur maximale introduite dans la détermination de la teneur en MgO peut aboutir à une surestimation de 1 % (cas d'un échantillon dont la teneur est égale à  $\frac{C + g}{2}$ ). Cette erreur est d'ailleurs évitée dans l'emploi du magnésiomètre pour lequel un autre type d'illuminateur a été choisi.

b) Description du "magnésiomètre" (fig. 4)

La description du magnésiomètre construit au B.R.G.M. et qui a fait l'objet d'une prise de brevet (brevet n° 1 553 106) sera rapide, en raison de la simplicité de l'appareil. Son équipement de base (fig. 4) est constitué d'un microscopie-métallographique polarisant éclairé par une source blanche classique et surmonté d'une cellule photoélectrique dont la sensibilité et la linéarité ont été vérifiées. Il est accompagné d'un dispositif destiné à stabiliser la source lumineuse (qui doit rester stable pendant la durée des mesures) et surtout à permettre de lire directement, sur l'appareil de mesure gradué en conséquence, la teneur en MgO de l'échantillon à analyser.

Il est possible, en effet, de régler les différentes parties de l'appareillage de manière, que la différence des intensités des faisceaux réfléchis par la crichtonite et la geikielite ( $I_c - I_g$ , en unités arbitraires) s'exprime par un nombre de graduations du l'appareil de mesure, égal à la teneur en MgO de la geikielite (g en %). La relation (2) :

$$x = g \frac{I_c - I_x}{I_c - I_g}$$

devient alors simplement, si  $I_c - I_g = g$  :

$$x = I_c - I_x \quad (3)$$

Si on arrange, par ailleurs, grâce à un décalage d'origine, la valeur  $I_c$  à coïncider avec le zéro de l'échelle de mesure, la valeur  $I_x$  lue sur la graduation fournit immédiatement la teneur en MgO de l'échantillon analysé.

Remarque :

Pour pouvoir utiliser ce procédé extrêmement rapide, il est nécessaire que la crichtonite de référence ait une teneur nulle (ou négligeable) en MgO.

c) Mode opératoire

1 - Préparation des échantillons :

Les grains d'ilménite à analyser sont inclus dans un plastique durcissant, de façon à pouvoir être polis. Ils doivent être bien séparés au cours du montage afin de faciliter leur repérage pour la mesure. On peut utiliser n'importe quelle méthode de polissage, à condition d'appliquer la même méthode aux échantillons de référence et aux échantillons à analyser, qui doivent présenter, après polissage, le même état de surface.

2 - Etalonnage et mesure :

Les sections polies de crichtonite et de géikielite sont placées successivement sur la platine du microscope. Pour chacune d'entre elles, on cherche, par rotation de la platine la direction correspondant au pouvoir réflecteur maximum  $R_w$ , c'est-à-dire la direction pour laquelle les valeurs maximales  $I_c$  et  $I_g$  sont lues sur l'appareil de mesure.

La différence des intensités des faisceaux réfléchis par la crichtonite et la géikielite (en nombre de graduations de l'échelle de mesure) est ensuite rendue égale à la teneur en MgO (en %) de la géikielite.

Enfin, un décalage de l'échelle de l'appareil de mesure permet de faire coïncider  $I_c$  avec le zéro de cette échelle.

Il suffit alors de placer la section polie contenant les grains d'ilménite à analyser sur la platine du microscope et de chercher, par rotation de la platine, la déviation maximale de l'appareil de mesure pour chacun des grains. La graduation correspondant à chacune de ces déviations fournit directement la

teneur en MgO des grains analysés.

Remarque :

Il serait possible, en principe, d'étalonner une fois pour toutes le "magnésiomètre", mais il est préférable de répéter l'étalonnage avant toute série de mesures, le rendement de la source lumineuse (intensité, température de couleur, etc.) et la sensibilité de la cellule, pouvant varier avec le temps.

d) Précision des mesures

Une dizaine de grains d'ilménite dont la teneur en MgO avait été établie par le magnésiomètre ont été analysés à la microsonde électronique. Le tableau 2 permet de comparer les résultats obtenus par les deux méthodes.

La différence entre les teneurs établies est inférieure à 2 % en MgO ce qui permet au moins, de conclure que, compte tenu notamment des limites entre lesquelles est supposée varier la teneur en MgO des ilménites kimberlitiques (8 à 12 %), le magnésiomètre fournit une précision suffisante pour détecter ce minéral. Mais il n'est pas du tout établi que cette différence de 2 % correspond à une erreur introduite par l'emploi du magnésiomètre. Le dosage du magnésium dans les ilménites est particulièrement difficile à réaliser à la microsonde en raison des très forts coefficients de correction à apporter aux résultats expérimentaux dits "de première approximation" et la reproductibilité dans les analyses est de  $\pm 2$  % alors qu'elle est de  $\pm 1$  % pour le magnésiomètre.

Depuis la mise au point du magnésiomètre, plusieurs milliers de grains d'ilménite ont été analysés. De très nombreux contrôles ont été effectués sans qu'aucune des valeurs établies à ce jour ait pu être contestée.

e) Contrôle minéralogique

Il est bien évident que les résultats exposés ci-dessus ne sont valables que si la méthode est appliquée à des grains d'ilménite de la série crichtomite-gaikielita. Un examen visuel des grains montés en section polie, doit donc pré-

**TABLEAU II** : TABLEAU DE COMPARAISON DES TENEURS EN MgO DE DIFFERENTES ILMENITES, OBTENUES PAR MESURE DU PR ET A LA MICROSONDE ELECTRONIQUE.

N° échantillon	Division du Galvanomètre	% MgO $\pm$ 1 % à partir du PR	% MgO $\pm$ 2 % à la microsonde	Différence
Geikielite étalon	87	25,7 %	25,7 %	Etalon
23 divisions correspondant à 25,7 %				
Ilménite étalon	110	0 %	0 %	Etalon
39 A	91	21,3 %	23 %	1,7
39 B	90	22,4 %	24 %	1,6
39 C	90	22,4 %	24 %	1,6
39 D	91	21,3 %	23 %	1,7
34	101	10,1 %	10 %	0,1
1 A	100,5	10,8 %	10,2 %	0,4
1 B	102,5	8,4 %	8 %	0,4
2	100	11,2 %	10,4 %	0,8
26	110	0 %	0 %	0
7	97	14,5 %	15,6 %	1,1



céder les mesures, mais il faut se méfier des minéraux tels que la titanomagnétite, la colobotantalite, certains spinelles, etc. dont les propriétés optiques se rapprochent de celles des ilménites et que seul un œil très exercé est à même de distinguer. Des contrôles ultérieurs (par diagramme Debye-Scherrer, par exemple) sont parfois nécessaires, mais on peut ne les effectuer qu'a *posteriori* sur les grains dont les teneurs indiquent qu'ils présentent un intérêt particulier.

Il faut également vérifier (au besoin avec des objectifs à très fort grossissement) que la surface du minéral analysé (d'environ 250 microns de diamètre) ne contient pas d'exsolutions d'hématite, rutile, etc. qui fausseraient, évidemment, l'interprétation des mesures.

### III - APPLICATION PRATIQUE A LA DETECTION DE L'ILMENITE MAGNÉSIEUSE DANS LES CONCENTRÉS ALLUVIONNAIRES

L'analyse des ilménites au magnésiomètre est très rapide : une quinzaine de minutes suffisent (y compris pour l'étalonnage) pour mesurer la teneur en MgO de la quinzaine de grains normalement contenus dans une section polie. Une part importante du temps est consacrée au repérage des grains (au minimum pour s'assurer que tous auront bien été analysés) et une amélioration certaine du rendement pourrait être apportée par l'emploi de grandes sections parallélépipédiques dans lesquelles les grains pourraient être alignés selon un quadrillage précis.

Mais le rendement global de l'analyse est surtout influencé (comme pour toutes les méthodes de microanalyse de minéraux) par les préparations nécessaires pour extraire du concentré alluvionnaire, avant le montage en section polie, les grains d'ilménite à analyser (séparations granulométriques, densimétriques, magnétiques, électromagnétiques, etc., attaque préalable des grains qui pourraient être éliminés en raison d'une couverture étrangère, etc.)."

Jous remercions vivement A. PARFENOFF, Chef du Laboratoire des minéraux alluvionnaires au B.R.G.M., dont l'expérience acquise depuis de nombreuses années dans l'étude des concentrés alluvionnaires nous a été précieuse.

Par ailleurs, le temps consacré à l'analyse dépend de la quantité d'ilménite recueillie après toutes les préparations et du problème posé par la prospection. Si la quantité est faible, tous les grains peuvent être analysés. Si, à l'inverse, elle est très importante, plusieurs solutions peuvent être envisagées selon que l'on cherche à détecter à coup sûr "l'ilménite magnésienne" contenue dans un concentré, même si elle y est très rare, selon que l'on considère que la présence du minéral n'est intéressante que s'il existe dans le concentré en quantité importante, ou encore selon que l'on cherche seulement à contrôler la nature de minéraux déjà sélectionnés.

La solution la plus rigoureuse consiste à analyser tous les grains recueillis ; elle peut demander beaucoup de temps, mais constitue la méthode de détection la plus sûre. Une solution plus rapide consiste à quarter l'échantillon et à en analyser les grains d'une fraction espérée représentative, mais les problèmes posés par la représentativité d'une telle fraction font que la méthode n'est sûre que pour une teneur minimale en ilménite de l'échantillon. Une troisième solution consiste à trier à vue, sous la loupe binoculaire, les grains supposés être d'ilménite magnésienne, en prenant soin d'opérer de manière très large, de façon à englober, dans le tri, même les minéraux douteux et ne pas risquer d'éliminer *a priori* des grains du minéral recherché. Cette méthode que certains jugent la plus efficace, introduit une opération subjective dans un cycle jusqu'alors objectif et transforme, quelle que soit la compétence du "trieur", la méthode de détection en une méthode de contrôle d'échantillons sélectionnés. Des variantes nombreuses à ces solutions peuvent, évidemment, être trouvées en fonction des données géologiques, des résultats déjà obtenus par la prospection, des résultats déjà acquis par d'autres méthodes telles que la géochimie, etc.

Les possibilités offertes par l'emploi du magnésiomètre dans la prospection du diamant sont évidemment utilisables dans tout autre domaine, tel que la pétrologie, la métallogénie, etc. La méthode de dosage du MgO dans des grains d'ilménite microscopiques, à partir de la connaissance des propriétés optiques quantitatives de la série crichtonita-gaikielita, s'est avérée rapide et sûre : servie par un appareillage très simple, le magnésiomètre, utilisable dans un laboratoire de terrain, elle peut être pratiquée par un personnel ne disposant pas d'une formation particulière en photométrie, ni même en microscopie.

- BIBLIOGRAPHIE -

- BARDET M. (1963) - Note int. B.R.G.M.-DT 63 B 16.
- BARDET M. (1969) - Rep. Int. B.R.G.M. 69 SGL 206 GIT.
- BOBRIEVITCH A.P. (1957) - Diamants de Sibérie - Ed. Minist. Geol. U.R.S.S. Trad. MOROSSOF.
- BOWIE S.H.U. (1967) - Sec. Int. Sum. on quant. methods... Bensheim (Germany).
- CAPDECOMME L. (1938) - Bull. Soc. fr. Mineral. Cristallogr., 61, 5-118.
- CAYE R. (1970) - Bull. Soc. fr. Miner. Crist., sous presse.
- CERVELLE B. (1966) - Bull. B.R.G.M.
- FRANCESSON E.V. (1962) - Akad. Nauk. S.S.S.R., Sibirsk. Otdel., Geol. Geofiz., n° 6, p. 89-96, 2 fig., 2 tabl. - Trad. SIG, B.R.G.M., n° 4691, 8 p.
- HALLIMOND A.F. (1960) - Wenas Jb, Mineral, Abhdlg Dtsch., 94, 1441-1446.
- LEVY C. (1968) - Mem. B.R.G.M., n° 54.
- NIXON P.H. (1960) - Thèse, Univ. Leeds. G.B.
- ORCEL J. (1935) - Arch. Mus. nat. Hist. Nat., 12, 171-189.
- PILLER (1967) - Mineral. Mag. 36, 242-259.