

COMMISSARIAT A  
L'ENERGIE ATOMIQUE

**APPLICATION DE LA MICROANALYSE QUALITATIVE  
A LA DETERMINATION DES  
ESPECES SECONDAIRES D'URANIUM**



*par*

**H. AGRINIER**

PDF trouvé sur Internet, de mauvaise  
qualité à l'impression, remis  
en page par JJ Chevallier  
pour Mineralogie.fr.

09/2020.

PRÉSIDENCE DU CONSEIL

**COMMISSARIAT A L'ÉNERGIE ATOMIQUE**

**APPLICATION DE LA MICROANALYSE QUALITATIVE A  
LA DETERMINATION DES ESPECES SECONDAIRES D'URANIUM**

*par*

**H. AGRINIER**

Rapport CEA N° **1065**

**CENTRE D'ÉTUDES NUCLÉAIRES DE SACLAY**

**SERVICE DE DOCUMENTATION**

**Boite postale n° 2**

**Gif-sur-Yvette (S.-et-O.)**

## H. AGRINIER

Rapport CEA n° 1065

Applications de la microanalyse qualitative à la détermination des espaces secondaires d'uranium.

### Sommaire.

Les techniques de microanalyse décrites dans cet ouvrage permettent la détermination rapide des espèces secondaires, d'uranium. Elles consistent à mettre en évidence les éléments constitutifs des minéraux par des réactions microchimiques caractéristiques. En raison de leur rapidité et du peu de matériel qu'elles nécessitent, ces techniques peuvent être utilisées aussi bien sur le terrain qu'au laboratoire.

1958

## H. AGRINIER

Report CEA n° 1065

Applications of qualitative microanalysis to the determination of secondary species associated with uranium.

### Summary

The microanalytical techniques described in this paper allow rapid determinations of secondary species associated with uranium. They consist in exposing the constituent elements of the ores by means of characteristic microchemical reactions. Because of their rapidity and the small amount of apparatus needed, these techniques can be used either in the field or in the laboratory.

1958

- RAPPORT C.E.A. n° 1065 -

# **Service de Minéralogie**

## **APPLICATION DE LA MICROANALYSE QUALITATIVE A LA DETERMINATION DES ESPÈCES SECONDAIRES D'URANIUM**

**par**

**H. AGRINIER**

**Février 1959**

## PRÉFACE

Le présent travail, réalisé par Henri AGRINIER (spécialiste en microanalyse chimique), constitue un chapitre additif de l'ouvrage de MM. J CHERVET et G BRANCHE : "Contribution à l'étude des minéraux secondaires d'uranium français" [2].

L'étude préliminaire de ces espèces étant terminée, il manquait, pour compléter ces travaux et former un ensemble cohérent, deux chapitres importants d'ordre pratique :

- la détermination des espèces secondaires d'uranium par application de la microanalyse qualitative, d'une part ;
- le comportement géochimique de ces espèces dans les massifs rocheux, les sols et les eaux, d'autre part.

Ce dernier travail est en cours de réalisation ; il fait l'objet de recherches de longue haleine et sera publié par MM. J. CHERVET et R. COULOMB.

Pour étudier les minerais d'uranium, il est nécessaire, au départ, d'être informé des propriétés physiques et de l'aspect macroscopique ou, le plus souvent, microscopique des minéraux constituant ces minerais.

Si parfois une simple détermination visuelle (loupe binoculaire) peut suffire, il n'en est pas de même pour les minéralisations mal individualisées ou offrant, à l'état bien cristallisé, des similitudes d'aspect ou de propriétés physiques.

Il est impossible, par exemple, de distinguer, à première vue, "l'Autunite" des minéraux du même groupe, la "Chalcolite" de la "Zeunérite", ainsi que la plupart des oxydes hydratés.

La microanalyse qualitative, méthode rapide et réalisable avec des moyens modestes, permet de combler ces lacunes et présente l'avantage de pouvoir être appliquée sur le terrain même.

Cette technique est appliquée depuis de nombreuses années au laboratoire de minéralogie, à la détermination des espèces secondaires d'uranium et de toutes les espèces en général. Elle a toujours donné d'excellents résultats et a été à la base de nombreuses déterminations d'espèces uranifères secondaires nouvelles trouvées en France et en Union Française. La microanalyse qualitative figure d'ailleurs à la Sorbonne, au programme des travaux pratiques du certificat de minéralogie et, depuis deux ans, elle constitue l'essentiel des travaux pratiques de chimie, au "Centre de formation des élèves prospecteurs D.R.E.M."

Les photographies en couleurs ont été réalisées par M. A. DESTAS, photographe du Service de Minéralogie.

**J. CHERVET Chef du Service de Minéralogique.**

# APPLICATION DE LA MICROANALYSE QUALITATIVE

## A LA DÉTERMINATION DES ESPÈCES SECONDAIRES D'URANIUM

### INTRODUCTION

La microanalyse a pour objet de déterminer un minéral par la mise en évidence de ses éléments constitutifs. L'essai microchimique consiste à produire entre un élément inconnu en solution et un réactif donné, une réaction caractéristique par sa forme ou par sa couleur.

Nous allons conduire le travail de la manière suivante :

- 1° Description de l'appareillage et énumération des réactifs
- 2° Description de l'aspect des minéraux et étude de leur comportement à l'attaque.
- 3° Réactions microchimiques : elles pourront donner lieu :
  - à des précipités de forme et de couleur caractéristiques ;
  - à des précipités amorphes de couleur caractéristique ;
  - à des colorations spécifiques.

### APPAREILLAGE ET RÉACTIFS

1° Loupe binoculaire : elle permet l'examen et le prélèvement des échantillons ainsi que l'observation des précipités.

2° Platine chauffante : on utilise une platine de "Malassez".

3° Verres de montre : les réactions s'effectuent dans de petits verres de montre de 3 cm de diamètre.

4° Micropipettes : elles sont réalisées en étirant à la flamme des bouts de tube de verre de 5 mm de diamètre.

5° Micro-creusets de porcelaine (diamètre : 2 cm, hauteur : 3 cm).

6° Petites pinces "brucelles" ou fines aiguilles emmanchées pour prélever les échantillons.

7° Flacons, compte-gouttes, de 30 cm<sup>3</sup> pour les réactifs liquides.

8° Flacons de 5 cm<sup>3</sup> pour les réactifs solides.

9° Prélèvement de la prise d'essai :

- en raison de la petitesse des minéralisations uranifères secondaires et pour éviter d'introduire des corps étrangers (gangue, etc.), les prélèvements s'effectueront toujours sous la loupe binoculaire ;
- la quantité de la prise d'essai sera toujours à peu près identique, de la grosseur d'une à deux têtes d'épingle environ.

10° Attaque de la prise d'essai :

- tous les minéraux secondaires d'uranium sont solubles à chaud, dans l'acide nitrique 1/1. Nous étudierons en détail leur mode d'attaque et ce qui en résulte.

**Nota.** - Nous représentons chaque réaction par quelques photos.

## RÉACTIFS :

### Acides-bases

Acide nitrique 1/1 : 1 volume d'acide nitrique (D : 1,33) et 1 volume d'eau distillée.

Acide nitrique 1/10 : 1 volume d'acide nitrique et 9 volumes d'eau distillée. Acide chlorhydrique : D : 1,19. 3

Acide chlorhydrique 15 pour cent : 85 cm d'eau 3 distillée et 15 cm d'acide chlorhydrique (D : 1,19).

Acide sulfurique 1/5 : 1 volume d'acide sulfurique (D : 1,83) et 4 volumes d'eau distillée.

Acide sulfurique 1/100 : 1 volume d'acide sulfurique 1/5 et 19 volumes d'eau distillée.

Eau oxygénée 60 volumes : 1 volume d'eau oxygénée 110 volumes et 1 volume d'eau distillée.

Ammoniaque concentrée : D : 0,90.

### Solutions

Réactif tartromolybdique : eau distillée : 70 cm<sup>3</sup> , molybdate d'ammonium : 5 g, nitrate d'ammonium : 7,5 g, 3 acide tartrique : 15 g, acide nitrique D : 1,33 : 30 cm .

Réactif de Montéqui : faire dissoudre dans 100 cm d'eau distillée, 16 g de bichlorure de mercure et 18 g de sulfocyanure d'ammonium.

### Solides

Acide citrique, chlorure d'ammonium, phosphate disodique, acétate de calcium, chlorure de césium, iodure de potassium, sulfate de césium, chlorure de platine, ferrocyanure de potassium.

Une lampe à U.V. portative "*mineralight*" sera très utile pour examiner la fluorescence des minéraux.

---

## BILLIÉTITE

Oxyde d'uranium et de baryum hydraté.

**Aspect :** Ce minéral se présente le plus souvent en croûtes de couleur jaune ambré sans cristaux discernables et plus rarement en petits cristaux à contours arrondis.

Après dissolution et évaporation d'un petit fragment de croûte, dans deux gouttes d'acide nitrique 1/1, on examinera le résidu sec sous la loupe binoculaire. Ce résidu est composé de cristallites ou de cristaux octaédriques qui sont, en l'absence de plomb, caractéristiques du nitrate de baryum (photo n° 1).

## BECQUERELITE

Hydrate d'oxyde d'uranium

**Aspect :** Ce minéral ressemble beaucoup à la "Billiétite" ; il s'en différencie seulement -par l'absence de baryum. Cette particularité sera déjà suspectée après l'examen du résidu d'attaque nitrique.

Effectuer la réaction n° 13 et pour vérification la réaction n° 1 qui devra être négative.

## CURITE

Oxyde d'uranium et de plomb hydraté.

**Aspect :** Elle se présente, le plus souvent, en fines aiguilles ou en masses de couleur rouge orangé à orange.

Un petit fragment du minéral se dissout facilement à chaud dans deux gouttes d'acide nitrique 1/1. Après évaporation, la forme du résidu est caractéristique. Il est formé de dendrites de nitrate de plomb, en cristaux octaédriques presque identiques à ceux obtenus avec le baryum (photo n° 2).

Effectuer les réactions n° 2 et n° 13.

## BAYLEYITE

Carbonate double d'uranium et de magnésium.

**Aspect :** Se présente en croûtes cristallines dont la couleur varie du jaune blanchâtre au jaune citron. Le minéral fluoresce légèrement en vert aux U.V. À froid ; l'adjonction d'une ou deux gouttes d'acide nitrique 1/1 à un petit fragment de croûte provoque une forte effervescence suivie d'une décomposition du minéral. Cette effervescence est caractéristique de la décomposition d'un carbonate en présence d'acide.

Amener à sec et effectuer les réactions n° 4 et 13.

## Groupe de l'AUTUNITE

**Autunite :** phosphate hydraté d'uranium et de calcium.

**Uranocircite :** phosphate hydraté d'uranium et de baryum.

**Sabugalite :** phosphate hydraté d'uranium et d'aluminium.

**Saléite** : phosphate hydraté d'uranium et de magnésium. Ces quatre minéraux ont souvent des aspects très voisins et fluorescent vivement aux U.V. Seules les réactions microchimiques des cations Ca, Ba, Al et Mg permettront de les différencier.

**Nota.** - Il arrive très souvent que ces minéraux, tout en gardant leur forme, prennent une couleur brune ou rougeâtre. Ceci est dû à une transformation du minéral en limonite.

## AUTUNITE

**Aspect** : Se présente, le plus souvent, en lamelles carrées dont la couleur peut varier du jaune au vert. Dissoudre à chaud quelques lamelles du minéral dans deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec.

Effectuer les réactions n° 5, 6, 13 et 1 pour vérification.

## URANOCIRCITE

**Aspect** : Ce minéral est en tous points semblable à l'autunite. La seule différence réside dans la composition chimique.

Dissoudre à chaud quelques lamelles du minéral dans deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec.

L'examen du résidu d'attaque sous la forme binoculaire, fera suspecter la présence du baryum. Effectuer les réactions n° 5, 1, 13 et 6, pour vérification.

Remarque. Ces deux minéraux se rencontrent rarement à l'état pur. L'autunite contient toujours des traces plus ou moins importantes de baryum et l'uranocircite toujours des traces de calcium. Dans les deux cas, il sera intéressant de faire une recherche du cation supposé à l'état de trace. Il existe des cas où les quantités de baryum et de calcium sont équivalentes. Il s'agit, en l'occurrence, de cristaux mixtes.

## SABUGALITE

Elle se présente généralement en cristaux allongés, orientés perpendiculairement, l'ensemble ayant l'aspect d'un tamis. Le minéral est de couleur jaune clair, à éclat nacré.

Prélever un peu plus de minéral que lors des réactions précédentes (le double environ), dissoudre à chaud dans trois gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec.

Effectuer les réactions n° 5, 7, 13.

## SALEITE

**Aspect** : Se présente, le plus souvent, en lamelles allongées de couleur jaune citron.

Prélever la même quantité de minéral que pour la "Sabugalite".

Attaquer et effectuer les réactions n° 5, 4 et 13.

## BASSETITE

Phosphate hydraté de fer et d'uranium.

**Aspect :** Le minéral se présente sous forme de cristaux lamellaires aplatis à section carrée, mais le plus souvent allongés en rectangle. La couleur est généralement jaune ambré.

Prélever très soigneusement sous la loupe binoculaire quelques cristaux exempts de gangue. Placer le prélèvement dans un verre de montre, ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec. Le résidu d'attaque est très peu abondant et légèrement jaunâtre.

Effectuer les réactions n° 5, 13 et 8.

Le fer sera mis en évidence par le réactif "Montéqui" qui provoque en présence de cet élément la formation immédiate d'une belle coloration rouge sang de "sulfocyanure mercurique de fer". Dans le cas de la "bassetite" il est très important d'opérer sur des cristaux exempts de gangue car cette dernière, contenant toujours des quantités plus ou moins importantes de fer, pourrait fausser la détermination. Il sera également intéressant de faire des essais comparatifs de fer entre la "bassetite" et divers autres secondaires d'uranium exempts de gangue, pour noter la différence d'intensité de coloration.

## CHALCOLITE

Phosphate hydraté de cuivre et d'uranium.

**Aspect :** Le minéral est généralement cristallisé : lamelles carrées plus ou moins épaisses ou cristaux octogonaux. La couleur s'échelonne dans tous les tons de vert.

Dissoudre quelques lamelles dans deux gouttes d'acide nitrique 1/1, chauffer et amener à sec. La couleur verte du résidu d'attaque devra faire suspecter la présence de cuivre.

Effectuer les réactions n° 5, 8 et 13.

**Remarque.** - On trouve parfois des groupements intimes chalcopite—autunite. Dans ce genre de minéralisation, la chalcopite peut occuper, soit le centre des cristaux, soit la bordure. Ces cristaux sont fluorescents par suite de la présence d'autunite.

## RENARDITE

Phosphate basique hydraté d'uranium et de plomb.

**Aspect :** Se présente généralement en lamelles rectangulaires ou en croûtes microcristallines dont la couleur varie du jaune d'or au jaune verdâtre.

Après l'attaque nitrique du minéral, l'examen du résidu sous la loupe binoculaire fera soupçonner la présence de plomb (aspect dendritique, photo n° 2).

Effectuer les réactions n° 2, 5 et 13.

## PHOSPHURANYLITE

Phosphate basique hydraté d'uranium et de calcium.

**Aspect :** Petits cristaux lamellaires, rectangulaires, de couleur jaune ambré, ressemblant aux cristaux de "renardite".

Dissoudre à chaud quelques lamelles du minéral dans deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec.

Observer le résidu d'attaque sous la loupe binoculaire. L'absence de dendrites caractéristiques de nitrate de plomb, puis un essai microchimique du plomb, permettront de différencier les deux espèces.

Effectuer les réactions n° 2, 5, 6 et 13.

## URANOSPATHITE

Phosphate d'uranyle hydraté.

**Aspect :** Le minéral peut se présenter soit en prismes aplatis, souvent superposés les uns aux autres, et terminés par un dôme orthorhombique, soit en petits octaèdres. Les cristaux sont transparents ou translucides et ils sont en général de couleur jaune à jaune verdâtre. La fluorescence varie selon l'état d'hydratation.

Le minéral est soluble à froid dans l'acide nitrique 1/1 avec un faible dégagement gazeux.

Placer quelques fragments du minéral dans un verre de montre, ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et examiner sous la loupe binoculaire.

Amener à sec et effectuer les réactions n° 5 et 13.

On effectuera également la réaction n° 6 pour vérifier l'absence du calcium. On trouve quelquefois des traces de cet élément qui sont dues à des microcristaux "d'autunite" accolés aux cristaux "d'uranospathite".

## PARSONSITE

Phosphate anhydre de plomb et d'uranium.

**Aspect :** Se présente, le plus souvent, sous forme de gerbes ou de balais de petits cristaux aciculaires, d'une couleur allant du jaune pâle au brun.

Placer quelques cristaux dans un verre de montre et ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1.

Examiner sous la loupe binoculaire : les cristaux perdent instantanément leur couleur et deviennent blanchâtres ; au bout de quelques minutes, les cristaux sont complètement détruits et sont remplacés par de petits amas de cristaux octaédriques de nitrate de plomb.

Amener à sec, examiner la forme du résidu (nitrate de plomb) et effectuer les réactions n° 2, 5 et 13.

## ZEUNERITE

Arséniate hydrate de cuivre et d'uranium.

**Aspect :** Cristaux de couleur vert d'herbe à vert émeraude ressemblant aux cristaux de "chalcolite".

Placer quelques cristaux dans un verre de montre, ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec : la couleur verte du résidu d'attaque fera suspecter la présence de cuivre.

Effectuer les réactions n° 8, 9, 13 et 5 (phosphore) pour vérification : en effet, des traces plus ou moins importantes de phosphore sont toujours présentes dans la "zeunérite".

## NOVACEKITE

Arséniate hydraté d'uranium et de magnésium.

**Aspect :** Se présente en agrégats de lamelles allongées, de couleur jaune clair. Les cristaux ressemblent à ceux de la "saléite" et fluorescent aux U.V.

Mettre quelques fragments du minéral dans un verre de montre, ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec.

Effectuer les réactions n° 4, 9, 13.

## CARNOTITE et TYUYAMUNITE

**Aspect :** Ces deux minéraux se présentent généralement sous forme d'agrégats microcristallins ou d'enduits pulvérulents, de couleur jaune citron. Ces deux espèces ayant des caractères physiques presque identiques ne diffèrent que par leur composition chimique.

La CARNOTITE est un vanadate hydraté d'uranium et de potassium.

La TYUYAMUNITE est un vanadate hydraté d'uranium et de calcium.

Les réactions microchimiques du "potassium" et du "calcium" permettront, seules, d'identifier et de différencier ces deux minéraux.

Faire évaporer dans un verre de montre quelques fragments du minéral avec deux gouttes d'acide nitrique 1/1, amener à sec et examiner : la couleur brun rouge du résidu d'attaque fera, suspecter la présence du vanadium (voir photo n° 3, planche en couleur).

Effectuer les réactions n° 10, 11, 6 et 13.

## SENGIERITE

Vanadate de cuivre et d'uranium basique hydraté

**Aspect :** Croûtes mamelonnées et enduits pulvérulents, vert jaunâtre à vert clair. Placer quelques fragments de croûte dans un verre de montre et ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1.

Amener à sec : la coloration brun rouge du résidu fera soupçonner la présence du vanadium.

Effectuer les réactions n° 10, 8, 13.

## FRANCEVILLITE

**Aspect :** Se présente, soit en masses jaune citron à jaune orangé plus ou moins pulvérulentes, soit en groupes de cristaux jaune brillant à éclat gras accolés les uns aux autres.

Mettre un peu de poudre ou quelques cristaux dans un verre de montre et ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1.

Amener à sec : la couleur brun rouge du résidu d'attaque fera soupçonner la présence du vanadium.

Examiner le résidu sous la loupe binoculaire : la présence de dendrites caractéristiques fait soupçonner la présence du plomb ou du baryum (voir photo n° 3, planche ei: couleur).

Effectuer les réactions n° 1, 2, 10 et 13.

### Remarques.

- a) Nous avons rencontré deux fois, en France, le même type de minéralisation, mais ne contenant pas de plomb ;
- b) En étudiant des échantillons de "francevillite" nous avons trouvé un vanadate d'uranium hydraté ne contenant ni plomb, ni baryum ;
- c) Ce minéral se présente sous forme de cristaux tabulaires, à section losangique de couleur jaune vif, en implantation dans le grès.
- d) Il est à noter que c'est l'absence d'un résidu de nitrate de plomb ou de baryum, après l'attaque, qui nous a permis ensuite de différencier ce minéral de la "francevillite" .

**Nota.** - En présence de vanadium à la valence 5 + (vanadate), l'acide chlorhydrique provoque la formation immédiate d'anhydride vanadique ( $V_2O_5$ ) de couleur rouge brique. La coloration due à ce complexe dure quelques minutes, puis passe au jaune clair par suite de la formation du cation ( $VO_2^+$ ).

La première de ces propriétés permettra de diagnostiquer très rapidement les "vanadates".

## KASOLITE

Silicate de plomb et d'uranium hydraté.

**Aspect :** Se présente, le plus souvent, en agrégats fibroradiés de couleur jaune à brun et parfois en nodules ambrés à terminaisons aciculaires.

Mettre quelques fragments dans un verre de montre, ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et examiner sous la loupe binoculaire.

Le minéral se désagrège rapidement, laissant apparaître sa structure fibreuse ; en même temps, il se produit un léger dégagement gazeux.

Amener à sec et examiner le résidu d'attaque : on remarque des dendrites caractéristiques de nitrate de plomb prenant, assez souvent, des formes spiralées. Les dendrites sont emprisonnées dans une croûte écaillée, d'aspect gélatineux, qui est le résidu de silice.

Si l'on ajoute une goutte d'acide nitrique 1/10 au résidu d'attaque, les dendrites se dissolvent mais on distingue encore le gel de silice.

Effectuer les réactions n° 2 et 13.

## CUPROSKLODOWSKITE

Silicate basique d'uranium et de cuivre hydraté.

**Aspect :** Se présente en croûtes et agrégats mamelonnés, de couleur vert clair, tirant sur le jaune.

Mettre quelques fragments de croûte dans un verre de montre et ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1.

Amener à sec : la couleur verte du résidu fait soupçonner la présence du cuivre et l'examen du résidu d'attaque, à la loupe binoculaire, permet de distinguer les formes caractéristiques d'un résidu de silice (photo n° 10).

Effectuer les réactions n° 8 et 13.

## URANOTILE

Silicate hydraté d'uranium et de calcium. On distingue deux variétés d'URANOTILE :  $\alpha$  et  $\beta$ .

**Aspect :** L'URANOTILE  $\alpha$  se présente, le plus souvent, en rosettes, en croûtes fibroradiées et en nodules amorphes. La couleur varie du jaune très pâle au jaune citron.

L'URANOTILE  $\beta$  se présente, généralement, en prismes allongés, en cristaux lamellaires et en nodules fibroradiés. La couleur varie du jaune miel au brun jaunâtre. Malgré ces différences d'aspect, seule la détermination des indices de réfraction permettra de différencier ces deux espèces avec certitude.

Mettre quelques cristaux dans un verre de montre, ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1 et amener à sec.

Examiner le résidu caractéristique de silice et effectuer les réactions n° 6 et 13.

## URANOPIILITE

Sulfate d'uranyle basique hydraté. Aspect : Efflorescences jaune vert très fluorescentes aux U.V. C'est un minéral récent qui se forme continuellement dans les ruines d'uranium et sur les haldes et qui disparaît de même très rapidement. On le trouve parfois ressemblant à des moisissures sur la "pechblende" elle-même.

Dissoudre à chaud un peu de minéral avec deux gouttes d'acide nitrique 1/1, amener à sec et effectuer les réactions n° 12 et 13.

## GUMMITE

Ce minéral n'existe pas à proprement parler, en tant qu'espèce minéralogique définie.

En effet, on englobe sous cette dénomination les produits amorphes de substitution de la "pechblende", par altération sur place.

L'état de GUMMITE n'est qu'un stade transitoire, entre la "pechblende" et les produits secondaires qui en dérivent.

**Aspect :** Elle se présente, en général, sous forme de masses compactes ou pulvérulentes ou encore en pseudomorphoses de sphérolites de "pechblende". La couleur est généralement jaune mais peut être rouge, orangée, verte, brune ou noirâtre.

Sa composition chimique est très variable ; on trouve fréquemment, en plus de l'uranium, les éléments suivants : silice, plomb, calcium, fer, phosphore et cuivre. La présence de ces éléments est fonction de l'état d'oxydation de la gummite.

Mettre quelques fragments du minéral dans un verre de montre et ajouter deux gouttes d'acide nitrique 1/1.

Amener à sec. Examiner le résidu d'attaque : la couleur (cuivre) ou la forme (plomb) pourront orienter les recherches.

Effectuer, dans l'ordre, les réactions n° 2, 6, 5, 8 et 13.

## ESSAIS MICROCHIMIQUES

L'examen des précipités s'effectue à la loupe binoculaire (grossissement 40).

### Réaction n° 1 : BARYUM

Dissoudre le résidu froid dans deux gouttes d'acide chlorhydrique à 15 pour cent.

Prélever à l'aide d'une micropipette, 1 goutte de la solution chlorhydrique à 15 pour cent et la transférer dans un autre verre de montre ; y ajouter 1 goutte d'acide sulfurique 1/5.

Le précipité de sulfate de baryum apparaît immédiatement, sous forme d'un précipité blanc, nuageux, très fin, mais où l'on distingue souvent de petits cristaux cruciformes (voir photo n° 3).

Nota. - Dans ces conditions, la réaction est spécifique du baryum.

### Réaction n° 2 : PLOMB

Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide nitrique 1/10, puis ajouter un petit fragment d'iodure de potassium. Il se forme immédiatement un précipité d'iodure de plomb, composé de lamelles hexagonales, brillantes et de couleur jaune d'or à reflets verdâtres (photo n° 4, et photo n° 5 planche en couleur).

### Réaction n° 3 : BISMUTH

Dissoudre le résidu dans 3 gouttes d'acide chlorhydrique 15 pour cent.

Ajouter un petit fragment de chlorure de césium : il se forme immédiatement un précipité de chlorure double, césium-bismuth, composé de prismes et de lamelles incolores et brillantes (photo n° 5).

Si l'on ajoute ensuite dans la solution, à l'endroit opposé à celui où l'on a mis le chlorure de césium, un petit fragment d'iodure de potassium, on voit apparaître, tout d'abord, une coloration jaune puis un précipité rouge carmin d'iodure double, césium-bismuth, composé de lamelles hexagonales plus ou moins épaisses (photo n° 6, et photo n° 2 planche en couleur).

### Réaction n° 4 : MAGNÉSIUM

Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide nitrique 1/10.

Ajouter un petit fragment de chlorure d'ammonium, d'acide citrique et un fragment, légèrement plus gros, de phosphate disodique.

Faire dissoudre le tout en chauffant légèrement, puis laisser refroidir.

Ajouter une goutte d'ammoniaque concentrée : il apparaît, tout d'abord, un précipité amorphe et gélatineux d'hydroxyde d'uranium puis, dans la masse de ce précipité, de petits cristaux blancs en étoiles de phosphate ammoniaco-magnésien. Ces cristaux grossissent assez rapidement (photo n° 7).

### **Réaction n° 5 PHOSPHORE Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide nitrique 1/10.**

Prélever, à l'aide d'une micropipette, une goutte de la solution nitrique 1/10, puis la déposer dans un micro-creuset de porcelaine contenant déjà deux gouttes de réactif tartromolybdique.

Faire bouillir le mélange quelques secondes : il doit apparaître un précipité jaune.

Nota. - Dans ces conditions l'arsenic ne réagit pas, car les ions tartriques empêchent la formation du complexe arseni-molybdique.

### **Réaction n° 6 : CALCIUM**

Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide chlorhydrique à 15 pour cent puis ajouter une goutte d'acide sulfurique 1/5.

Faire évaporer la solution, une minute environ, à l'extrémité non chauffée de la platine : les cristaux de sulfate de calcium apparaissent sur les bords de la solution sous forme de petites aiguilles allongées et incolores. On observera parfois des aiguilles groupées en pelotes (photo n° 8).

### **Réaction n° 7 : ALUMINIUM**

Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide sulfurique 1/100, puis ajouter à la solution quelques grains de sulfate de césium : il apparaît immédiatement un précipité microcristallin d'alun de césium. Si l'on examine la préparation quelques minutes après, on peut observer de petits octaèdres incolores et brillants (photo n° 9).

### **Réaction n° 8 : CUIVRE**

Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide nitrique 1/10 puis ajouter une goutte de réactif de "Montéqui". Il apparaît immédiatement un précipité jaune vert de sulfocyanure mercurique de cuivre, composé de dendrites moussues et de petits cristaux fusiformes (photo n° 11, et photo n° 1 planche en couleur).

Nota. - Une légère coloration rouge de la solution est due à des traces de fer.

### **Réaction n° 9 : ARSENIC**

Dissoudre le résidu dans deux gouttes chlorhydriques à 15 pour cent, puis ajouter quelques grains de chlorure de césium et un petit fragment d'iodure de potassium : l'apparition immédiate d'un précipité nuageux rouge révèle la présence d'arsenic, sous forme d'iodure double césium-arsenic.

**Nota.**

a) Contrairement au bismuth, l'arsenic ne donne pas de précipité avec le chlorure de césium seul et le précipité obtenu avec le mélange chlorure de césium, iodure de potassium, est toujours amorphe.

b) Cas de la zeunérite : un précipité amorphe, jaune sale ou en aiguilles jaunes brillantes, apparaissant presque en même temps que le précipité rouge de l'arsenic, est dû au cuivre. On devra observer la préparation immédiatement après l'adjonction de l'iodure de potassium, afin de voir apparaître le précipité rouge de l'arsenic dans les meilleures conditions.

### **Réaction n° 10 : VANADIUM**

Déposer un peu de la poudre du minéral dans un micro-creuset de porcelaine, ajouter 3 gouttes d'acide nitrique 1/1 et chauffer légèrement jusqu'à dissolution complète.

Laisser refroidir puis ajouter deux gouttes d'eau oxygénée : il se manifeste immédiatement une coloration rouge orangé, caractéristique du vanadium.

### **Réaction n° 11 : POTASSIUM**

Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide chlorhydrique à 15 pour cent et ajouter à la solution un très petit fragment de chlorure de platine. Le précipité de chloroplatinate de potassium apparaît immédiatement, tout d'abord sous forme d'un précipité microcristallin jaune brillant puis, après quelques minutes, sous forme de petits octaèdres jaune miel (photo n° 12, et photo n° 4 planche en couleur).

### **Réaction n° 12 : Anion SO<sub>4</sub> (SULFATE)**

Dissoudre le résidu dans deux gouttes d'acide chlorhydrique à 15 pour cent et ajouter une très petite quantité d'acétate de calcium.

Faire évaporer la solution, une minute environ, à l'extrémité de la platine chauffante, puis laisser refroidir : il se forme sur le pourtour de la goutte des petits cristaux de sulfate de calcium analogues à ceux obtenus pour la réaction du calcium (photo n° 8).

### **Réaction n° 13 : URANIUM**

Dissoudre le résidu d'attaque dans deux gouttes d'acide nitrique 10 pour cent puis ajouter 1 grain de ferrocyanure de potassium dans la solution : il se développe, autour du grain de ferrocyanure, une coloration brun rouge, due à la formation de ferrocyanure d'uranyle.

---

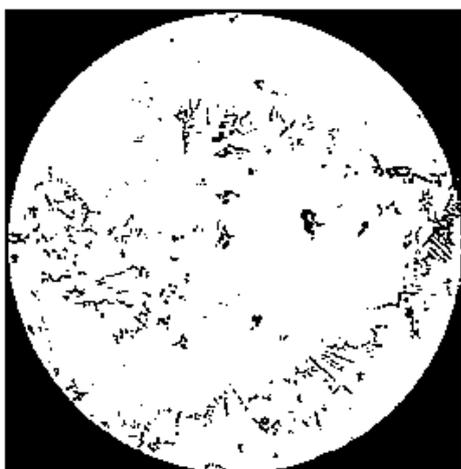
Nous n'avons pas étudié la totalité des minéraux secondaires d'uranium connus à ce jour.

Nous avons volontairement laissé de côté les espèces très rares, trop localisées ou considérées comme douteuses.

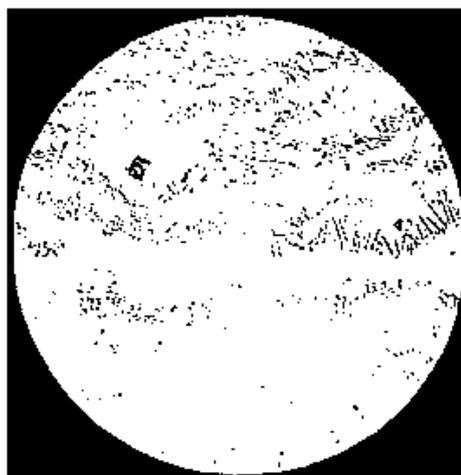
Néanmoins il sera toujours possible au minéralogiste ou au prospecteur de résoudre ses problèmes particuliers, en leur appliquant les méthodes décrites dans cet ouvrage.

## BIBLIOGRAPHIE

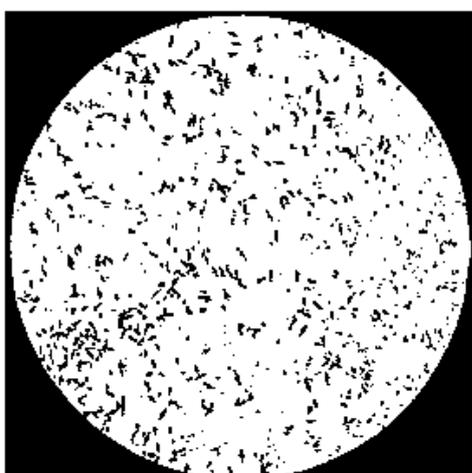
- 1 **CHAMOT and MASON**, "Handbook of Chemical Microscopy", janvier 1948, 11 (J. Wiley and Sons).
- 2 **CHERVET J. et BRANCHE G.**, "Contribution à l'étude de minéraux secondaires d'uranium français", extrait de "Sciences de la Terre", 1955, 111, n° 1, 2.
- 3 **GUILLEMIN C.**, "Microanalyse qualitative appliquée à la détermination des espèces minérales", publications du "Bureau des Recherches Géologiques, Géophysiques et Minières", 1953, n° 13
- 4 **SHORT M.N.**, "Microscopic determination of the ore minerals", Geological Survey bulletin, 1940, 914.
- 5 "*Les amis du musée royal du Congo Belge*", Tervuren, minéraux d'uranium du Haut Katanga.
- 6 **WENGER P.E., DUCKERT R.**, "Reagents for qualitative inorganic analysis", 1948. Manuscrit reçu le 31 décembre 1958.



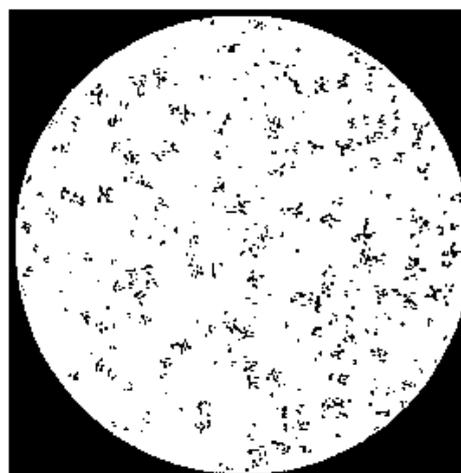
1 - Résidus de nitrate de baryum

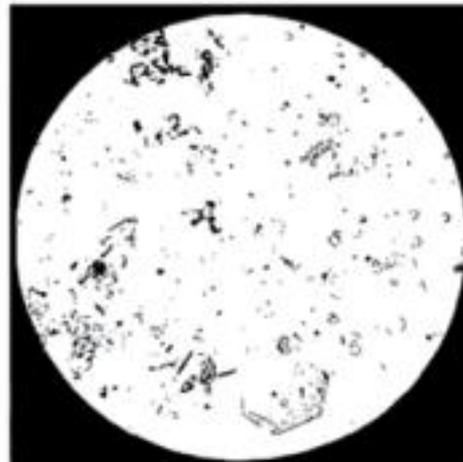
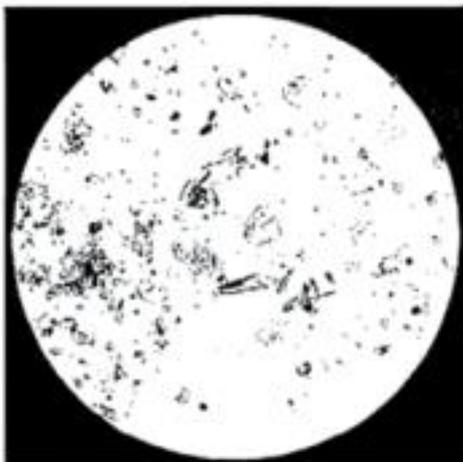


2 - Résidus de nitrate de plomb



3 - Cristaux de sulfate de baryum

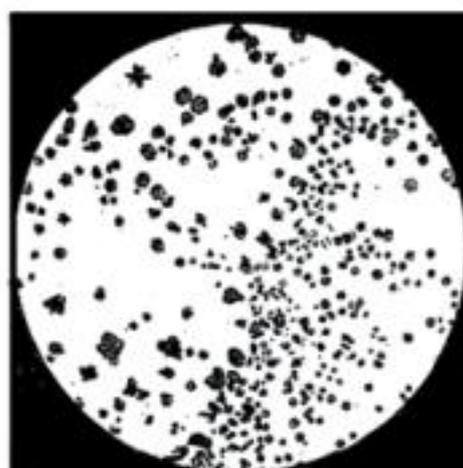




4 - Cristaux d'iodure de plomb



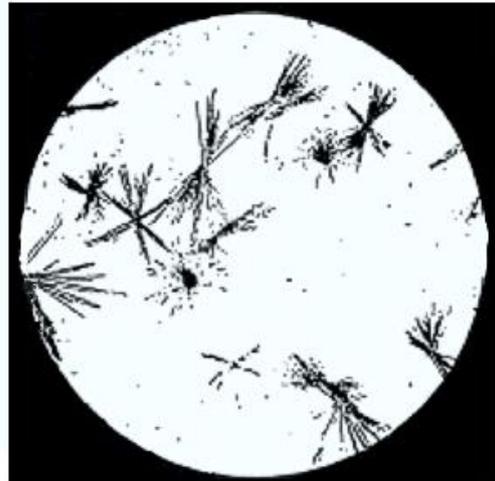
5 - Cristaux de chlorure double  
césium-bismuth



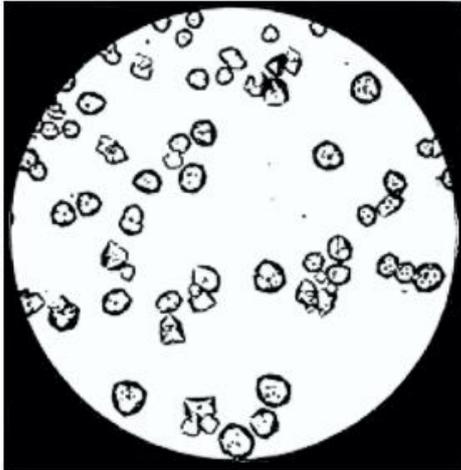
6 - Cristaux de chlorure double  
césium-bismuth



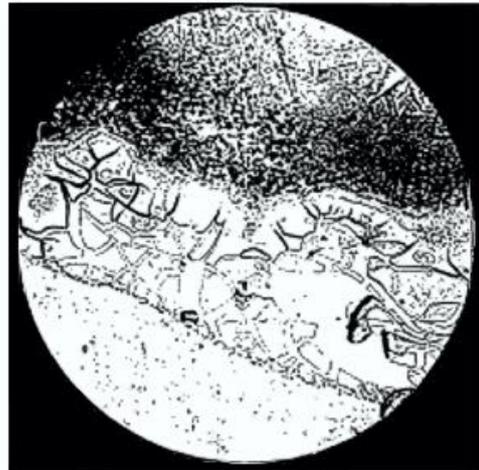
7 - Cristaux de phosphate ammoniaco-magnésien



8 - Cristaux de sulfate de calcium



9 - Cristaux d'alun de césium

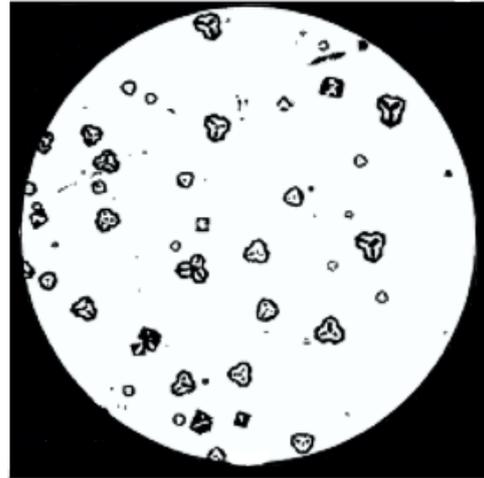
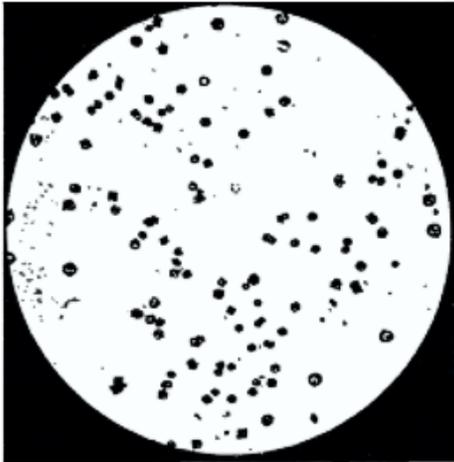


10 - Résidus d'attaque d'un silicate  
(cuproklodowskite)



11 - Cristaux de sulfocyanure mercurique de cuivre





12 - Cristaux de chloroplatinate de potassium

## Planche en couleurs

*Note du transcripteur : Le PDF trouvé sur Internet étant en NB les photos couleurs le sont également.*

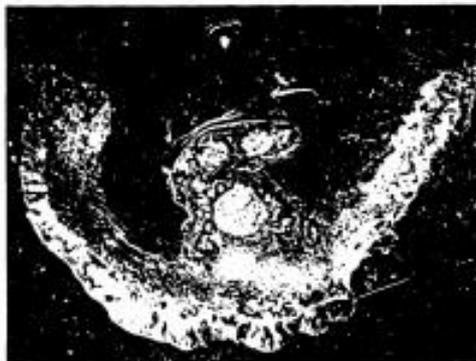
- Fig. 1 - Cristaux de thiocyanate mercurique de cuivre
- Fig. 2 - Cristaux d'iodure double césium - bismuth
- Fig.3 - Résidu d'attaque nitrique de "francevillite" (on peut voir au centre de l'auréole rouge d'anhydride vanadique de petits cristaux blancs de nitrate de plomb et de baryum)
- Fig. 4 - Cristaux de chloroplatinate de potassium
- Fig. 5 - Cristaux d'iodure de plomb



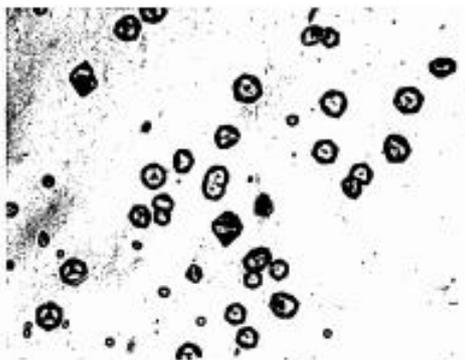
- Fig.1



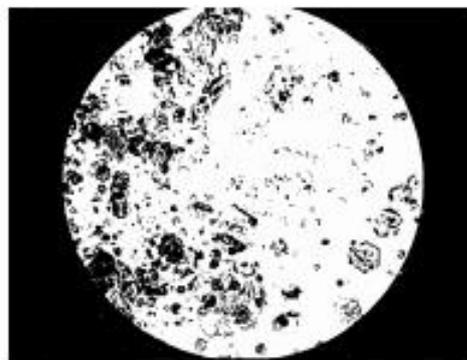
- Fig.2



- Fig.3



- Fig.4



- Fig.5