

ANÁLISIS INDUSTRIAL

DE LOS

MINERALES METÁLICOS.



ZARAGOZA

Impreso en la imprenta de Don Juan S. L. en el año 1907

1907

R266 043



ANALISIS INDUSTRIAL

DE LOS

MINERALES METALICOS

17812
ANÁLISIS INDUSTRIAL

DE LOS

MINERALES METÁLICOS,

POR

ANTONIO GARCÍA PARREÑO,

INGENIERO INDUSTRIAL.



CARTAGENA.

Imp. y Lit. de Marcial Ventura, S. Ginés, 32, y Merced, 23.

1873.

1873

ANALISIS INDUSTRIAL

DE LOS

MINERALES METALICOS

por

ANTONIO GARGIA PARRERO

EDITORIAL

Es propiedad del autor.

CARTAGENA

Imp. y Lit. de Manuel Torrens y Cia. 32 y 34, Calle de San Juan, 1873

1873

PRÓLOGO.

Los adelantos, siempre crecientes de la metalurgia, exigen el análisis completo de los minerales metálicos, pues es evidente, que por una parte, el conocimiento exacto del metal útil que aquellos contienen y por otra, la de las demás sustancias que le acompañan, puede solamente hacer comprender al metalurgista, si los métodos puestos en práctica son los que mejor aprovechan la totalidad, ó parte alicuota en su caso, del metal que fabrica, la influencia que en los mismos métodos ejercen las gañgas y los medios que deben emplearse para su escorificación completa. Exponer los que, la experiencia de muchos años de laboratorio, nos ha hecho reconocer como mejores, para conseguir el análisis de los minerales metálicos, es lo que nos proponemos en el trabajo que sometemos al juicio del público.

Aun cuando, tanto en España como en el extranjero, existan tratados completos de análisis químico, donde se exponen con claridad y precisión, los métodos que dan á conocer la cualidad y cantidad de los cuerpos de que consta una sustancia dada, no existe sin embargo uno exclusivamente dedicado á esta clase de cuestiones. No creemos que el presente sirva para llenar este vacío, pero sí esperamos, que otros químicos con más ilustración, siguiendo nuestro camino, lo consigan de una manera satisfactoria.

La marcha que seguimos en la presente obra, consiste, en exponer someramente los caracteres cualitativos de las disoluciones metálicas, los medios que deben ponerse en práctica para reconocer los mi-

nerales más usuales, los que la experiencia nos ha hecho conocer como más exactos y espeditos, tanto para el análisis cualitativo completo, como para los ensayos industriales; y finalmente, en un apéndice, indicaremos la manera de reconocer los reactivos de que se hace uso, pues de la pureza de éstos depende, en muchos casos, la exactitud de los resultados.

Para conseguir nuestro objeto, á más de las observaciones propias, hemos tenido á la vista las obras de análisis químico de Gerhardt y Chancel, la monumental de Roze, la publicada en nuestro país por el Ingeniero de minas Sr. Peñuelas, el tratado de Docimacia de Rivot, la metalurgia del Doctor Percy, el Diccionario de química que actualmente publica el eminente químico francés Wurtz, con la colaboración de otros químicos distinguidos; y por último, las publicaciones Anales de Chimie et de Physique, Bulletin de la Société Chimique de Paris, Journal of the Chemical Society, etc., etc.

Como hasta ahora, en la enseñanza de nuestras Academias se sigue todavía la escuela dualística de Berzélius y la teoría de equivalentes, y esta obra se destina á personas que no tengan sino conocimientos muy elementales de la ciencia química, hemos creído conveniente adoptar dichas teorías en el caso presente, prescindiendo de las modernísimas, unitaria y atómica, admitidas hoy por la casi totalidad de los químicos.

Si con esta obrita conseguimos ser útil á los que se dedican á la metalurgia y al reconocimiento cualitativo de los minerales metálicos, se habrán cumplido con exceso, los deseos de

EL AUTOR.
Cartagena, Marzo de 1873.

ANÁLISIS INDUSTRIAL

DE LOS

MINERALES METÁLICOS.

PARTE CUALITATIVA.

I.

Generalidades.

Los diversos compuestos que presenta la naturaleza, procedentes de sus tres Reinos, mineral, vegetal y animal, están constituidos por la combinacion de algunos elementos que los químicos llaman simples, porque hasta la fecha no ha sido posible retirar de ellos más que una sola sustancia. Las propiedades de combinacion por una parte, su aspecto físico por otra, han hecho que los citados cuerpos simples se dividan en dos grandes agrupaciones denominadas respectivamente, metaloides y metales. Pero esta division, puramente artificial, no es absoluta y hay elementos como el Antimonio y tal vez el Bismuto, que considerados como metales, debieran más por sus propiedades de combinacion, figurar entre los metaloides. Aceptando, sin embargo, la clasificacion actual, diremos, que los metaloides son cuerpos que

no forman con el oxígeno combinaciones básicas, al par que los metales, forman, uniéndose á aquel cuerpo, al menos, una base capaz de saturar los ácidos para formar sales.

El número de metaloides admitidos en la ciencia, es el de quince. Forman diversas familias, caracterizadas por sus afinidades respectivas, sobre todo, por las combinaciones que forman con el hidrógeno, gas, que algunos químicos, con bastante fundamento, en nuestro juicio, han considerado como un metal gaseoso.

1.º Forman combinación con el hidrógeno equivalente á equivalente los metaloides

Oxígeno-Azufre-Selenio-Teluro.

Estas combinaciones son ácidos muy débiles.

2.º Se combinan igualmente equivalente por equivalente, pero formando ácidos enérgicos los metaloides

Fluor-Cloro-Bromo-Iodo.

3.º Las combinaciones del hidrógeno, con los siguientes metaloides, tiene lugar, en la proporción de un equivalente de estos, por tres de hidrógeno

Nitrógeno-Fósforo-Arsénico.

4.º Forman combinaciones gaseosas con el hidrógeno, en las proporciones de dos equivalentes de metaloides por cuatro de hidrógeno, los metaloides

Carbono-Silicio.

5.º Por último, no forma combinación con el hidrógeno, al menos no se la conoce hoy, el

Boro.

El hidrógeno, que sirve para caracterizar las anteriores familias, forma también grupo á parte.

Desde hace mucho tiempo, vienen clasificándose los metales, en tres grupos llamados metales alcali-

nos, metales alcalinos térreos y térreos y metales propiamente dichos.

A la primera clase corresponden los siguientes.

Potasio-Sódio-Litio-Césio-Rubidio.

Un radical compuesto, que tiene las mayores analogías con estos metales y formado por un equivalente de Nitrógeno y cuatro de hidrógeno, se comprende en este grupo también, por más que las tentativas hechas hasta hoy para aislarle, hayan sido inútiles. Este radical, es el amonio.

El segundo grupo, ó sean metales alcalinos térreos y térreos, los forman los siguientes.

Bario-Estroncio-Calcio-Magnesio-Aluminio-Cerio-Didimio-Erbio-Glucinio-Lántano-Terbio-Torio-Itrio-Zirconio.

Por último, los metales propiamente dichos, son, los que á continuación se espresan.

Antimonio-Bismuto-Cromo-Cadmio-Cobalto-Cobre-Estaño-Hierro-Indio-Iridio-Manganeso-Mercurio-Molibdeno-Niquel-Niobio-Oro-Osmio-Paladio-Plata-Platino-Plomo-Rodio-Rutenio-Talio-Tungsteno-Titano-Tántalo-Urano-Vanadio-Zinc.

Careciendo la clasificacion anterior de una base racional y científica, no tiene importancia alguna en el análisis; por esto, se acepta otra basada en la manera como se comportan las disoluciones metálicas con algunos reactivos tales, como el hidrógeno sulfurado, el sulfuro de amonio y los carbonatos alcalinos. De esta clasificacion, nos ocuparemos más adelante.

Todos los cuerpos simples pueden encontrarse en los minerales metálicos; pero unos son tan raros en la naturaleza y se les encuentra en tan pequeña cantidad, que su investigacion, importantísima sin

duda bajo el punto de vista científico, no es de gran utilidad en el análisis industrial de los minerales. Prescindiremos, por tanto, de ellos y nos ocuparemos solo de los metales siguientes.

Potasio-Sodio-Amonio-Bario-Estroncio-Calcio-Magnesio-Manganeso-Hierro-Niquel-Cobalto-Zinc-Aluminio-Cromo-Plomo-Plata-Mercurio-Cobre-Cadmio-Bismuto-Platino-Oro-Estaño-Antimonio y Arsénico.

II.

Division de los metales en grupos y marcha general de análisis.

Entre los sulfuros metálicos, existen unos que tienen la propiedad de combinarse con los sulfuros alcalinos formando verdaderas sulfosales solubles. Otros por el contrario, carecen de esta propiedad y los metales propiamente dichos se distinguen perfectamente de los alcalinos y alcalinos térreos, porque siendo éstos solubles en el agua, aquellos son completamente insolubles. La afinidad por el azufre no es la misma en los sulfuros insolubles, pues mientras unos se combinan con él, por la acción del gas hidrógeno sulfurado en sus disoluciones ácidas, otros por el contrario, necesitan hacer reaccionar el sulfuro de amonio sobre sus disoluciones neutras ó básicas. Los metales alcalinos y alcalinos térreos, cuyos sulfuros son solubles, presentan la propiedad de que los carbonatos de los primeros son solubles, é insolubles los de los segundos. Estos hechos sirven de base á una clasificación racional de los metales, utilísima en el análisis químico, y que es la siguiente:

- 1.º Precipitan por el gas hidrógeno sulfurado en

sus disoluciones ácidas, y los precipitados de sulfuros que se forman son solubles en los sulfuros alcalinos, los metales

Platino-Oro-Estaño-Antimonio-Arsénico.

2.º Precipita por el gas hidrógeno sulfurado en sus disoluciones ácidas, y los precipitados de sulfuros no son solubles en los sulfuros alcalinos, los metales

Plomo-Plata-Mercurio-Cobre-Cadmio-Bismuto.

3.º No precipitan por el gas hidrógeno sulfurado, y sí por el sulfuro de amonio, en sus disoluciones neutras ó básicas, los metales

Niquel-Cobalto-Hierro-Manganeso-Zinc-Aluminio-Cromo.

Es de notar, que el Aluminio y el Cromo no precipitan por el ácido sulfhídrico del sulfuro de amonio, sino por el amoniaco, razon por la cual, en vez de sus sulfuros se precipitan sus óxidos. Otra observacion que no debe perderse de vista, es que, el Zinc en disoluciones neutras, ó en disoluciones cuyo ácido sea orgánico, tal como el ácido acético, cuando no hay un ácido mineral libre, puede ser precipitado por el hidrógeno sulfurado. Por último, el sulfuro de niquel es parcialmente soluble en los grados superiores de sulfuracion del amonio, pero esta solubilidad desaparece tan luego como se hace uso de un sulfuro de amonio blanco, y recientemente preparado.

4.º No precipitan por el hidrógeno sulfurado ni por el sulfuro de amonio, y sí por una disolucion de Carbonato de sosa, los metales

Bario-Estroncio-Calcio-Magnesio.

5.º No precipitan por el hidrógeno sulfurado, ni por el sulfuro de amonio, ni por el Carbonato de sosa, los metales

Potasio-Sódio-Amonio.

Para el reconocimiento cualitativo de una sustancia, es preciso comenzar por tenerle en disolución. A este efecto se la reduce á polvo fino, porfirizándole caso necesario en un mortero de ágata, y se hace digerir primero en agua destilada, sino se disuelve, en ácido clorhídrico, si resiste, en ácido nítrico, y por último en agua régia. Por lo general, la sustancia se disuelve en algunos de los disolventes espresados, pero hay otras en que esta disolución no es posible, y en este caso, es preciso transformarla de insoluble en soluble. Cuando se trata de minerales metálicos, esta transformación se hace fundiéndolos en un crisol de platino con dos ó tres veces su peso de Carbonato de sosa y Carbonato de potasa mezclados en la proporción de sus equivalentes respectivos, ó bien, por la fusión con potasa cáustica en un crisol de plata. Una vez hecha la fusión, se disuelve en agua, lo que se pueda de la combinación, y el residuo se ataca por el ácido clorhídrico, nítrico, ó de ambos mezclados según el caso, para su disolución completa. Ambas disoluciones deben tratarse á parte siguiendo la marcha que vamos á indicar.

Supongamos ahora que tenemos en disolución el mineral que se examina. Se hace pasar sobre su disolución ácida una corriente de gas hidrógeno sulfurado, hasta que, completamente saturados exhale fuertemente el olor de dicho gas. Si se ha formado un precipitado, es indicio seguro de la presencia de alguno ó algunos de los metales comprendidos en los dos primeros grupos, ó sean Platino-Oro-Estaño-Antimonio y Arsénico que corresponden al primer grupo, y Plomo-Plata-Mercurio-Cobre-Cadmio y Bismuto, que pertenecen al segundo. En este caso, se recoge el precipitado en un filtro, se lava con agua

destilada y trata sobre el mismo filtro con una disolución de sulfuro de amonio, cuidando tener tapada con el dedo índice la extremidad inferior del embudo. Cuando se juzga que ha concluido ya el sulfuro de amonio su acción disolvente, se hace colar el líquido en un baso de precipitados y se lava bien el filtro. Si en este queda precipitado, se está seguro, que en la disolución que se examina existen metales del segundo grupo. Se conserva, por tanto, el filtro, con su contenido.

En el baso de precipitados se descompone el sulfuro de amonio por el ácido clorhídrico diluido. Si se forma un precipitado, entonces es señal de que contiene metales del primer grupo, en cuyo caso se recoge en un filtro, lava y conserva como el anterior.

En la disolución primitiva, que está saturada de gas hidrógeno sulfurado, se añade un exceso de amoníaco y después sulfuro de amonio. Si se produce un precipitado, es indicio cierto de la presencia de alguno ó algunos de los metales correspondientes al tercer grupo, cuales son, Niquel-Cobalto-Hierro-Manganeso-Zinc-Aluminio y Cromo. Se deja reposar el precipitado hasta que el líquido esté completamente transparente, conseguido lo cual, se filtra lava y conserva.

La disolución filtrada, se trata en una cápsula de porcelana con ácido clorhídrico diluido que descompone los sulfuros alcalinos, se calienta para reunir el azufre separado y después se filtra. Se trata ahora con carbonato de sosa. Si se forma un precipitado, metales del cuarto grupo ó sean Bario-Estroncio-Calcio y Magnesio se hallan presentes. Se les recoge en un filtro y lava bien con agua destilada.

Para averiguar si el mineral que se ensaya contiene álcalis, se trata una porción de él, por agua

destilada. Se filtra, añade á la disolucion una de sulfuro de amonio y si se produce un precipitado se filtra tambien. En el líquido filtrado, se añade ahora carbonato de amonio y se vuelve á filtrar, caso necesario. Si existen álcalis fijos, potasa ó sosa deben buscarse en esta disolucion.

El precipitado de sulfuros correspondientes al primer grupo, se disuelve en ácido clorhídrico ó agua régia segun el caso, el de los sulfuros del segundo grupo, en ácido nítrico; pues si hubiera plata ó plomo podrian quedar insolubles si se les tratase por el ácido clorhídrico y los del tercer grupo, se disuelven tambien en agua régia sino es completamente soluble en el ácido clorhídrico. Los carbonatos alcalinos térreos, se disuelven del mismo modo en ácido clorhídrico y tenemos así cinco disoluciones correspondientes á los cinco grupos en que hemos dividido los metales, en cada cual se procede por separado á la investigacion de los que contienen, teniendo en cuenta los caractéres distintivos de cada uno de ellos.

III.

CARACTÉRES DISTINTIVOS DE LAS DISOLUCIONES METÁLICAS.

PRIMER GRUPO.

PLATINO-ORO-ESTAÑO-ANTIMONIO-ARSÉNICO.

Disoluciones de Platino.

La disolucion de bicloruro de platino que es la que generalmente se presenta en el análisis, es amarilla

rogiza y produce con los reactivos las reacciones siguientes.

La potasa produce un precipitado amarillo de cloroplatinato de cloruro de potasio.

El amoniaco, produce el mismo precipitado amarillo, pero formado por el cloroplatinato de amonio.

Los carbonatos de potasa y amoniaco producen el mismo precipitado que las bases potasa y amoniaco.

Una disolucion de formiato de sosa, no produce al pronto reaccion alguna sobre la de bicloruro de platino; pero si despues de añadir un poco de carbonato de sosa se hace hervir por algun tiempo, se deposita platino metálico que barniza el baso donde se hace la precipitacion.

Los ferrocianuro y ferrocianuro de potasio, producen un precipitado de cloroplatinato de cloruro de potasio amarillo y el líquido se colora en oscuro.

El nitrato mercúrico, produce un precipitado amarillo rojizo abundante.

El protocloruro de estaño, colora en oscuro rojizo pronunciando las disoluciones de bicloruro de platino sin producir precipitado.

El ioduro de potasio, colora en oscuro rojizo las disoluciones de bicloruro de platino y despues se precipita el biioduro de platino negro, soluble en un exceso de reactivo. Por el calor, se deposita platino metálico.

El hidrógeno sulfurado, produce un precipitado oscuro, casi negro de sulfuro de platino.

El sulfuro de amonio, precipita igualmente el platino al estado de sulfuro, el cual, se disuelve en un exceso del precipitante.

El Zinc, precipita al platino de sus disoluciones al estado metálico y bajo la forma de un polvo negro.

La evaporacion hasta sequedad del bicloruro de platino y fuerte calcinacion del residuo, proporciona platino metálico.

Disoluciones de Oro.

El sesqui-cloruro de Oro, que generalmente se presenta en los análisis, presenta reaccion ácida. Su disolucion se reconoce, por los caractéres siguientes.

La disolucion de potasa perfectamente pura sin trazas de materias orgánicas, no produce precipitado con la de sesqui-cloruro de oro.

El amoniaco, produce un precipitado amarillo de oro fulminante, combinacion mal definida.

Los carbonatos de potasa y sosa, producen en caliente un precipitado voluminoso de sesqui-óxido de oro. En frio no precipitan.

El carbonato amónico, precipita como el amoniaco, oro fulminante.

El cianuro de potasio, produce un precipitado amarillo, soluble en un exceso de reactivo.

El ácido oxálico, produce, primero una coloracion verde pronunciada y despues un depósito de oro metálico.

El ferrocianuro de potasio, produce un precipitado verde esmeralda de ferrocianuro de oro.

El ácido sulfuroso, sobre todo en caliente, decolora las disoluciones de sesqui-cloruro de oro con separacion de oro metálico.

El nitrato mercurioso, precipita protoóxido de oro de color negro.

El sulfato ferroso, reduce el sesquicloruro de oro, precipitándose el oro metálico bajo la forma de un polvo oscuro.

El protocloruro de estaño, produce un precipitado púrpura de púrpura de cásius, cuya composición no está bien definida. Este reactivo permite descubrir la presencia del oro en disoluciones muy diluidas.

El ioduro de potasio, produce primero una coloración negra y después un precipitado verde amarillento de protoioduro de oro.

El hidrógeno sulfurado, precipita el oro al estado de sulfuro de un color negro.

El sulfuro de amonio, precipita igualmente en disoluciones neutras al oro, al estado de sulfuro; pero un exceso de reactivo lo disuelve de nuevo por la formación de la sulfosal de oro y de amonio.

El zinc, precipita el oro al estado metálico bajo la forma de un depósito oscuro, voluminoso.

Las disoluciones de oro se distinguen perfectamente de las de platino; primero, por el precipitado amarillo que la potasa y amoníaco produce con las de platino, y segundo por las reacciones especiales que el protocloruro de estaño, el ácido oxálico y sulfato ferroso producen, en las disoluciones de sesquicloruro de oro.

Disoluciones de Estaño.

El estaño puede presentarse en el análisis en dos estados distintos, al de disoluciones estañosas y al de disoluciones estánicas. Sus caracteres varían en ambos casos, por cuya razón, nos ocuparemos sucesivamente de los que corresponden á cada una de ellas.

Disoluciones estañosas.—La potasa, produce un precipitado blanco de hidrato de protoóxido de estaño, soluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco, precipita igualmente en blanco el hidrato de protoóxido de estaño, pero insoluble en un exceso de reactivo.

Los carbonatos de potasa y de sosa, producen una efervescencia debida al desprendimiento de ácido carbónico y precipitan al mismo tiempo el hidrato de protoóxido de estaño blanco.

El carbonato de amoniaco, precipita, igualmente en blanco, el hidrato de protoóxido de estaño.

El fosfato de sosa, precipita en blanco el fosfato de protoóxido de estaño.

El ácido oxálico, precipita en blanco el oxalato de protoóxido de estaño.

El carbonato de barita, precipita completamente el protoóxido de estaño que existe en disolucion.

El ferrocianuro de potasio, produce igualmente la precipitacion del ferrocianuro de estaño blanco gelatinoso.

El sesqui-cloruro de oro, produce un precipitado púrpura de púrpura de Casius. Ésta reaccion es característica.

El hidrógeno sulfurado, produce un precipitado oscuro de sulfuro de estaño.

El sulfuro de amonio, produce el mismo precipitado; pero un exceso de dicho sulfuro, si éste es de color amarillo, disuelve de nuevo el precipitado.

Disoluciones estañicas. La potasa, produce un precipitado voluminoso de hidrato de bióxido de estaño, que se disuelve fácil y completamente en un exceso de potasa.

El amoniaco, precipita igualmente el hidrato de bióxido de estaño, que se disuelve parcialmente en un exceso de reactivo.

El carbonato de potasa, determina una efervescen-

cia y produce un precipitado voluminoso, soluble en un exceso de reactivo.

El carbonato de sosa, produce tambien efervescencia y un precipitado voluminoso, parcialmente soluble, en un exceso del precipitante.

El carbonato de amoniaco, obra de la misma manera que el amoniaco.

El cianuro de potasio, produce un precipitado blanco, insoluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, da en seguida un precipitado voluminoso y abundante.

El ácido oxálico, no produce precipitado.

El ferrocianuro de potasio, produce un abundante precipitado que se espesa en una galea consistente y que es insoluble en el ácido clorhídrico.

El nitrato de plata, produce un precipitado blanco, que en presencia de un exceso de reactivo, se disuelve en el amoniaco.

El nitrato mercurioso, da un precipitado blanco que se transforma en negro por la adición de un exceso de amoniaco.

El sesqui-cloruro de oro, no precipita la disolución de bicloruro de estaño, carácter que fácilmente las distingue de las de protocloruro.

Tampoco las precipita el Ioduro de potasio.

El sulfuro de amonio, precipita el bisulfuro de estaño amarillo, soluble en un exceso del precipitante.

El hidrógeno sulfurado, produce en las disoluciones de bicloruro de estaño, un precipitado amarillo de bisulfuro de estaño.

Las disoluciones estañosas se distinguen de las estánicas por medio del sesqui-cloruro de oro y por los precipitados que dan con el hidrógeno sulfurado oscuro en el primer caso y amarillo en el segundo. Las

mismas reacciones las distinguen tambien de las de oro y platino.

Disoluciones de Antimonio.

Las disoluciones de antimonio se enturbian tan luego como se trata de diluirlas con agua; pero el precipitado formado se disuelve fácilmente con la adición de un poco de ácido tártrico. Esta reaccion característica, permite distinguir las disoluciones de antimonio de las otras metálicas, pues si bien las de bismuto presentan la misma propiedad de enturbiarse por el agua, el precipitado formado no se disuelve en el ácido tártrico, sino en el ácido clorhídrico. Además pueden caracterizarse las disoluciones de antimonio por las reacciones siguientes.

La potasa, produce un precipitado blanco de ácido antimonioso ó antimónico segun el caso, soluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco, produce igual precipitado blanco, pero insoluble en un exceso de reactivo.

El carbonato de potasa, precipita tambien en blanco, pero despues de algun tiempo se disuelve en pequeña cantidad en un exceso de precipitante.

El carbonato de amoniaco, reacciona del mismo modo que el amoniaco.

Elcianuro de potasio, produce su precipitado blanco, primero ligero y despues más considerable, insoluble en un exceso de cianuro. Se supone que la disolucion contiene ácido tártrico.

El hidrógeno sulfurado, produce un precipitado anaranjado de sulfuro de antimonio.

El sulfuro de amonio precipita igualmente al sulfuro de antimonio anaranjado, pero se disuelve fácil

y completamente al estado de sulfosal, en un exceso de sulfuro alcalino.

El nitrato de plata, produce en las disoluciones antimoniosas un precipitado blanco soluble en el amoniaco.

Si en un frasco de dos bocas de desprendimiento de hidrógeno se añade un poco de disolucion de antimonio, si el tubo de desprendimiento se estira en punta y se hace arder el hidrógeno que se desprende, una cápsula colocada en la llama se cubre de manchas oscuras debidas á un depósito de antimonio metálico. Y con efecto, el hidrógeno antimoniado que se produce, se descompone por la combustion y deposita el antimonio en el cuerpo frio que se interpone. Esta reaccion, tambien la presentan las disoluciones de arsénico; pero fácilmente se distinguen unas manchas de otras, como lo indicaremos más adelante.

La reacion característica de su enturbiamiento con el agua y las producidas por el hidrógeno sulfurado y sulfuro de amonio, bastan para distinguir las disoluciones de antimonio de las de estaño, oro y platino.

Disoluciones de Arsénico.

El mejor medio de caracterizar una disolucion de arsénico, es someterla á las siguientes reacciones.

Se trata por una corriente de gas hidrógeno sulfurado y se produce un precipitado amarillo claro de sulfuro de arsénico.

El sulfuro de amonio, aun cuando precipita tambien el sulfuro de arsénico, se disuelve éste con facilidad en un exceso de reactivo.

El nitrato de plata, produce en disoluciones neutras un precipitado amarillo de arsenito de plata, soluble

en el ácido nítrico ó rojo ladrillo oscuro de arseniato de plata, igualmente soluble en ácido nítrico. Este carácter es esencial.

Si en un aparato de desprendimiento de hidrógeno, cuyo tubo de desprendimiento esté estirado en punta, se introduce una pequeña cantidad de disolución de arsénico, se forma el gas hidrógeno arsenicado, el cual, si se pega fuego en la punta afilada y se interpone una cápsula de porcelana, se descompone y deposita manchas oscuras de arsénico metálico. El antimonio produce iguales manchas; pero se distinguen unas de otras, por los siguientes caracteres. 1.º Si se calienta la cápsula, las manchas de arsénico desaparecen. Las de antimonio tardan mucho más tiempo en desaparecer. 2.º Si se les adiciona con una gota de ácido nítrico, las de arsénico se disuelven; pero las de antimonio producen el ácido antimónico blanco insoluble en ácido nítrico. 3.º Si se neutraliza con una gota de amoniaco el ácido arsénico producido por el tratamiento de las manchas de arsénico con ácido nítrico y despues se le pone una gota de nitrato de plata, se produce un precipitado rojo ladrillo de arseniato de plata.

Distinguidas las disoluciones de arsénico de las de antimonio, no es fácil confundirlas con las de estaño, oro y platino, toda vez que estas no dan manchas en un aparato de desprendimiento de hidrógeno.

SEGUNDO GRUPO.

PLOMO-PLATA-MERCURIO-COBRE-CADMIO-BISMUTO.

Disoluciones de Plomo.

Se reconocen las disoluciones de plomo por medio de las reacciones siguientes:

La potasa, produce un precipitado blanco de óxido de plomo, soluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco, precipita de la misma manera óxido de plomo, pero insoluble en un exceso de precipitante. Sin embargo, todo el plomo no es precipitado y queda en disolucion alguno que se reconoce por reactivos más sensibles.

El carbonato de potasa, precipita en blanco, soluble en la potasa.

La misma reaccion tiene lugar con el carbonato de amoniaco.

El fosfato de sosa, produce tambien un precipitado blanco soluble en la potasa y ácido nítrico.

El ácido oxálico, precipita por completo el oxalato de plomo blanco, el cual es soluble en la potasa, en el ácido nítrico y en el oxalato de amoniaco.

El cianuro de potasio, precipita tambien en blanco las disoluciones de plomo, insoluble el precipitado en un exceso de reactivo.

El ferrocianuro de potasio, produce un precipitado blanco de ferrocianuro de plomo.

El hidrógeno sulfurado, precipita el sulfuro de plomo negro en disoluciones neutras y ácidas. Pero es de notar, que la precipitacion no es completa en disoluciones muy ácidas sino despues de hacer obrar largo tiempo el hidrógeno sulfurado.

El sulfuro de amonio precipita inmediatamente en disoluciones neutras, el sulfuro de plomo negro.

El ácido sulfúrico diluido y los sulfatos, producen un precipitado blanco de sulfato de plomo, insoluble en ácido nítrico, pero soluble en tartrato básico de amoniaco.

El ácido clorhídrico y los cloruros, producen en disoluciones concentradas de plomo un precipitado

crystalino de cloruro de plomo, pero que se disuelve en una gran cantidad de agua.

El ioduro de potasio, precipita ioduro de plomo, de color amarillo, soluble en un gran exceso del precipitante y en la potasa.

El cromato de potasa, produce un precipitado amarillo de cromato de plomo, soluble en una disolucion de potasa.

Disoluciones de Plata.

Las disoluciones de plata ennegrecen por la accion de la luz y se distinguen por las reacciones siguientes:

La potasa, produce un precipitado oscuro claro, insoluble en un exceso de reactivo, pero soluble en el amoniaco.

El amoniaco, produce en pequeña cantidad un precipitado oscuro de óxido de plata, soluble en un exceso de reactivo.

El carbonato de potasa, produce un precipitado blanco de carbonato de plata anidro, soluble en el amoniaco.

El carbonato de amoniaco, precipita igualmente el carbonato de plata, pero se disuelve en un exceso del precipitante.

El cianuro de potasio, produce un precipitado blanco oscuro, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, precipita el fosfato de plata tribásico, de color amarillo, soluble en el ácido nítrico.

El hidrógeno sulfurado, produce un precipitado negro de sulfuro de plata.

El sulfuro de amonio, precipita igualmente el sulfuro de plata negro.

El ácido clorhídrico y los cloruros, producen un precipitado blanco grumoso, de cloruro de plata, que por la acción de la luz se colora en violeta y en negro. Este precipitado es insoluble en los ácidos; pero se disuelve en el amoníaco, y es característico para las disoluciones de plata.

El ioduro de potasio, precipita el ioduro de plata blanco, ligeramente amarillento, insoluble en el amoníaco y ácido nítrico diluido; pero que se disuelve bien en un exceso de ioduro de potasio.

El cromato de potasa, produce en las disoluciones de plata concentradas un precipitado rojo pronunciado de cromato de plata, soluble en el ácido nítrico, en el amoníaco y en una gran cantidad de agua.

Se distinguen las disoluciones de plata de las de plomo; primero, porque se oscurecen por la acción de la luz; segundo, por la reacción que produce el ácido clorhídrico y los cloruros; y tercero, porque el ácido sulfúrico precipita las disoluciones de plomo y no las de plata.

Disoluciones de Mercurio.

El mercurio, puede encontrarse en sus disoluciones al estado mínimo ó máximo de oxidación, y como sus reacciones sean distintas en cada uno de estos casos, deberemos tratarlos con separación.

Disoluciones mercuriosas. La potasa, produce un precipitado negro de óxido mercurioso y mercurio metálico, insoluble en un exceso de reactivo.

El amoníaco, produce igualmente un precipitado negro insoluble en un exceso de reactivo y en el ácido nítrico diluido; mas, el ácido clorhídrico, lo transforma lentamente en un precipitado blanco de cloruro mercurioso.

El carbonato de potasa, da un precipitado blanco, que despues se colora en negro, y que deposita mercurio metálico por la ebullicion.

El carbonato de amoniaco, precipita tambien en negro ó en gris si la cantidad de carbonato añadida es poco considerable.

El cianuro de potasio, separa inmediatamente en las disoluciones mercuriosas, mercurio metálico, con formacion de cianido de mercurio que queda disuelto.

El fosfato de sosa, precipita en blanco el fosfato mercurioso, que se transforma en gris por una larga ebullicion con el agua.

El ácido oxálico, produce un precipitado blanco de oxalato mercurioso.

El ferrocianuro de potasio, da un precipitado blanco gelatinoso, compuesto de cianuro mercurioso y cianuro ferroso.

El hidrógeno sulfurado, produce un precipitado negro de sulfuro de mercurio.

El sulfuro de amonio, precipita igualmente el sulfuro de mercurio negro, insoluble en un exceso de reactivo.

El ácido clorhidrico y los cloruros, producen un precipitado blanco de cloruro mercurioso insoluble en los ácidos diluidos y en el amoniaco, que los transforma en negro. Su insolubilidad en el amoniaco, le distingue del precipitado que dan en las mismas condiciones las disoluciones de plata.

El ioduro de potasio, da un precipitado amarillo verdoso de ioduro mercurioso y mercúrico que un exceso de reactivo, le transforma primero, en negro y despues se disuelve.

El cromato de potasa, da un precipitado rojo de cromato mercurioso.

El ácido sulfúrico diluido, produce un precipitado blanco abundante de sulfato mercurioso, soluble en el mismo ácido sulfúrico diluido y en los sulfatos de potasa y de sosa.

El sulfato ferroso, precipita primero sulfato mercurioso y despues reduce esta sal separando mercurio metálico.

Si se vierte en una lámina de cobre pulimentada una gota de disolucion mercuriosa y despues de algunos minutos se frota con un papel, el cobre parece plateado; calentándole con precaucion, este plateado desaparece. Esta reaccion es muy sensible y característica.

Disoluciones mercúricas. La potasa, precipita en amarillo el óxido mercúrico, insoluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco, precipita en blanco, soluble en los ácidos clorhídrico y nítrico, mucho más fácilmente en el primero que en el segundo.

El carbonato de potasa, produce un precipitado rojo oscuro de una sal básica.

El cianuro de mercurio, no precipita las disoluciones de cloruro mercúrico; pero en las de nítrato mercúrico, origina un precipitado blanco, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, no precipita tampoco las disoluciones de cloruro mercúrico, pero sí produce uno blanco en las de nítrato mercúrico.

El sulfato ferroso, no modifica las disoluciones de cloruro mercúrico; pero en las de nítrato mercúrico precipita primero sulfato mercurioso, y despues se separa el mercurio metálico.

El ferrocianuro de potasio, precipita en blanco despues de algun tiempo. Este precipitado se convierte

en azul como consecuencia de la formación de azul de prusia y disolución de cianido de mercurio.

El hidrógeno sulfurado, produce un precipitado negro, que agitado con el exceso de disolución mercurial, se transforma en blanco; pero que cuando el hidrógeno sulfurado está en exceso, es completamente negro.

El sulfuro de amonio, da lugar á las mismas reacciones, y por último, á un precipitado negro de sulfuro de mercurio, insoluble en un exceso de reactivo.

El ioduro de potasio, produce un precipitado rojo cinábrio, de biioduro de mercurio, soluble en un exceso de reactivo, y también en un exceso de disolución mercurial.

El cromato de potasa, precipita en disoluciones concentradas, el cromato mercúrico rojo amarillento.

Una gota de disolución mercúrica, depositada sobre una lámina de cobre y frotada después de algunos minutos con un papel, platea dicho metal, pero como en el caso de una disolución mercuriosa, el plateado desaparece por la acción del calor, gracias á la volatilidad del mercurio.

La reacción del ácido clorhídrico y los cloruros sobre las disoluciones mercuriosas, que precipitan el cloruro mercurioso, distingue á ésta de las disoluciones mercúricas, con las cuales, no hay precipitación. Si por casualidad estuviesen mezcladas ambas disoluciones, se distinguirían, precipitando con ácido clorhídrico la disolución mercuriosa. Se filtra y añade al líquido filtrado potasa, que precipita en amarillo la disolución mercúrica, caso de que exista.

Las disoluciones de mercurio, se distinguen perfectamente de las de plata y plomo por el plateado que produce sobre una lámina de cobre, plateado que desaparece por la acción del calor.

Disoluciones de Cobre.

También el cobre puede encontrarse disuelto al estado mínimo ó máximo de oxidación. En ambos casos, sus reacciones son diferentes y por ello se tratan con separación.

Disoluciones cuprosas. Son incoloras. Con la potasa en exceso, se produce un precipitado de hidrato de óxido cuproso insoluble en un exceso de reactivo.

El amoníaco en exceso, no precipita las disoluciones cuprosas; al pronto quedan incoloras, pero por la acción del oxígeno del aire, una parte del cobre pasa al máximo de oxidación colorando toda la masa líquida en azul.

El carbonato de potasa, produce un precipitado amarillo de carbonato cuproso.

El carbonato de amoníaco, se comporta como el amoníaco, con la sola diferencia de producirse una efervescencia debida al desprendimiento del ácido carbónico.

El hidrógeno sulfurado, produce un precipitado negro de sulfuro de cobre, soluble en el ácido nítrico.

El sulfuro de amonio, origina el mismo precipitado negro de sulfuro de cobre, insoluble en un exceso de reactivo y soluble en el ácido nítrico.

El ioduro de potasio, produce un precipitado blanco de ioduro cuproso.

Disoluciones cúpricas. Son azules ó verdes y se distinguen por las reacciones siguientes:

La potasa, produce un voluminoso, precipitado azul de hidrato de óxido cúprico, que por la ebullición con un exceso de potasa, se transforma en negro y pierde la casi totalidad de su agua de hidratación.

El amoniaco, en pequeña cantidad, produce un precipitado verdoso de una subsal cúprica, que con gran facilidad se disuelve en un exceso de amoniaco, proporcionando una disolucion de un bello azul.

El carbonato de potasa, precipita un hidrocobrato de cobre voluminoso de color azul. Cuando se lava con agua fria el precipitado, se hace más pesado y cambia su color por el verde.

El carbonato de amoniaco, presenta la misma reaccion que el amoniaco libre.

El cianuro de potasio, produce un ligero precipitado amarillo verdoso, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, precipita en blanco azulado, el fosfato cúprico.

El ácido oxálico, produce en disoluciones néutras un precipitado blanco azulado, de oxalato cúprico.

El ferrocianuro de potasio, origina un precipitado rojo oscuro, de ferrocianuro de cobre. Las más pequeñas trazas de óxido cúprico en disolucion, pueden descubrirse por este reactivo.

El hidrógeno sulfurado, precipita en disoluciones néutras ó ácidas el sulfuro de cobre negro.

El sulfuro de amonio, precipita igualmente el sulfuro de cobre, de color negro, insoluble en un exceso de reactivo.

El ioduro de potasio, precipita el ioduro de cobre blanco, soluble en un exceso de reactivo.

El cromato de potasa, produce un precipitado rojo oscuro de cromato cúprico, que se disuelve muy bien en el amoniaco, formando una disolucion verde esmeralda.

El hierro pulimentado, precipita el cobre metálico con su color característico. Pequeñas cantidades de cobre en disolucion, pueden ser descubiertas de este

modo, pues el hierro se recubre de cobre metálico.

Las disoluciones cúpricas, no pueden ser confundidas con las disoluciones cuprosas, primero por su distinto color, y segundo por las reacciones que dan con los álcalis y los carbonatos alcalinos. Tampoco pueden confundirse con los de mercurio, plata y plomo, sobre todo por la cementación con el hierro metálico.

Disoluciones de Cadmio.

Se distinguen las disoluciones de cadmio, por medio de las reacciones siguientes:

La potasa, produce un precipitado blanco de óxido de cadmio, insoluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco, da igual precipitado; pero muy soluble en un exceso de reactivo.

El carbonato de potasa, produce un precipitado blanco de carbonato de cadmio.

La misma reaccion, con el carbonato de amoniaco.

El cianuro de potasio, origina un precipitado blanco, de cianuro de cadmio, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, precipita en blanco el fosfato de cadmio, soluble en un exceso de disolucion de cadmio.

El ácido oxálico, añadido en disoluciones neutras precipita el oxalato de cadmio, soluble en el amoniaco.

El ferrocianuro de potasio, produce un precipitado blanco, ligeramente amarillento, de ferrocianuro de cadmio, soluble en el ácido clorhídrico.

El hidrógeno sulfurado, precipita el sulfuro de cadmio amarillo. Esta reaccion es característica,

pues solo el cadmio da origen á un sulfuro amarillo, insoluble en el sulfuro de amonio.

El sulfuro de amonio, precipita igualmente el sulfuro de cadmio amarillo, insoluble en un exceso de reactivo.

La reaccion que las disoluciones de cadmio producen con el hidrógeno sulfurado y sulfuro de amonio, las distinguen por completo de las de cobre, mercurio, plata y plomo.

Disoluciones de Bismuto.

Las disoluciones de bismuto se enturbian como las de antimonio, por la adición de agua. Se distinguen sin embargo, ambos metales, en que el precipitado de bismuto no se disuelve como el de antimonio en el ácido tártrico y si en en el ácido clorhídrico,

La potasa, produce en las disoluciones de bismuto, un precipitado blanco insoluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco, obra de la misma manera.

El carbonato de potasa, precipita en blanco el carbonato de bismuto, insoluble en un exceso de precipitante.

La misma reaccion produce el carbonato de amoniaco.

El cianuro de potasio, origina un precipitado blanco de cianuro de bismuto, insoluble en un exceso de reactivo; pero soluble en los ácidos.

El fosfato de sosa, produce un precipitado blanco de fosfato de bismuto, más soluble en ácido clorhídrico que en ácido nítrico.

El ácido oxálico, produce, despues de algun tiempo, un precipitado cristalino de oxalato de bismuto, soluble en ácido clorhídrico.

El ferrocianuro de potasio, precipita en blanco el ferrocianuro de bismuto, insoluble en ácido clorhídrico.

El hidrógeno sulfurado, produce en disoluciones néutras ó ácidas, un precipitado negro de sulfuro de bismuto.

El sulfuro de amonio, precipita igualmente el sulfuro de bismuto negro, insoluble en un exceso de reactivo.

El ioduro de potasio, origina un precipitado oscuro de ioduro de bismuto, fácilmente soluble en un exceso de precipitante.

El cromato de potasa, da un precipitado amarillo de cromato de bismuto, soluble en el ácido nítrico diluido.

La facilidad con que las disoluciones de bismuto se enturbian por la adición de agua, cuyo enturbiamiento desaparece añadiendo ácido clorhídrico, unido á las reacciones que acabamos de examinar, imposibilita que se las confunda con las de cadmio, cobre, mercurio, plata y plomo.

TERCER GRUPO.

NÍQUEL-COBALTO-HIERRO-MANGANESO-ZINC-
ALUMINIO-CROMO.

Disoluciones de Níquel.

Las disoluciones de níquel, presentan un bello color verde y se caracterizan por los siguientes reactivos:

La potasa, produce un precipitado verde manzana de hidrato de óxido de níquel, soluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco en pequeña cantidad, produce una enturbacion verde que fácilmente desaparece en un exceso de amoniaco, dando una disolucion azul violada interna.

El carbonato de potasa, precipita el hidrocarbonato de níquel, de color verde manzana.

El carbonato de amoniaco, precipita tambien el carbonato de níquel verde manzana, soluble en un exceso de reactivo.

El cianuro de potasio, da un precipitado blanco verdoso que se disuelve en un exceso del precipitante.

El fosfato de sosa, produce un precipitado blanco de fosfato de níquel, soluble en un exceso de disolucion de níquel.

El ácido oxálico, no produce al pronto precipitado en las disoluciones néutras de níquel, pero alcabo de algun tiempo se precipita el oxalato de níquel blanco verdoso. Este precipitado es soluble en el amoniaco.

El ferrocianuro de potasio, da un precipitado blanco ligeramente verdoso, de ferrocianuro de níquel, insoluble en el ácido clorhídrico.

El hidrógeno sulfurado, no precipita las disoluciones ácidas de níquel.

El sulfuro de amonio, da en disoluciones néutras ó básicas un precipitado negro de sulfuro de níquel, ligeramente soluble en un exceso de sulfuro cuando éste es de color amarillo; pero insoluble en el mismo, si se emplea en un sulfuro de amonio incoloro y recientemente preparado.

La reaccion que las disoluciones de níquel presentan con el amoniaco, puede confundirlas con las de cobre; pero se las distingue con facilidad, ya porque no precipitan con el hidrógeno sulfurado, ó ya porque una lámina de hierro no cementa cobre metálico.

Disoluciones de Cobalto.

Las disoluciones de cobalto son rosas ó azules, segun que estén diluidas ó concentradas y se reconocen por las siguientes reacciones:

La potasa, produce un precipitado azul de una sal básica, que al contacto del aire cambia su color por el gris azulado ó verde. Al abrigo del contacto del aire, el precipitado azul se convierte en un precipitado rojo transformándose en hidrato de óxido de cobalto. Este precipitado es insoluble en un exceso del precipitante.

El amoniaco en pequeña cantidad, produce un precipitado azul que se disuelve en un exceso de reactivo formando un líquido rojo pronunciado.

El carbonato de potasa, produce un precipitado rosa de carbonato de cobalto, mezclado con hidrato de óxido de cobalto.

El carbonato de amoniaco, precipita el carbonato de cobalto rojo, soluble en un exceso de reactivo, formando un líquido rojo y en el cloruro de amonio. Por esta razon el carbonato de amoniaco no precipita en presencia de dicho compuesto.

El cianuro de potasio, da un precipitado rojo oscuro, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, da un precipitado azul, de fosfato de cobalto, soluble en un exceso de disolucion de cobalto.

El ácido oxálico, no produce al pronto precipitado en las disoluciones de cobalto; pero alcabo de algun tiempo, se precipita el oxalato de cobalto de color rosa muy pálido, casi blanco.

El ferrocianuro de potasio, produce un precipitado

verde de ferrocianuro de cobalto, insoluble en el ácido clorhídrico.

Cuando se mezcla óxido pulga de plomo con una disolución de cobalto, se precipita, sobre todo en caliente, el sesquióxido de cobalto.

El sulfuro de amonio, produce en disoluciones neutras un precipitado negro de sulfuro de cobalto insoluble en un exceso de reactivo y en el ácido clorhídrico diluido.

Las reacciones que acabamos de enumerar, distinguen perfectamente las disoluciones de cobalto de las de níquel, sobre todo, la que tiene lugar con el óxido pulga de plomo que precipita las de cobalto y carece de acción sobre las de níquel y la disolución producida por un exceso de amoníaco, azul, tratándose de sales de níquel, y roja cuando se opera sobre disoluciones de cobalto.

Disoluciones de Hierro.

El hierro se presenta en el análisis al estado mínimo ó máximo de oxidación, y como las reacciones son distintas en uno y otro caso, las trataremos separadamente.

Disoluciones ferrosas. Son incoloras ó de un color verde muy claro. Se distinguen del modo siguiente:

La potasa, produce un precipitado blanco, que por el contacto del aire, se transforma en gris y rojo oscuro por la formación del hidrato de óxido férrico.

El amoníaco, obra de la misma manera; pero cuando en la disolución existe mucho cloruro de amonio, no se produce precipitado. Solo por el contacto del aire se produce uno rojo oscuro de óxido férrico.

El carbonato de potasa, precipita el carbonato ferroso blanco verdoso, que por el contacto del aire se descompone con formacion de óxido férrico de color oscuro.

El fosfato de sosa, produce un precipitado blanco de fosfato ferroso, que por la accion del oxígeno del aire, toma el color azul, estando formado entonces por los fosfatos ferroso y férrico.

El ácido oxálico, y mejor los oxalatos neutros alcalinos, coloran en amarillos las disoluciones ferrosas, y despues precipitan el oxalato ferroso de color amarillo.

El ferrocianuro de potasio, precipita el ferrocianuro ferroso, blanco, que por el contacto del aire, se transforma en azul, por la formacion de azul de prusia.

El ferricianuro de potasio, produce un precipitado azul pronunciado de azul de prusia. Es insoluble en el ácido clorhídrico, y se descompone por la accion de la potasa, con precipitacion de hidrato de óxido férrico.

El cianuro de potasio, da un precipitado rojo oscuro, que se disuelve aunque con lentitud; pero por completo, en un exceso de reactivo. La disolucion contiene entonces el ferrocianuro de potasio.

El sulfocianuro de potasio, no actua sobre las disoluciones ferrosas, cuando están completamente libres de disolucion férrica.

El hidrógeno sulfurado, carece de accion sobre las sales ferrosas.

El sulfuro de amonio, precipita el sulfuro de hierro, negro, insoluble en un exceso de reactivo y soluble en el ácido clorhídrico diluido.

El cloruro de oro, precipita oro metálico.

Disoluciones férricas. Son por lo general amarillas.

La potasa, produce un precipitado voluminoso, rojo oscuro, de hidrato de óxido férrico.

El amoniaco, produce la misma reaccion.

El carbonato de potasa, precipita igualmente el hidrato de óxido férrico, rojo oscuro.

El carbonato de amoniaco da la misma reaccion.

El cianuro de potasio, produce un precipitado rojo oscuro, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, precipita en blanco el fosfato férrico.

El ácido oxálico, no precipita las disoluciones férricas néutras. Solo el líquido, toma un color amarillento.

El ferrocianuro de potasio, produce un precipitado azul, de azul de prusia.

El ferricianuro de potasio, no precipita las disoluciones férricas; pero el líquido se colora en oscuro pronunciado. Débiles cantidades de óxido ferroso en disolucion, producirian un precipitado azul de prusia.

El sulfocianuro de potasio, tampoco precipita las disoluciones férricas; pero las hace tomar un color rojo de sangre. Las más pequeñas cantidades de sal férrica, pueden descubrirse por este reactivo.

El hidrógeno sulfurado, reduce las disoluciones férricas con precipitacion de azufre lechoso.

El sulfuro de amonio, produce un precipitado negro de sulfuro de hierro, insoluble en un exceso de reactivo, pero que se disuelve con facilidad en el ácido clorhídrico diluido.

Las disoluciones férricas se distinguen de las ferrosas, sobre todo, por la manera como reaccionan con el ferrocianuro de potasio y el sulfocianuro de po-

tasio. Las mismas reacciones imposibilitan que se las confunda con las de cobalto y de níquel.

Disoluciones de Manganeso.

Las disoluciones de manganeso, son incoloras y se caracterizan por las siguientes reacciones.

La potasa, produce un precipitado blanco, de hidrato de óxido manganeso, que por el contacto del oxígeno del aire se pone oscuro debido á la formacion de grados superiores de oxidacion del manganeso.

El amoniaco, produce una reaccion idéntica, pero en presencia del cloruro de amonio no hay precipitacion hasta que se efectúa la de un grado superior de oxidacion del manganeso, por la accion del oxígeno del aire.

El carbonato de potasa, precipita en blanco el hidrocarbonato de manganeso.

La misma reaccion, produce el carbonato de amoniaco.

El cianuro de potasio, origina un precipitadorojo claro, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, precipita el fosfato de manganeso blanco, que no cambia de color por el contacto del aire.

El ácido oxálico, produce al cabo de algun tiempo en disoluciones néutras y concentradas, un precipitado blanco, cristalino, de oxalato de manganeso, insoluble en un exceso de reactivo.

Si se calienta óxido pulga de plomo ó minio, con ácido nítrico muy diluido y se añadedespues unas gotas de disolucion de óxido manganeso, se produce una coloracion púrpura, debida á la formacion del sesquióxido de manganeso. Esta reaccion es caracteris-

tica y permite descubrir las más pequeñas trazas de manganeso.

El ferrocianuro de potasio, produce un precipitado blanco, ligeramente rosado, soluble en los ácidos libres.

El hidrógeno sulfurado, no precipita las disoluciones ácidas de manganeso.

El sulfuro de amonio, produce un precipitado color de carne, de sulfuro de manganeso, insoluble en un exceso de reactivo. Esta reacción es característica.

Las reacciones que las disoluciones de manganeso presentan con el óxido pulga de plomo y ácido nítrico diluido y con el sulfuro de amonio, imposibilitan confundirlas con las de hierro, cobalto y níquel.

Disoluciones de Zinc.

Son incoloras y se caracterizan del modo siguiente:

La potasa, produce un precipitado blanco de hidrato de óxido de zinc, soluble en un exceso de reactivo.

El amoniaco, precipita igualmente el hidrato de óxido de zinc blanco, voluminoso, que se disuelve con suma facilidad en un exceso de reactivo.

El carbonato de potasa, precipita el hidrocarbonato de zinc blanco, insoluble en un exceso de reactivo.

El carbonato de amoniaco, produce también un precipitado blanco, pero soluble en un exceso de precipitante.

El cianuro de potasio, precipita en blanco el cianuro de zinc, soluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, precipita en disoluciones neutras el fosfato de zinc blanco, soluble en los ácidos y en la potasa y el amoniaco.

El ferrocianuro de potasio, produce en las disoluciones de zinc un precipitado blanco gelatinoso, insoluble en el ácido clorhídrico.

El ferricianuro de potasio, da un precipitado amarillo rojizo, que se disuelve en ácido clorhídrico.

El hidrógeno sulfurado, no precipita el zinc de sus disoluciones ácidas cuando el ácido libre es mineral; pero cuando éste ácido es orgánico, como el acético, por ejemplo, se precipita sulfuro de zinc blanco.

El sulfuro de amonio, precipita el sulfuro de zinc de color blanco. Esta reacción es característica.

Las disoluciones de zinc, se diferencian de las de manganeso, hierro, cobalto, y níquel, por el precipitado blanco de sulfuro de zinc, que produce en contacto del sulfuro de amonio.

Disoluciones de Aluminio.

Las disoluciones de aluminio, son incoloras y presentan las reacciones siguientes:

La potasa, produce un precipitado blanco voluminoso, de hidrato de alúmina, soluble por completo en un exceso de reactivo.

El amoníaco, precipita también alúmina hidratada; pero insoluble en un exceso de reactivo,

El carbonato de potasa, produce un precipitado blanco voluminoso, de alúmina hidratada, casi insoluble en un exceso del precipitante.

El carbonato de amoníaco, produce la misma reacción.

El cianuro de potasio, precipita del mismo modo, alúmina hidratada, insoluble en un exceso de reactivo.

El fosfato de sosa, da un precipitado gelatinoso de

fosfato de alúmina, blanco, soluble en el ácido clorhídrico y en la potasa.

Si á una disolucion concentrada de alúmina, se añade otra de potasa y bastante ácido sulfúrico, para que el líquido esté algo ácido, se depositan al cabo de algun tiempo, cristales de alumbre.

El agua de barita, precipita hidrato de alúmina, soluble en un exceso de reactivo.

El ferrocianuro de potasio, precipita despues de algun tiempo las disoluciones de alúmina. Este precipitado, permanece largo tiempo en suspension en el líquido.

El hidrógeno sulfurado, carece de accion sobre las disoluciones néutras ó ácidas de alúmina.

El sulfuro de amonio, precipita en blanco el hidrato de alúmina gelatinoso, y el gas hidrógeno sulfurado, se desprende con efervescencia, reconocible por su olor característico. Este precipitado, es insoluble en la potasa.

Se distinguen las disoluciones de alúmina de las de zinc, manganeso, hierro, cobalto y níquel, por la accion que ejerce sobre las mismas el sulfuro de amonio, pues aunque el precipitado es blanco como el del sulfuro de zinc, su solubilidad en la potasa y el desprendimiento de hidrógeno sulfurado cuando se forma, no permite confundirlos.

Disoluciones de Cromo.

Las disoluciones de cromo, son verdes ó violetas y producen las reacciones siguientes:

La potasa, da un ligero precipitado verde que se disuelve en un exceso de reactivo, formando una disolucion verde.

El amoniaco, precipita el sesquióxido de cromo azulado, ligeramente violeta, insoluble en un exceso de reactivo, sobre todo, cuando se calienta largo tiempo.

El carbonato de potasa, precipita el hidrato de sesquióxido de cromo verde, que por un contacto prolongado, se convierte en azul, y parece violeta á la luz de las bugías. Este precipitado, es parcialmente soluble en un exceso de reactivo.

El carbonato de amoniaco, obra de la misma manera.

El fosfato de sosa, produce en las disoluciones néutras de color azul, un precipitado pesado, azul violeta. En las disoluciones néutras verdes, no se produce al pronto precipitado; pero despues de algun tiempo de contacto, se forma uno verde voluminoso.

El hidrógeno sulfurado, no precipita las disoluciones de cromo.

El sulfuro de amonio, produce una efervescencia. Se desprende hidrógeno sulfurado reconocible por su olor, y se precipita el hidrato de sesquióxido de cromo verde.

Son tan características las reacciones de las disoluciones de cromo, que no es posible confundirlas con las de aluminio, zinc, manganeso, hierro, cobalto y níquel.

CUARTO GRUPO.

BARIO-ESTRONCIO-CALCIO-MAGNESIO.

Disoluciones de Bario.

Las disoluciones de bario, son incoloras y presentan las siguientes reacciones:

El ácido sulfúrico y los sulfatos, incluso el sulfato de cal en disolución, producen en las de bario un precipitado blanco, insoluble en los ácidos, de sulfato de barita.

El cromato de potasa, produce un precipitado amarillo claro de cromato de barita, soluble en el ácido nítrico.

El ácido hidrosilícico, produce un precipitado cristalino de silicato de barita, casi insoluble en los ácidos clorhídrico y nítrico.

La potasa, produce un precipitado blanco voluminoso de hidrato de barita, soluble en una cantidad de agua considerable.

El amoníaco completamente libre de carbonato de amoníaco, no produce precipitado en las disoluciones de bario.

Los carbonatos de potasa, de sosa y amoníaco, precipitan el carbonato de barita blanco, soluble con efervescencia en los ácidos nítrico y clorhídrico.

El fosfato de sosa, precipita fosfato de barita blanco, soluble en los ácidos nítrico y clorhídrico.

El fosfato de sosa, precipita fosfato de barita blanco, soluble en los ácidos clorhídrico y nítrico.

El ácido oxálico y el bioxalato de potasa, no precipita las disoluciones de barita.

El succinato neutro de amoníaco, produce un precipitado blanco, de succinato de barita.

Una disolución concentrada de iodato de sosa, preparada en frío, produce un precipitado blanco inmediato, de iodato de barita.

El ferrocianuro de potasio, produce en las disoluciones concentradas de barita, un precipitado ligeramente amarillo, soluble en el ácido clorhídrico diluido.

Disoluciones de Estroncio.

Las disoluciones de estroncio, presentan reacciones análogas á las de bario.

El ácido sulfúrico y los sulfatos, producen un precipitado blanco de sulfato de estronciana, insoluble en los ácidos.

El cromato de potasa, no produce al pronto precipitado con las disoluciones de estroncio. Cuando éstas son concentradas, se produce uno amarillo, cristalino, despues de algun tiempo de contacto, formado por el cromato de estronciana. Este precipitado, es soluble en el ácido nítrico.

El ácido hidrofúosilícico, no precipita las disoluciones de estroncio.

La potasa, produce un precipitado blanco de hidrato de estronciana, soluble en una gran cantidad de agua y en el cloruro de amonio.

El amoniaco, no precipita las disoluciones de estroncio cuando está completamente libre de carbonato de amoniaco.

El ácido oxálico y el bioxalato de potasa, precipitan las disoluciones concentradas de estroncio, cuyo precipitado aumenta considerablemente con la adición de un poco de amoniaco.

El succinato de amoniaco, no precipita las disoluciones de estroncio, sino en el caso de estar muy concentradas.

El iodato de sosa preparado en frío, no precipita las disoluciones de estroncio. Solo cuando están muy concentradas se forma uno despues de algun tiempo de contacto, de iodato de estronciana.

El agua de barita, precipita el hidrato de estronciana.

El agua de barita, precipita el hidrato de estron-
ciana, que se deposita despues de algun tiempo de
contacto.

El ferrocianuro de potasio, no precipita las disolu-
ciones de estroncio, aun cuando estén concentradas.

Las disoluciones de estroncio se diferecian de las de
bario, porque no precipitan, ni por el ácido hidro-
fuosilícico, ni por el ferrocianuro de potasio.

Disoluciones de Calcio.

Se caracterizan las disoluciones de calcio por las
siguientes reacciones:

El ácido sulfúrico y los sulfatos, no precipitan las
disoluciones diluidas de calcio. Cuando están muy
concentradas, se produce una de sulfato de cal, so-
luble en frio, en un gran exceso de agua.

El ácido hidrofusilícico, no produce precipitado
en las disoluciones de cal.

Tampoco lo forma el cromato de potasa.

La potasa, precipita hidrato de cal, soluble en
un gran exceso de agua y en el cloruro de amonio.

El amoniaco, no precipita cuando está libre de
ácido carbónico.

Los carbonatos alcalinos, precipitan carbonato de
cal blanco, soluble con efervescencia en los ácidos
diluidos.

El ácido oxálico y los oxalatos, producen aun en
disoluciones muy diluidas estando néutras ó básicas,
un precipitado blanco de oxalato de cal. Esta reac-
cion es muy sensible.

El fosfato de sosa, no precipita las disoluciones de
cal.

El agua de barita, precipita hidrato de cal, soluble
en una gran cantidad de agua.

El ferrocianuro de potasio, no precipita las disoluciones de cal, sino en el caso de estar muy concentradas y despues de algun tiempo de contacto.

Como las disoluciones de cal no precipitan por una disolucion concentrada de sulfato de cal, al par que las de estroncio y bario, producen en el mismo caso uno de sulfato, no es posible confundir estas disoluciones con aquella.

Disoluciones de Magnesio.

Se reconocen por los caractéres siguientes:

El ácido sulfúrico y los sulfatos, no precipitan las disoluciones de magnesio.

Tampoco precipitan por el ácido hidrofluosilícico.

La potasa, precipita hidrato de magnesia blanco, voluminoso, insoluble en el agua, aun cuando se añada una gran cantidad.

El amoniaco, precipita igualmente hidrato de magnesia. En presencia del cloruro de amonio, éste precipitado no se forma ó se obtiene uno casi insignificante.

El carbonato de potasa, precipita el hidrocarbonato de magnesia blanco.

El carbonato de amoniaco, no produce precipitado.

El fosfato de sosa, precipita fosfato de magnesia blanco, en presencia del amoniaco y del cloruro de amonio. El precipitado es de fosfato magnésico-amónico completamente insoluble en el agua y el amoniaco.

El ácido oxálico y los oxalatos, no precipitan las disoluciones de magnesia, sobre todo, en presencia de una gran cantidad de cloruro de amonio.

El agua de barita, precipita el hidrato de magnesia blanco.

El ferrocianuro de potasio, produce un precipitado blanco abundante. Si las disoluciones son muy diluidas, no se forma precipitado, á no ser que se añada amoniaco.

Las disoluciones de magnesia se diferencian de las de estroncio y de bario, porque no precipitan con el ácido sulfúrico ni los sulfatos, y de las de cal, porque no forman precipitado, sobre todo, en presencia de las sales amoniacales, con los oxalatos alcalinos.

QUINTO GRUPO.

POTASIO-SODIO-AMONIO.

Disoluciones de Potasio.

Se reconocen las disoluciones de potasio por los caracteres siguientes:

Una disolucion concentrada de ácido tártrico, produce un precipitado de tartrato ácido de potasa, poco soluble en el agua. Este precipitado se presenta más rápidamente por la agitacion con una barilla de vidrio, pero como es soluble, aunque poco, en el agua, es preciso para que se presente, que las disoluciones sean concentradas.

El cloruro de platino, produce un precipitado amarillo claro de cloruro platínico potásico, poco soluble en el agua y menos aun, en el alcohol. Por esta razon, se debe adicionar el todo con su volúmen de alcohol.

El ácido hidrofúosilícico, produce un precipitado blanco gelatinoso, poco soluble en el agua y que se deposita poco á poco.

Una disolucion concentrada de sulfato de alúmina,

produce un precipitado cristalino de alumbre, en las disoluciones concentradas tambien de potasa.

El ácido perclórico, precipita perclorato de potasa insoluble en el alcohol.

Disoluciones de Sodio.

Las disoluciones de sódio se reconocen por sus caracteres negativos. Y con efecto, no precipitan por el cloruro de platino, por el sulfato de alúmina, ni por los ácidos tártrico y perclórico. Solo el ácido hidrosilícico produce un precipitado de fluosilicato de sosa en disoluciones concentradas y el antimoniato de potasa, otro de antimoniato de sosa, poco soluble. Este carácter, unido á sus reacciones negativas, diferencian muy bien las disoluciones de sódio de las de potasio.

Disoluciones de Amonio.

Se reconocen las disoluciones de amonio por los caracteres siguientes:

El cloruro de platino, precipita cloruro platínico amónico amarillo, en las mismas condiciones que una disolucion de potasio.

El sulfato de alúmina en disoluciones concentradas, produce un precipitado cristalino, de alumbre amoniacal, soluble en una gran cantidad de agua.

El ácido perclórico, no precipita las disoluciones amoniacaes.

El ácido tártrico, añadido en gran cantidad en disolucion concentrada, produce un precipitado de

tartrato ácido de amoniaco, soluble en un exceso de amoniaco por formarse el tartrato básico del mismo radical.

Se diferencian las disoluciones de amonio, de las sódio, por el precipitado que producen con el cloruro de platino. De las de potasio pueden distinguirse bien, calcinando los precipitados que respectivamente producen con el mismo reactivo, pues el cloroplatinato de potasio, deja como residuo una mezcla de cloruro de potasio y de platino, y el cloroplatinato de amoniaco solo platino metálico. La no precipitación de las disoluciones de amoniaco por el ácido perclórico, es tambien un buen carácter para distinguirlas de las de potasio.

IV.

Reconocimiento cualitativo de los minerales metálicos.

Cuando se trata de analizar un mineral metálico, raras veces es preciso acudir al análisis cualitativo general siguiendo la marcha trazada en el anterior artículo, para conocer su naturaleza. Los caracteres mineralógicos unidos á algunas ligeras reacciones químicas, bastan para distinguirlos. Ahora bien, como la composición química de cada especie de mineral, por lo general es la misma, se puede, desde luego, proceder á su ensayo ó análisis, segun el caso. Por esta razon, en el presente artículo nos proponemos indicar los medios que el quimico tiene á su disposición para conseguir el indicado objeto, tratando cada metal con separacion.

Minerales de Hierro.

El hierro muy esparcido en la naturaleza, se encuentra en casi la totalidad de los minerales metálicos; pero los de hierro propiamente dichos, se dividen en tres grandes agrupaciones. Minerales magnéticos, minerales peroxidados, minerales carbonatados.

Minerales magnéticos. Se reconocen fácilmente porque son atraídos por una barra imantada. Se presentan, ya con el aspecto cristalino, ó ya bajo la forma de masas compactas de un color verde oscuro, á veces, casi negro. Reducidos á polvo, se disuelven en ácido clorhídrico, cuya disolución, tratada por el amoníaco, produce un precipitado oscuro de peróxido de hierro, y el líquido despues de filtrado se enturbia nuevamente por la peroxidación y precipitación del óxido ferroso que es soluble en el amoníaco.

Minerales peroxidados. Los hay anhidros é hidratados. Los primeros son:

El hierro oligisto, que se presenta en cristales definidos derivados de un romboédro cuyo ángulo es de 86° ó en masas potentes de aspecto cristalino. Presenta por lo general, brillo metálico pronunciado y color gris, pero reducidos á polvo fino, su color es el rojo algo violado. Es completamente soluble, sobre todo en caliente, en el ácido clorhídrico, formando una disolución amarilla que produce un abundante precipitado gelatinoso oscuro de hidrato de peróxido de hierro.

El hierro especular es la misma variedad de hierro, tomando este nombre cuando los cristales afectan la forma de lamelas planas brillantísimas compara-

bles á espejos metálicos. Reducido á polvo fino presenta color rojo violado, y disuelto en ácido clorhídrico proporciona el mismo precipitado que el anterior.

El hierro micáceo es otra variedad de hierro oligisto, que se caracteriza por estar compuesto de pajuelas cristalinas muy pequeñas y poco adherentes entre sí, por cuya razón, manchan los dedos, y el papel en rojo violado. Como los anteriores, se disuelve en ácido clorhídrico, cuya disolución amarilla, precipita abundantemente por el amoníaco.

La hematita roja es de un color rojo más ó menos violado. Su textura es fibrosa ó concrecionada, y reducida á polvo, presenta el color rojo vivo. Cuando se frota con ella un biscocho de porcelana, deja una señal roja. Se disuelve en el ácido clorhídrico con mucha más facilidad que las especies anteriores, y como ellas, da un abundante precipitado con el amoníaco.

Las principales variedades de peróxido de hierro hidratado, son la hematita parda y los minerales compactos.

La hematita parda, presenta un color oscuro pronunciado, textura variable, fibrosa, concrecionada ó estalactítica. Frotada sobre un biscocho de porcelana, deja una mancha oscura, carácter que la distingue de la hematita roja. Se disuelve fácil y completamente en el ácido clorhídrico, y su disolución amarilla precipita abundantemente con el amoníaco, como todos los minerales de hierro.

Los minerales compactos, presentan un color oscuro menos pronunciado que el de la hematita parda, su textura compacta, y fractura irregular. Se disuelve en ácido clorhídrico, y con el amoníaco se produ-

ce un abundante precipitado oscuro de hidrato de peróxido de hierro.

El hierro carbonatado se explota en dos variedades distintas, el espático y el lithoide. El primero se presenta ordinariamente en masas lamelares ó simplemente con el aspecto cristalino. Cuando se acaba de extraer de la mina, es blanco, pero por la acción del oxígeno del aire, se oscurece, debido á su composición y transformación en peróxido de hierro. La variedad lithoide, que se explota en el terreno ultero, presenta una textura compacta en lo general, y raras veces fibrosa. Su color varía del gris, al oscuro pronunciado y al negro. Ambas variedades de carbonato ferroso, se disuelven con efervescencia en el ácido clorhídrico, y su disolución tratada por una gota de ácido nítrico, oscurece primero, y después se presenta el color amarillo de las disoluciones férricas. En este estado, precipita como todas ellas, en abundancia, el hidrato de peróxido de hierro, por la adición del amoniaco.

Minerales de Manganeso.

El manganeso en diversos estados de oxidación, tales como los sesquióxido, óxido manganeso manganico y peróxido de manganeso, ya anhidros ó hidratados, son los minerales explotados. Rara vez están separadas estas especies, y bajo el punto de vista industrial, los manganesos que se explotan son mezclas de todas ellas. Se reconoce el mineral de manganeso por su color oscuro, casi negro ó completamente negro, cuyo polvo tiñe las manos, sobre todo, en las especies hidratadas. Se disuelven bien en ácido clorhídrico con desprendimiento de cloro, gas que fácil-

mente se distingue por su color y olor fuerte y sofocante.

Cuando se quiere tener la certeza de la presencia del manganeso en un mineral, lo mejor es poner un poco de él reducido á polvo fino en un tubo de ensayo, añadir minio ó bióxido de plomo, ácido nítrico y agua. Se hace hervir todo con una lámpara de espíritu de vino, y despues se deja reposar. Si contiene manganeso, el líquido claro presenta un color rosa tanto más pronunciado, cuanto mayor es la cantidad de manganeso.

Minerales de Níquel.

El níquel se encuentra en várias especies minerales, de las cuales, las más importantes son las siguientes:

El sulfuro de níquel, amarillo de bronce con brillo metálico. Se presenta á veces en cristales rombóedricos. Es inatacable por el ácido clorhídrico diluido, pero se disuelve en el ácido nítrico y en el agua régia. La disolucion tratada por el amoniaco en exceso, presenta despues de filtracion un color azul púrpura característico.

Las piritas de hierro níquelíferas. Estas piritas no es fácil distinguirlas por simples observaciones mineralógicas; pero la presencia del níquel se evidencia por su disolucion en el agua régia, adicion de amoniaco y filtracion. El líquido es, caso de haber níquel, azul púrpura.

El kupferníquel ó níquel arsenical, de color rojo, que al contacto del aire pasa al gris y al negro. Rara vez se le encuentra con aspecto cristalino, sino que por lo general es amorfo, su fractura irregular y con

brillo metálico cuando su fractura es fresca. Es duro y quebradizo, esparciendo olor á ajos por el choque del martillo. Si se le ataca con agua régia, se disuelve, y como todas las especies níquelíferas, comunica un color azul púrpura, á la disolución amoniaca.

El níquel gris ó arseniosulfuro de níquel, con un color gris de acero, presentando brillo metálico en su fractura cuando está fresca; pero que al aire, prontamente toma el color gris pronunciado. Su textura, por lo general compacta, presenta á veces el aspecto cristalino. Se le reduce con facilidad en polvo fino, el cual, se disuelve bien en agua régia. Esta disolución presenta el carácter mismo que las de las otras especies de minerales de níquel.

Aun cuando el azul púrpura de las disoluciones amoniacaes de níquel sea distinto del azul pronunciado de las de cobre, en las mismas circunstancias, puede confundírselas sin embargo. Para distinguir las, basta tratarlas ligeramente con una planchita de hierro, que se cubrirá de cobre metálico, caso de ser el metal en disolución.

Minerales de Cobalto.

Las especies minerales de cobalto, son análogas á las de níquel.

El sulfuro de cobalto, se presenta con color gris de acero y brillo metálico. Su textura, por lo general, es compacta y pocas veces cristalina. Poco duro, no es atacable por el ácido clorhídrico diluido; pero se disuelve bien en el nítrico y en el agua régia.

El cobalto arsenical, es blanco gris muy brillante en su fractura fresca; pero que despues de algun tiempo, pasa al gris pronunciado. Su textura es cris-

talina ó concrecionada. Inatacable por el ácido clorhídrico, se disuelve bien en el ácido nítrico y en el agua régia.

El cobalto gris (sulfoarseniuro de cobalto) que es la especie más comun de esta clase de minerales, se presenta á veces en cristales, cúbicos ú octaédricos, de color gris de acero ligeramente rojizo, con brillo metálico. Bastante duro, da chispas por el choque del martillo y desprende un olor arsenical pronunciado. Se disuelve bien en ácido nítrico y en el agua régia; pero el ácido clorhídrico, casi no lo ataca.

El óxido de cobalto negro, presenta el aspecto terroso, quebradizo y contiene siempre un óxido de manganeso. Cuando se frota rápidamente con un pilon de ágata, toma brillo. Se disuelve en el ácido clorhídrico con desprendimiento de cloro.

Minerales de Cromo.

El hierro cromado, es el único mineral verdaderamente industrial del cromo. Se presenta con un aspecto, muy variable, unas veces en pequeños granos octaédricos dotados de brillo metálico y color casi negro, y otras en masas amorfas desprovistas de brillo metálico y con un color variable desde el negro al gris ligeramente violado. Se distingue este mineral perfectamente, porque es insoluble en los ácidos, y fundido despues de reducido á polvo fino, con potasa, carbonato de potasa y nitro en un crisol de plata, la masa fundida abandona al agua cromato de potasa amarillo. Si esta disolucion se hace hervir con ácido clorhídrico y unas gotas de alcohol, se transforma en verde por la formacion del sesqui-cloruro de cromo.

Minerales de Zinc.

Las calaminas y las blendas, que son los minerales industriales, difícilmente se conocen por caracteres mineralógicos. Solo la costumbre de verlos, hace distinguir, la calamina especialmente, de algunas especies de peróxido de hierro hidratado, ó de calisa y carbonato barítico. Pero si se disuelven en ácido clorhídrico, se peróxida el hierro, por unas gotas de ácido nítrico, se añade un exceso de amoniaco y se filtra, el líquido filtrado, produce un precipitado blanco de sulfuro de zinc, con los sulfuros alcalinos. Esta reaccion característica, impide confundir los minerales de zinc con los otros metálicos.

Las blendas se diferencian también de las calaminas, por el hecho mismo de su disolucion. Y con efecto, al reaccionar sobre ellas el ácido clorhídrico, se desprende hidrógeno sulfurado, reconocible por su olor con separacion de azufre, mientras que en las calaminas solo se nota un desprendimiento de gas ácido carbónico.

Minerales de Cadmio.

Solo el sulfuro de cadmio se encuentra hasta hoy en la naturaleza. Se le reconoce por su color amarillo y sobre todo, porque tratado por el ácido clorhídrico, se disuelve con desprendimiento de hidrógeno sulfurado; si en esta disolucion se hace pasar una corriente de gas ácido sulfhídrico, se precipita el sulfuro de cadmio amarillo, insoluble en el sulfuro de amonio.

Minerales de Bismuto.

El mineral menos raro y verdaderamente industrial, de bismuto, es el bismuto nativo. Se presenta generalmente en pequeñas masas de aspecto cristalino; á veces en cristales bien definidos, cuya forma se aproxima al cubo, tipo del primer sistema cristalino. Su color es blanco gris, brillo metálico, muy ágrio; pero algo maleable á una temperatura elevada.

La mejor manera de caracterizar el bismuto, es disolverlo en el ácido nítrico, y despues diluir con agua. Se precipita entonces el subnitrate de bismuto, blanco, insoluble en ácido tártrico y soluble en ácido clorhídrico. Este carácter, esencial á las disoluciones de bismuto, permite distinguir las con exactitud.

Minerales de Antimonio.

La valentinita ó antimoniato de óxido de antimonio y el sulfuro de antimonio, son los únicos minerales explotados. El primero se presenta en masas amorfas de aspecto terroso, con color amarillo ó amarillo verdoso, soluble con dificultad en el ácido clorhídrico. El segundo, es gris de acero un poco azulado, con brillo metálico, asemejándose mucho á la galena. Se disuelve en ácido clorhídrico en caliente, con desprendimiento de hidrógeno sulfurado. Pero el carácter esencial de estos minerales es, que una disolucion clorhídrica de antimonio, precipita por adición de agua y que éste precipitado se disuelve en ácido tártrico.

Minerales de Estaño.

La casiterita ó bióxido de estaño, es el único mineral explotado. Se presenta con dos aspectos diferentes, al estado de moscas oscuras diseminadas en una roca cuarzosa, ó con un color amarillo betonado que se asemeja mucho á las betas de la madera. Su carácter distintivo, á más de su gran gravedad específica que permite su fácil concentración por lavados, reside en su insolubilidad en los ácidos. Si se pulveriza finamente, mezcla con carbon en polvo y se calcina fuertemente en un crisol de barro á la temperatura del rojo intenso, se reduce á estaño metálico, que disuelto en el ácido clorhídrico, precipita por el sesqui-cloruro de oro, la purpura de casius.

Minerales de Plomo.

Los oxicarbonatos, carbonatos, sulfatos, fosfatos, etc., de plomo, se presentan, generalmente, al estado amorfo, mezclados con óxidos de hierro. Se reconocen por su aspecto y gravedad específica. Si se tratan por el ácido nítrico, se evapora á sequedad, añade un poco de ácido sulfúrico y evapora de nuevo, todo el plomo se transforma en sulfato, que se disuelve bien en tartrato básico de amoniaco. Esta disolución precipita, despues de filtrado, sulfuro de plomo negro, por la adición de un sulfuro alcalino.

La galena ó sulfuro de plomo, se presenta siempre con brillo metálico, de un color gris de plomo, á veces con aspecto cristalino, y aun en cristales bien definidos pertenecientes al sistema cúbico. Tratada por el ácido nítrico concentrado y evaporando hasta seque-

dad, se forma sulfato de plomo, que se disuelve en tartrato básico de amoniaco, y precipita en negro por los sulfuros alcalinos.

Minerales de Cobre.

Las especies oxidadas del cobre, casi siempre se distinguen por su color, azul ó verde. Tratadas por el ácido nítrico, se disuelven, y el líquido toma un color azul pronunciado intenso, por la adición de un exceso de amoniaco, color que se nota mucho mejor despues de separar por filtracion la parte insoluble y precipitada.

El subsulfuro de cobre, se presenta con aspecto terroso y un color oscuro ó negro. Se deja fácilmente cortar con el cuchillo y se disuelve en ácido nítrico, cuya disolucion tratada por el amoniaco, producen el mismo liquido azul que las especies oxidadas.

Las piritas de cobre, presentan color amarillo de oro con brillo metálico, á veces un aspecto bronceado y tambien disuelto en ácido nítrico, produce líquido azul con el amoniaco.

Como los minerales de níquel tambien dan disoluciones azules con el amoniaco, es preciso asegurarse de la presencia del cobre. A este efecto, se evapora hasta sequedad, se disuelve el residuo en ácido clorhídrico y sumerge en la disolucion una planchita de hierro. Si hay cobre se cementa y precipita al estado metálico.

Minerales de Mercurio.

El cinabrio ó sulfuro de mercurio, verdadero mineral industrial, se presenta amorfo ó cristalizado,

con color rojo oscuro y gran pesadez específica. Se disuelve en agua régia y si se deposita una gota de esta disolución sobre una lámina de cobre y después de algunos minutos se frota con un papel de filtro, el cobre aparece plateado. Si se calienta, el mercurio se volatiliza y el plateado desaparece.

Minerales de Plata,

La plata se encuentra en muchos minerales, pero en pequeña cantidad. Los de plomo, cobre, cobalto etc., se hallan en este caso; pero existen minerales de plata propiamente dichos, que nos proponemos examinar.

Plata nativa. Se presenta con el color, brillo y aspecto característico de la plata, bien conocidos de todos, acompañada de otras especies minerales de cobre, cobalto, níquel etc., y á veces formando ramificaciones de todas clases en el calcáreo y arcilla ferruginosa. Si se trata la plata nativa por el ácido nítrico, se disuelve y esta disolución precipita por el ácido clorhídrico y los cloruros, precipitado que ennegrece por la acción de la luz y que es soluble en el amoníaco.

Sulfuro de plata. Se presenta aislado ó en combinación con otros sulfuros metálicos, tales como el sulfuro de cobre, el de hierro etc. Mineral muy blando, se deja cortar por el cuchillo. Su color, por lo general, varía del violado al negro y su aspecto, amorfo de ordinario, suele ser algunas veces cristalino, y aun se encuentran cristales definidos que se refieren al cubo en el sulfuro de plata, y al prisma romboidal en los sulfuros dobles de cobre y de plata y de hierro y de plata. Estos minerales se disuelven bien en

el ácido nítrico, y la disolución precipita con el ácido clorhídrico y los cloruros, cloruro de plata blanco soluble en el amoniaco.

El antimonio de plata, se presenta con color blanco de plata y brillo metálico. A veces se le encuentra con textura cristalina y aun en cristales definidos, cuya forma primitiva es el prisma romboidal recto. Es duro y frágil, se disuelve fácilmente en ácido nítrico, y como todas las disoluciones de plata, precipita abundantemente con el ácido clorhídrico y los cloruros, soluble el precipitado en el amoniaco.

La plata arsenical ó arseniuro de plata, presenta caracteres casi idénticos con el antimoniuro de plata y presenta con los reactivos químicos las mismas propiedades.

Los arseniosulfuro y antimoniosulfuro de plata, se parecen bastante en su aspecto exterior. De color variable entre el rojo oscuro y el rojo cochinilla, se presenta con textura compacta, granular ó cristalina, y á veces cristales definidos, cuya forma primitiva es el rombóedro. Se disuelve bien en ácido nítrico, y la disolución precipita por los cloruros, cloruro de plata soluble en el amoniaco.

El cloruro de plata se presenta con los aspectos más diversos; ya en pequeños cristales cúbicos ú octaédricos diseminados en tierras teñidas de rojo por el peróxido de hierro, ó en arcillas betuminosas de color oscuro, ó ya con aspecto amorfo en mezcla con el peróxido de hierro hidratado, sin que sea posible distinguir la plata sino por reacciones químicas.

Para determinar la plata en el cloruro natural, toda la vez que este es insoluble en los ácidos, lo mejor es fundirlos con plomo pobre y copelar el obtenido.

Las otras especies minerales de plata, tales como los seleniuros, telururos, bromuros, ioduros etc., son muy raras, por cuya razon, prescindimos de ellas.

Minerales de Oro.

Solo tenemos el oro nativo, que por su brillo, color amarillo y aspecto exterior, bien conocido de todo el mundo, es difícil confundir con otro metal. Se disuelve en agua régia, y ésta disolucion precipita con el cloruro estañoso, la púrpura de casius.

Minerales de Platino.

Como el oro, se le encuentra siempre en pepitas al estado nativo. Su color blanco azulado é insolubilidad en los ácidos, escepto el agua régia, hace que se le reconozca fácilmente. La disolucion de platino en el agua régia, precipita en amarillo por los cloruros de potasio y de amonio.



Las otras especies minerales de platina tales como
los azules, blancos, amarillos, etc., se encuentran
en las lavas, por cuya razón, presentándose a
los ojos como un mineral de color blanco.
El oro, que se encuentra en las lavas, se
encuentra en estado nativo, pero por su
color amarillo, se le confunde con el metal.
Se disuelve en agua regia, y esta disolución
con el cloro estannoso, la purifica de casi
todas las impurezas que contiene.
El platino se encuentra en las lavas en
estado nativo, pero por su color blanco
se le confunde con el metal.
Como el oro, se le encuentra siempre en
estado nativo. Su color blanco, cuando
está en las lavas, excepto el agua regia,
no se disuelve. La disolución de platino
en agua regia, precipita en amarillo por
los cloruros de potasio y de amonio, etc.
El platino se encuentra en las lavas en
estado nativo, pero por su color blanco
se le confunde con el metal.
El platino se encuentra en las lavas en
estado nativo, pero por su color blanco
se le confunde con el metal.
El platino se encuentra en las lavas en
estado nativo, pero por su color blanco
se le confunde con el metal.

PARTE CUANTITATIVA.

Despues que los caractéres mineralógicos y químicos han hecho conocer la naturaleza del mineral que se examina, se procede á su análisis completo ó ensayo industrial, segun el caso. La descripcion de los métodos que el químico tiene á su disposicion para practicar con exactitud y rapidez estas operaciones, forma el objeto de los siguientes artículos.

I.

Minerales de Hierro.

Los compuestos de que consta ordinariamente un mineral de hierro, son: la sílice, alúmina, peróxido de hierro, peróxido de manganeso, agua higroscópica y combinada, ácido carbónico, cal, magnesia, azufre y fósforo. Solo en el caso de tratarse de minerales muy impuros, puede presentarse el caso de contener zinc, plomo, cobre, titano ó algunos otros cuerpos, que por no ser el general, prescindimos de ellos. El método de análisis seguido en nuestro laboratorio, desde hace mucho tiempo, y que nos ha dado siempre buenos resultados, es el siguiente:

Se comienza por pulverizar finamente el mineral

en mortero de ágata. Se pesa un gramo, que se coloca con ácido clorhídrico puro en un vaso de vidrio, tapándolo despues con uno de reloj, y se disuelve en caliente á baja temperatura por mediõ de una lámpara de doble corriente. Cuando la disolucion es completa, lo que se conoce porque el residuo es enteramente blanco, se traspasa á una cápsula de porcelana, donde se evapora hasta sequedad en baño de arena. De este modo, si habia sílice soluble, se convierte en insoluble. Se disuelve nuevamente el residuo en ácido clorhídrico diluido, calentando ligeramente, se filtra y lava muy bien con agua destilada, hasta que una gota de las de lavado se evapora sin dejar residuo, y despues, se deseca el precipitado, incinera el filtro, calcina en crisol de platino y se pesa. Se tiene de este modo el residuo insoluble, compuesto generalmente de sílice, en sus diversas variedades, y arcilla, cuando los minerales son arcillosos. Si contiene ésta última, es indispensable analizar el residuo; pero en la mayor parte de los casos, basta la simple inspeccion para ver cual ganga predomina. El análisis, sin embargo, es sencillo. Se mezcla con tres ó cuatro veces su peso de carbonato de potasa, se coloca en un crisol de platino, y se funde al calor de una lámpara de doble corriente. Cuando la fusion es tranquila, se aparta del fuego, y despues del enfriamiento se disuelve en ácido clorhídrico, se evapora á sequedad y trata nuevamente por el mismo ácido diluido que disuelve la alúmina y deja la sílice insoluble. Esta, se recoje en un filtro, que se seca, incinera, calcina y pesa como antes. En el líquido filtrado se precipita la alúmina por un exceso de amoniaco, la cual, recogida en un filtro, se deseca á 100°, incinera el filtro, y todo se calcina fuertemente, y se pesa. De este

modo, se tienen dos pesadas, la de la sílice y la de la alúmina, que reunidas, deben dar una suma igual á la primitiva del residuo insoluble.

La disolución del mineral, se neutraliza, en un matrás de fondo plano, con amoniaco, el cual se añade gota á gota hasta que se presente un ligerísimo precipitado de peróxido de hierro. Si es considerable, se añade ácido clorhídrico para disolverlo, y se neutraliza de nuevo con amoniaco, pues es indispensable que dicho precipitado sea muy ligero. Conseguido esto, se añade un exceso de acetato de sosa y se hace hervir. Todo el hierro y alúmina se precipitan, arrastrando consigo al ácido fosfórico. Separado éste precipitado por filtración y lavado con agua destilada caliente, se añade á la disolución más amoniaco y unas gotas de bromo, para la precipitación del manganeso, la cual no es completa, si la cantidad de manganeso es algo grande, sino despues de un reposo de veinte y cuatro horas.

La mezcla de hierro, alúmina y ácido fosfórico, se disuelve de nuevo en ácido clorhídrico y satura por potasa. El hierro y fósforo, son precipitados quedando la alúmina en disolución, la cual se separa, por una nueva filtración y lavado. Basta ahora neutralizar la potasa por el ácido clorhídrico y añadir un exceso de amoniaco, para precipitar completamente la alúmina disuelta, la cual, recogida en un filtro, se deseca á 100°, incinera el filtro, calcina todo y se pesa. Defalcando de este peso, el del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el de la alúmina disuelta.

Para separar el hierro del fósforo, se disuelve de nuevo el precipitado obtenido por la potasa en ácido clorhídrico, se añade ácido tártrico, amoniaco, y despues sulfato de magnesia. Se precipita de este modo

el fosfato magnésico amónico, que recogido en un filtro, se deseca á 100°, incinera, calcina fuertemente y pesa. El peso obtenido, deducido el del crisol y cenizas del filtro, corresponde al pirofosfato de magnesia, del cual, se deduce el fósforo, puesto que, á 112, equivalente del pirofosfato, corresponden 32 de fósforo.

Como para la separacion del fósforo, hállase introducido ácido tártrico en la disolucion, es preciso precipitar el hierro al estado de sulfuro. Se consigue esto, añadiendo sulfuro de amonio. Cuando el líquido que sobrenada al precipitado está claro, se filtra, y el precipitado se disuelve nuevamente en ácido clorhídrico con adición de unas gotas de ácido nítrico, y despues se precipita el hierro por el amoniaco al estado de hidrato de peróxido. Recogido en un filtro, se deseca, calcina y pesa, y se tiene así la cantidad de peróxido de hierro, de donde se deduce el hierro metálico, sabiendo, que á ochenta de peróxido, corresponden cincuenta y seis, ó sean dos equivalentes de hierro.

El manganeso, precipitado al estado de peróxido en la disolucion primitiva, se recoge en un filtro, lava bien, deseca á 100°, incinera, calcina fuertemente, y se pesa. Se tiene de este modo el peso del óxido manganeso-mangánico, del que se deduce el de manganeso, pues á 114,50 de aquel compuesto, corresponden 82,50 de manganeso metálico. (Se acepta como equivalente del manganeso, el número 27,50.)

La disolucion que contiene la cal y la magnesia, se trata por el oxalato de amoniaco que precipita el oxalato de cal, recogido en un filtro, se separa de él, despues de seco, se incinera el filtro á parte y se calcina todo en un crisol de platino á la temperatura del

rojo oscuro. El oxalato de cal se transforma en carbonato; pero si por acaso parte de éste se ha descompuesto en ácido carbónico y cal cáustica, como consecuencia de haber elevado mucho la temperatura, conviene añadir al fin de la calcinacion un terroncito de carbonato de amoniaco, el cual, cede su ácido carbónico á la cal, y el amoniaco y exceso de carbonato de amoniaco, se volatiliza. Frio el crisol, se pesa, y del peso del carbonato de cal, se deduce la cantidad de cal, pues es sabido, que 50 de carbonato, contiene 28 de cal cáustica.

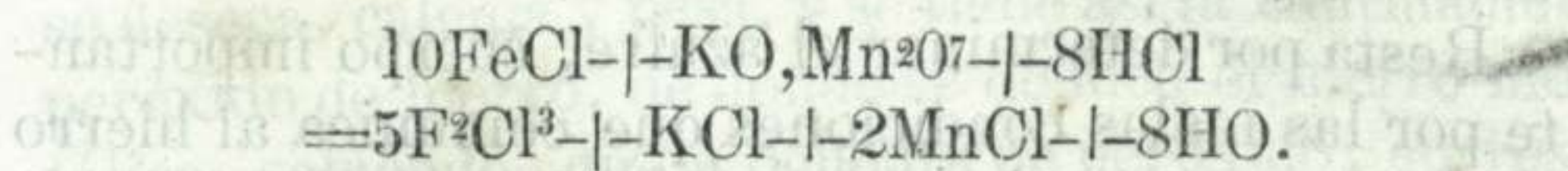
Queda solo en disolucion la magnesia, que precipitada al estado de fosfato magnésico amónico por una disolucion de fosfato de sosa, se recoge en un filtro, lava bien, deseca, incinera, calcina fuertemente y se pesa. Del peso del pirofosfato de magnesia se deduce esta última, pues 112 de dicho compuesto, contiene 40 de magnesia.

Resta por determinar el azufre, cuerpo importante por las malas condiciones que comunica al hierro fabricado. A éste efecto, se pesa un gramo de mineral en polvo fino, se mezcla con medio gramo de clorato de potasa, y se disuelve en un balon de vidrio con ácido clorhídrico. Efectuada ésta, se filtra y trata la disolucion con cloruro de bario. En el caso de haber azufre, se precipita sulfato de barita que se recoge en un filtro, se deseca, separa despues de éste que se incinera á parte, y todo reunido, se calcina ligeramente en un crisol de platino. Despues de frio, se pesa y del sulfato de barita se deduce la cantidad de azufre, puesto que á 116 de aquel, corresponde 16 de éste.

Por último, las materias volátiles, agua, ácido carbónico y el excedente de oxígeno combinado con el manganeso, pesado al estado de óxidomanganoso—

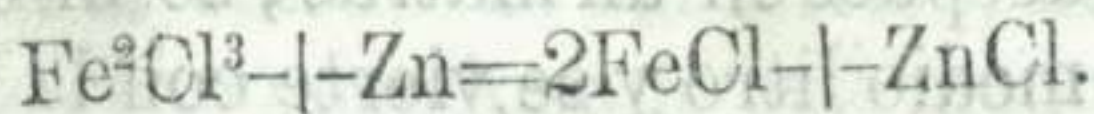
mangánico, cuando dicho metal se encuentra al de peróxido, siempre juntas por pérdida á la calcinación, lo que se consigue calcinando fuertemente un gramo de mineral, al calor rojo, en un crisol de platino. Pesando antes y despues de esta operacion, la pérdida de peso corresponde á las espresadas sustancias.

✱ *Ensayo industrial por vía volumétrica.* Para la determinacion volumétrica del hierro, adoptamos siempre el sistema de Margaritte, fundado en que, si á una disolucion de una sal ferrosa se añade otra de permanganato de potasa, pasará aquella á férrica destruyendo el color del permanganato; pero que tan luego como no quede sal ferrosa alguna en disolucion, una gota de la de permanganato, comunica á toda la masa líquida su color rosa característico. La reaccion que tiene lugar es la siguiente:



Se comienza por disolver siete gramos de permanganato de potasa cristalizado, en un litro de agua destilada. Despues se pesan 0,gr25 de hierro puro y como éste no es fácil obtenerlo, debe tomarse el alambre que se usa para las cuerdas de piano ó el empleado para las puntas de París; pero en ambos casos se tendrá en cuenta que este hierro tiene, por lo general, medio por ciento de impureza y que por esta razon, para tener los 0,gr25, se deberán pesar 0,gr2512. Se disuelven despues con ácido clorhídrico en un balon de vidrio tapado con un buen corcho, al que atraviesa un tubo largo de vidrio terminado en punta afilada, que permite por una parte, la salida

del vapor de agua sin contacto del aire, y por otra, la condensacion del cloruro ferroso que pudiera ser arrastrado, volviendo de nuevo al balon. Terminada la disolucion, conviene añadirla un trozo de zinc, para de éste modo reducir la pequeña cantidad de sal férrica que pudiese haberse formado, á sal ferrosa, reduccion que tiene lugar en virtud de la reaccion siguiente:



Conseguida la reduccion completa, se traspasa á un matrás de fondo plano, se añade agua hasta que el volúmen sea de medio litro y con una bureta se vierte la disolucion de permanganato cuidando de agitar constantemente la masa. El permanganato se descompone instantáneamente en los términos indicados arriba; pero cuando ya queda poca sal ferrosa, la descomposicion es más lenta y una vez transformada toda aquella, una gota de reactivo añadida comunica á toda la masa un color rosa pálido. Tal es el fenómeno que indica el fin de la operacion, y es de notar, que esta coloracion desaparece al poco tiempo, efecto del ácido libre existente en la disolucion, ácido libre indispensable, para que todo el óxido de manganeso quede disuelto; pero por ello no debe añadirse más permanganato, pues la reaccion está completamente terminada. Se lee entonces el número de centímetros cúbicos gastados, y si por ejemplo, es de 26,40, el cociente de veinticinco centigramos de hierro por este número ó sea $\frac{25}{26,40} = 0,946$, indica la cantidad de hierro á que cada centímetro cúbico de disolucion de permanganato corresponde.

Para ensayar el mineral, se disuelve medio gramo

del mismo finamente pulverizado, en ácido clorhídrico, usando el balon con su tapon de corcho y tubo de vidrio afilado de que ya se ha hecho mencion. Una vez la disolucion terminada, lo que se conoce porque el residuo es completamente blanco, se procede à la reduccion del cloruro férrico. Para ello, se va añadiendo por pequeñas porciones zinc metálico hasta que la disolucion sea incolora ó ligeramente verdosa. Se trasvasa despues en un matrás, se diluye hasta el volumen de medio litro y se vierte con la bureta permanganato de potasa hasta que se presente la coloracion rosa pálida, indicio del término de la operacion. Se lee el número de centímetros cúbicos gastados, y si por ejemplo, es de 27,70, se multiplica por el número 0,946 obtenido anteriormente, y el producto, multiplicado por dos, pues se ha tomado solo medio gramo, indica el tipo del mineral ó sea su tanto por ciento, que en el ejemplo actual es de 52,41.

Ocurre frecuentemente que el zinc que se usa para la reduccion de la sal férrica, contiene una pequeña cantidad de hierro y como quiera que siempre se necesiten seis ó más gramos de zinc para la reduccion dicha, es evidente que se introduce en la disolucion una cantidad de hierro apreciable, à veces de 4 y 5 por ciento. De aquí un error en más al hacer la determinacion del hierro; pero se corrige con facilidad teniendo cuidado de pesar una cierta cantidad de zinc, diez gramos, por ejemplo, y consumir de él, el necesario para la reduccion. Se pesa el excedente, y le diferencia entre ambas pesadas, indica el zinc consumido. Se pesan otros diez gramos, se disuelven en ácido clorhídrico y se determina por el permanganato la cantidad de hierro en disolucion. Dividida ésta por diez, da la proporcion de hierro en gramo de zinc,

y puesto que conocemos la cantidad de este último metal, gastada en hacer la reduccion, conocemos tambien el hierro introducido, el cual, se restará de la cantidad total determinada.

Otra observacion que debe tenerse muy presente, es, no filtrar jamás las disoluciones de sales ferrosas, pues como muy ávidas de oxígeno, absorven el del aire con gran rapidez y ya hemos indicado, que sobre el hierro al estado de sal férrica, no actua el permanganato, exponiéndose de este modo á obtener una cantidad de hierro inferior á la verdadera. Tambien es de notar, que para más fácilmente ver el fin de la operacion, debe colocarse el matrás sobre una hoja de papel blanco. Por último, algunos autores, aconsejan usar para la graduacion del permanganato de potasa, el sulfato ferroso ó el sulfato doble de hierro y amoniaco; pero no solo el cálculo es más complicado, sino que tambien está sugeto á errores, hijos de la oxidacion parcial de las mencionadas sales al contacto del aire. El método más fácil, rápido y económico, es graduar por el hierro metálico, cuidando hacer la correccion antes indicada, al tiempo de pesar.

En muchas ocasiones, conviene determinar en los minerales las proporciones de hierro que se hallan al estado de óxido ferroso, y el de óxido férrico. Para conseguirlo, se disuelve al abrigo del contacto del aire, medio gramo de mineral en ácido clorhídrico, se diluye, y determina la cantidad de hierro con el permanganato de potasa, teniéndose de este modo la parte que se halla al estado de óxido ferroso. Se disuelve otro medio gramo de mineral, se reduce por el zinc y se dosa la totalidad del hierro. Restando de esta cantidad la determinada antes, obtenemos la

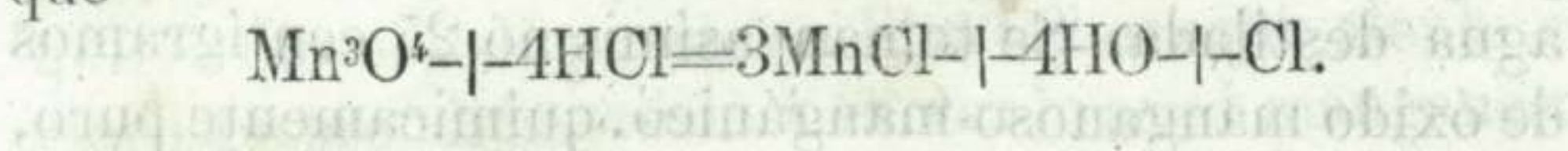
que se encuentra al estado de óxido férrico. En los minerales de hierro magnéticos y en el hierro espático, es muy conveniente hacer estas dos determinaciones.

X Como en el precio de los minerales de hierro, influye notablemente la cantidad de manganeso que contienen, debido á la aplicacion que hoy se hace de los minerales de hierro manganesíferos para la fabricacion de fundiciones manganesíferas, fácilmente transformables en acero, es indispensable determinar la cantidad de manganeso contenida en aquellos.

Si la determinacion volumétrica del hierro, se conoce y aplica desde hace varios años, no sucede lo mismo con la del manganeso. El único mineral de manganeso que tenia aplicaciones, era la pirolusita ó peróxido de manganeso, y no por el metal que contiene, sino por la cantidad de cloro libre que pudiera producir, disolviéndose en ácido clorhídrico, cloro, que servia para la preparacion de los hipocloritos decolorantes. De aquí, que los métodos volumétricos descritos, se reducian á medir este cloro sin preocuparse para nada de la cantidad de manganeso. Como quiera que este metal puede encontrarse en los minerales de hierro manganesíferos, ya al estado de peróxido, ya al de sesquióxido, del de óxido manganeso-mangánico ó de protoóxido de manganeso, es evidente, que su proporcion no puede determinarse ni aun de una manera indirecta, midiendo la cantidad de cloro que desprenden en su tratamiento por el ácido clorhídrico tal y cual se encuentran en la naturaleza. La necesidad de hacer muchas determinaciones de este metal y el considerable tiempo que absorve el método directo de separacion y pesadas, nos ha hecho imaginar el siguiente, que permite apreciar el metal con

aproximacion superior á medio por ciento y en un tiempo muy corto.

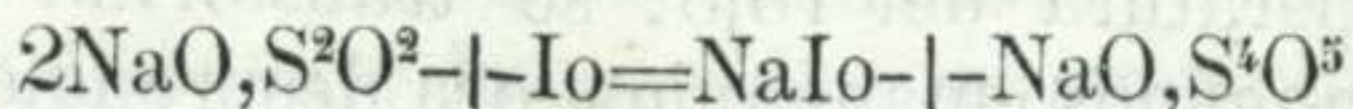
Supongamos una combinacion cualquiera de manganeso con el oxígeno. Sometida al contacto del aire, á la temperatura del rojo, se transforma siempre óxido manganeso-mangánico, ora desprendiendo oxígeno, ora absorviéndole del aire. Si por otra parte la combinacion calcinada y convertida en óxido manganeso-mangánico se disuelve en ácido clorhídrico, da lugar á la formacion de cloruro de manganeso, agua y cloro libre que se desprende. En efecto, se tiene, que



Es evidente, que si en este caso medimos la cantidad de cloro desprendida, podremos deducir la de manganeso correspondiente, puesto que se trata de la hecha libre por la disolucion de un compuesto tan definido y estable, como es el óxido manganeso-mangánico. Tal es el principio en que se funda el método.

Para medir el cloro libre, lo recibimos, cual aconseja Bunzen, en una disolucion de ioduro de potasio, y de éste modo, cada equivalente de cloro deja libre uno de iodo que queda disuelto en el excedente de ioduro de potasio; pero para determinar el iodo puesto en libertad, que como acaba de notarse, es equivalente al cloro desprendido, en lugar de usar como Bunzen, la disolucion de ácido sulfuroso, empleamos una de hiposulfito de sosa, que no tiene el inconveniente de la alteracion rápida que aquella sufre. Pudiéramos, igualmente, cual aconseja Mohr, usar el arsénito de sosa; pero preferimos el hiposulfito, toda la vez que no presenta las propiedades eminentemente tóxicas de aquel compuesto. La reaccion que tiene lugar

entre el iodo y el hiposulfito de sosa, es la siguiente: Un equivalente de iodo reacciona sobre dos de hiposulfito y produce ioduro de sódio y tetracionato de sosa, segun lo demuestra la ecuacion



Para la práctica de la operacion, se pesan 35 gramos de hiposulfito de sosa cristalizado, y se disuelven en un litro de agua destilada. Se prepara asimismo otro litro de disolucion de ioduro de potasio, en la proporcion de cien gramos de ioduro por un litro de agua destilada. Se toman asimismo 25 centigramos de óxido manganeso-mangánico, químicamente puro, que antes de pesar deben calcinarse para privarlo de la humedad que pudiera tener, y se colocan en un balon de vidrio. En un matrás de la misma materia se ponen igualmente 25 centímetros cúbicos de disolucion de ioduro de potasio, y se le diluye hasta el volúmen de cien centímetros cúbicos. Se añaden al balon cincuenta centímetros cúbicos de ácido clorhídrico, y se tapa con un buen corcho atravesado por un tubo de vidrio encorvado en ángulo de cuarenta y cinco grados, que va á sumergirse al matrás que contiene el ioduro de potasio. Se eleva la temperatura del balon por medio de una lámpara de espíritu de vino, y en éste caso, se empieza á desprender cloro, el cual, al llegar á la disolucion de ioduro, se sustituye al iodo equivalente por equivalente, y el iodo libre se disuelve en el excedente del ioduro comunicándole un color, amarillo primero y oscuro pronunciado despues. Cuando el desprendimiento de cloro va cesando, se eleva más la temperatura, el líquido entra en ebullicion, y los vapores arrastran la cantidad total de

cloro que llena el aparato, en cuyo caso, y antes de apagar el fuego para evitar una absorcion, se retira el matrás.

Para medir el iodo puesto en libertad, se coloca el matrás sobre un papel blanco, y con una bureta se añade la disolucion de hiposulfito de sosa antes preparada, cuidando agitar constantemente. De este modo, el color oscuro desaparece poco á poco, sustituyéndolo uno amarillo cada vez más claro, hasta que una gota de reactivo añadida, lo deja completamente incoloro, en cuyo caso, la operacion está terminada. Como quiera que el iodo puesto en libertad es equivalente al cloro desprendido y éste á su vez lo es al manganeso que contiene los 25 centigramos de óxido manganeso-mangánico disueltos, es evidente, que dividiendo esta cantidad de manganeso por el número de centímetros cúbicos de hiposulfito gastados, se tiene la de manganeso á que corresponde cada centímetro cúbico de hiposulfito de sosa. El equivalente del manganeso, es 27,50, el del oxígeno 8 y siendo la fórmula del óxido manganeso-mangánico Mn^3O^4 , su equivalente es 114,50. Luego la cantidad de manganeso contenida en los 25 centigramos de óxido disueltos, está dada por la proporcion

$$114,50 : 82,50 :: 25 : x; \text{ de donde } x=18,01.$$

Si suponemos ahora, que el número de centímetros cúbicos de hiposulfito gastados en la decoloracion completa de la disolucion de iodo, es de 20,30, el cociente de estos números ó sea $\frac{18,01}{20,30}=0,887$, representa la cantidad de manganeso á que equivale un centímetro cúbico de la disolucion de hiposulfito de sosa.

El manganeso de un mineral de hierro, se determina ahora fácilmente. Para ello, se pesa un gramo bien pulverizado, y se calcina fuertemente con contacto del aire al calor de una lámpara de doble corriente. Transfórmase de este modo la combinación del manganeso en óxido manganeso-mangánico, conseguido lo cual, se la trasvasa, con adición de ácido clorhídrico, al balon de que se hizo uso para graduar el hiposulfito de sosa. Se ponen asimismo, en un matrás de fondo plano veinte y cinco centímetros cúbicos de la disolución de ioduro de potasio, diluida hasta 100 centímetros cúbicos, se tapa el balon con el corcho atravesado por el tubo encorvado, y se sumerge éste, en el ioduro. Se calienta el balon y se hace desprender todo el cloro, y una vez conseguido esto, se separa el matrás con las mismas precauciones que anteriormente. Se vierte despues en el mismo con una bureta, hiposulfito de sosa hasta decoloracion completa, en cuyo caso, se lee el número de centímetros cúbicos consumidos, y si por ejemplo, es de 15,70, multiplicándolas por 0,887, se tiene la cantidad de manganeso de mineral sobre que se experimenta, ó su tanto por ciento, que en el caso actual, es de 13,92.

El método que acabamos de exponer, nos ha dado siempre una concordancia absoluta con el de precipitacion y pesada directa del óxido manganeso-mangánico, habiendo obtenido la misma concordancia con los cargamentos de minerales de hierro manganesíferos esportados de Cartagena para diversas fábricas inglesas, francesas, belgas y alemanas.

X *Ensayo por vía seca.* No siendo posible determinar por vía seca otra cosa que la fundicion que puede proporcionar un mineral dado, pues las gangas se

determinan más fácilmente por los métodos del análisis, nos limitaremos á exponer el más sencillo que puede seguirse con aquel objeto; pero ántes, indicaremos el medio de brascar los crisoles de que se hace uso.

Se elige un crisol de tierra refractaria de buena calidad, que pueda soportar la temperatura del rojo blanco. Se pulveriza carbon de madera que se humedece con agua, hasta que su consistencia sea tal, que agarrado con la mano, tome la forma del puño. Después se llena el crisol con la brasca y con un pilón de madera, se va apretando hasta que no se señale en la misma los golpes por fuertes y prolongados que sean. La brasca se reduce así á la mitad. Se le trazan estrias con un cuchillo, se vuelve á llenar de carbon y se apila como antes. Cuando lo está convenientemente, se vuelve á estriar, llenar de carbon y así sucesivamente, hasta que está completamente lleno. Hecho esto, se abre una abertura cónica con un cuchillo, que se alisa bien por medio de una gruesa varilla de vidrio, y en este caso, el crisol está útil para usarse.

Los fundentes para los minerales de hierro, varían con la naturaleza de las gangas que los acompaña. En las fábricas, usan los que deben emplear después en el alto horno; pero como quiera que en muchas de ellas y en el comercio, sobre todo, prefieran los métodos analíticos por via húmeda, indicaremos solamente, que en los laboratorios se usa de ordinario el carbonato de sosa cuando la ganga es silicea, y el bórax, cuando es calcárea.

Para hacer el ensayo, se mezclan diez gramos de mineral en polvo con 20 de carbonato de sosa ó de bórax, según el caso, y un gramo de carbon en pol-

vo. Se coloca la mezcla en el crisol brascado, que se tapa y enloda la tapadera, y éste á su vez lo es en el horno de tiro. Se llena el horno de carbon de madera, que se enciende por la parte superior. La combustion se propaga de arriba abajo, y cuando es bien activa, se va añadiendo una mezcla en partes iguales de cok y carbon de madera, cuidando de hacerla con rapidez para que no haya enfriamiento, y que el crisol esté completamente cubierto por el fuego. Se tapa la boca del horno y se abre todo el registro de la chimenea. La combustion es así sumamente activa, y el horno llega pronto á la temperatura del rojo blanco, la que se sostiene por espacio de una hora, pasada la cual, se saca el crisol con unas tenazas y se deja enfriar. Despues de frio, se vierte la brasca con el boton, y la escoria en una hoja de papel blanco. Se recogen boton y escorias, se pulverizan para ver si tienen granallas, en cuyo caso, se separan con una barra imantada. El boton y las granallas se pesan, y si su peso es de 5,49, se tiene el rendimiento del mineral por la proporcion

$$10 : 5,49 :: 100 : x, \text{ de donde } x = \frac{549}{10} = 54,90.$$

II.

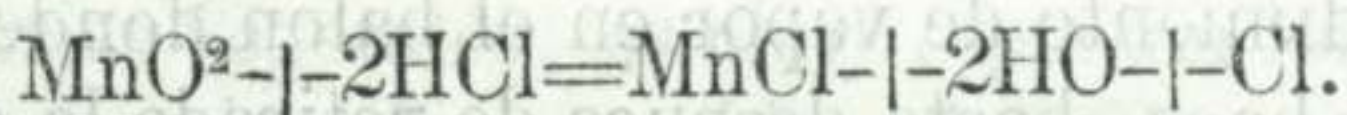
Minerales de Manganeso.

El manganeso, hasta hoy no tiene uso en la industria; pero en cambio la pirolusita ó peróxido de manganeso natural los tiene muy grandes, principalmente por su aplicacion á la preparacion del cloro, base del blanqueo de los tegidos, y preparacion de los hipocloritos. La pirolusita, por tanto, es el único mineral de manganeso aprovechable, y su reconocimiento y en-

sayo, se hace, no con objeto de ver el manganeso que contiene, sino la cantidad de cloro que por su reaccion con el ácido clorhídrico, puede producir.

Vários métodos hanse propuesto para el ensayo del peróxido de manganeso, pero en el comercio solo se emplean el de Gay-Lussac y el de Fresenius, los cuales vamos á describir. Bunzen, ha dado otro método para dosar el cloro desprendido, fundado en medir la cantidad de iodo puesta en libertad por aquel; pero la inestabilidad del ácido sulfuroso que empleaba con dicho objeto, por una parte, y la multitud de cálculos de equivalentes que habia que hacer por otra, han sido causa de que, no obstante su mayor exactitud y precision, no haya sido aceptado en la práctica. Sin embargo, con ciertas modificaciones que le hemos hecho sufrir, aquellas dificultades, no solo desaparecen, sino que lo hacen más práctico y rápido que los anteriores, por lo cual, lo empleamos frecuentemente, con bastante buen éxito, en nuestro laboratorio. Por tanto, lo describiremos modificado, despues de haberlo hecho con los ya conocidos.

Método de Gay-Lussac. Si á una cierta cantidad de peróxido de manganeso, la tratamos por el ácido clorhídrico, se forma protocloruro de manganeso con desprendimiento de cloro, cual lo demuestra la ecuacion siguiente:



Por tanto, es evidente, que si condensamos el cloro desprendido en el tratamiento de un mineral de manganeso y determinamos despues su cantidad, tendremos la de peróxido contenido en aquel, puesto que un equivalente del mismo corresponde á otro de

cloro. El ensayo, pues, de un mineral de esta naturaleza, necesita dos operaciones distintas. 1.^a atacar el mineral y condensar el cloro desprendido. 2.^a valuar ésta cantidad de cloro.

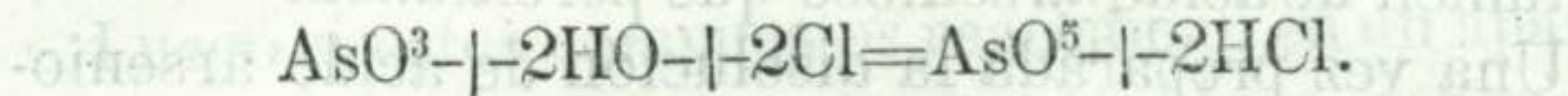
Ataque del mineral. La experiencia demuestra que 3,98 gramos de peróxido de manganeso puro, proporciona un litro de cloro ó cero grados y á la presión 0,76. Por consiguiente, para ensayar un mineral de manganeso, se le reduce á polvo fino y se pesa del mismo 3,98 gramos. Colocado en un balon de vidrio, se vierte sobre él ácido clorhídrico en la proporción de unos cien centímetros cúbicos, se tapa con un buen corcho al que está adaptado un tubo encorvado formando un ángulo de 45° próximamente, que se sumerge en otro balon conteniendo una disolución diluida de potasa cáustica. El en que se verifica la disolución del mineral, se calienta por medio de unos carbones ó de una lámpara de doble corriente; inmediatamente la reacción comienza, el cloro se desprende, y por el tubo va á condensarse en la disolución de potasa. Así que el desprendimiento de cloro va cesando, se eleva la temperatura hasta la ebullición, y de este modo, el vapor de agua desprendido arrastra las últimas porciones de cloro, y todo él, queda disuelto en la potasa.

Es necesario tener la precaución de que no cese el desprendimiento de vapor en el balon donde la disolución se hace, hasta después de retirada la de cloro, pues de lo contrario, verificándose el vacío, sería esta absorbida y se perdería la operación.

La disolución de cloro, se vierte en una campana graduada y se añade agua hasta formar exactamente el volumen de un litro, en cuyo caso, es evidente, que si el peróxido de manganeso fuese

químicamente puro, contendría un litro de cloro.

Valuacion del cloro. A este efecto, se hace uso de una disolucion de ácido arsenioso. Para prepararla, basta tener en cuenta, que el cloro en presencia del ácido arsenioso y del agua, descompone á esta, se apodera de su hidrógeno para formar ácido clorhídrico y el oxígeno procedente de la misma reaccion, actuando sobre el ácido arsenioso, lo transforma en ácido arsénico, cual lo demuestra la ecuacion siguiente:



Luego si efectuamos una disolucion de dicho ácido, tal, que un litro de la misma pase á ácido arsénico por igual volúmen de cloro, tendremos, que si para un litro de ácido arsenioso necesitamos más de otra de disolucion de cloro para su completa peroxidacion, la cantidad en él contenida, es menor que 100 y una simple proporcion nos la hará conocer. Pero para esto, es indispensable determinar perfectamente el punto en que la disolucion de ácido arsenioso está completamente peroxidada. Este término puede conocerse con facilidad añadiendo á la misma, unas dos ó tres gotas de índigo disuelto en ácido sulfúrico, pues atendida la accion decolorante del cloro sobre las materias vegetales, es claro, que tan luego como el cloro termine de peroxidar al ácido arsenioso y exista la más pequeña cantidad libre en la disolucion, actuará sobre el índigo y lo decolorará por completo. Por otra parte, la preparacion de un litro de disolucion normal de ácido arsenioso con las condiciones indicadas, es muy sencillo. Basta disolver 4,439 gramos de dicho compuesto en ácido clorhídrico puro, y

diluir despues con agua destilada hasta formar el volúmen de un litro. Si el ácido arsenioso no estuviere puro, entonces volúmenes iguales de su disolucion y de la de cloro, no se neutralizaria; por ello es indispensable procurarlo químicamente puro, lo que se consigue disolviendo el del comercio y cristalizándole de nuevo. Tambien podria usarse el impuro; pero en este caso, es indispensable determinar que volúmen de disolucion bastaria para un litro de cloro seco, lo que se consigue preparando dicho litro y viendo el volúmen de ácido arsenioso que peroxidaba.

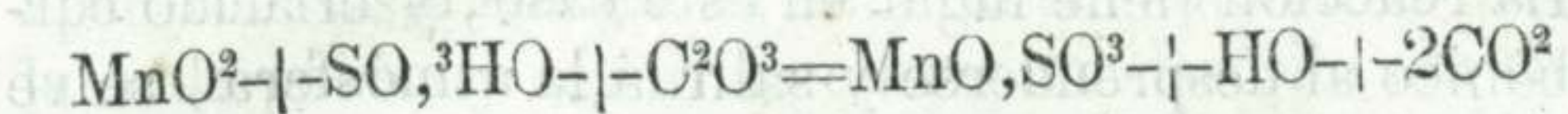
Una vez preparada la disolucion de ácido arsenioso, para valuar el cloro, se toman con una pipeta 10 centímetros cúbicos de la primera, se vierte en un vaso de precipitados, y se colora el todo en azul con una ó dos gotas de disolucion de índigo. Despues, y con una bureta, se vierte en el mismo la disolucion preparada de cloro, hasta tanto que el color azul desaparezca, en cuyo caso, la operacion está terminada. Si para los 10 centímetros cúbicos de ácido arsenioso, se han empleado otros 10 de disolucion de cloro, es evidente, que contiene la misma el 100 por 100; pero si la cantidad vertida es mayor de 15,80 centímetros cúbicos, por ejemplo, la de cloro estaria dada por la proporcion

$$15,80 : 100 :: 100 : x, \text{ de donde } x = \frac{10000}{1580} = 63,29.$$

Tal es la cantidad de cloro contenida en la disolucion, y como segun hemos visto, un equivalente de cloro corresponde á otro de peróxido de manganeso, tal es tambien la cantidad que tiene el mineral, ó su tanto por ciento.

Método de Fresenius. Está fundado en la reac-

cion de un equivalente de peróxido de manganeso, sobre otro de ácido oxálico en presencia del ácido sulfúrico. Y, efectivamente; estos tres compuestos reaccionan del modo siguiente: El ácido sulfúrico por su afinidad con el protoóxido de manganeso, origina la descomposicion del peróxido, forma sulfato de la misma base, y el oxigeno, oxidando al ácido oxálico, produce ácido carbónico,



Luego si estos compuestos reaccionan en un aparato á propósito, cuyo peso y su contenido se conocen, pesando despues de la reaccion, la pérdida originada es debida al desprendimiento del ácido carbónico, y como se sabe, que dos equivalentes de éste corresponden próximamente á uno de peróxido de manganeso, se tiene su proporcion de mineral.

Multitud de aparatos se han inventado para la práctica de éste ensayo; pero de todos ellos, solo describiremos el siguiente, pues con facilidad puede comprenderse la manera de funcionar de otro cualquiera. Consiste en dos pequeños balones de vidrio de la capacidad de setenta á ochenta centímetros cúbicos, de un vidrio sumamente delgado, para que su peso no exceda de 60 á 70 gramos. Ambos están tapados con buenos tapones de corcho, y en el primero atraviesa un tubo recto que llega hasta su fondo. Otro tubo encorvado dos veces en ángulo recto, lo hace comunicar hasta el fondo del segundo balon, y el mismo segundo balon, lleva otro tubo recto que no pasa del corcho. Para operar con éste aparato, se pone en el primer balon un gramo del mineral que se ensaya, reducido á polvo fino; sobre él, dos gramos de oxala-

to néutro de potasa y una cantidad de agua bastante á llenar los dos tércios de su capacidad. En el segundo balon, se coloca hasta sus dos tércios tambien, ácido sulfúrico monohidratado. Se pesa el aparato, y hecho esto, se tapa con uno de cera la extremidad superior del tubo recto del primer balon. Se sopla por el tubo recto del segundo balon, y se fuerza de este modo á pasar parte de ácido sulfúrico en el primero. La reaccion tiene lugar en éste caso, y el ácido carbónico al desprenderse y salir á la atmósfera, se ve precisado á atravesar el ácido sulfúrico, donde se deseca. La reaccion continúa por sí misma bastante rato; pero para terminarla, es preciso calentar un poco en un baño de arena. Así que todo el mineral ha sido descompuesto, lo que se conoce por su disolucion y color enteramente blanco del residuo insoluble, se destapa la extremidad del tubo del primer balon, se sopla y desaloja de este modo el ácido carbónico que llenaba el aparato y se pesa. La pérdida de peso representa el tanto por ciento del mineral sometido al ensayo.

El método que acabamos de describir, no dejanada que desear cuando los minerales están libres de ácido carbónico; pero si existen carbonatos, el ácido sulfúrico los descompone; su ácido carbónico se desprende al mismo tiempo que el producido por la oxidacion del ácido oxálico y la perdida de peso representa una cantidad de peróxido de manganeso superior á la que el mineral contiene. El método, sin embargo, puede seguirse, ya privando antes al mineral de su ácido carbónico ó ya determinándolo directamente y restando su cantidad de la pérdida de peso que sufre el aparato. En el primer caso, se pesa un gramo de mineral en polvo, se trata por ácido nítrico diluido y

calienta ligeramente. Los carbonatos se transforman así en nitratos, sin atacar sensiblemente el peróxido de manganeso. Se filtra, se deseca el filtro y su contenido, que se separa de aquel, incinerándolo á parte, y todo se coloca en el aparato descrito con el oxalato de potasa etc., siguiéndose la misma marcha de antes. En el segundo caso, se determina previamente el ácido carbónico con ayuda del mismo aparato. Basta colocar el mineral sin adición de oxalato de potasa y seguir la operación descrita sin calentar al fin. El ácido sulfúrico descompone los carbonatos y cuando el desprendimiento de ácido carbónico ha cesado, se pesa, y la pérdida de peso, da la proporción de ácido carbónico que deberá sustraerse en la experiencia final.

Nuevo método, modificación del de Bunzen. En lugar de recibir el cloro desprendido por el tratamiento de una cierta cantidad de peróxido de manganeso por el ácido clorhídrico, en una disolución diluida de potasa cual se hace en el método de Gay-Lussac, Bunzen lo recibe en una de ioduro de potasio. De este modo, cada equivalente de cloro se sustituye á uno de iodo, y éste libre se disuelve en el excedente de ioduro de potasio no descompuesto. Le bastaba entonces medir la cantidad de iodo puesta en libertad para tener la equivalente de cloro, y por consiguiente, la de peróxido de manganeso, y ésta medida la hacía, valiéndose de una disolución de ácido sulfuroso. Los cálculos á efectuar para llegar al resultado final, son bastante largos y complicados; y además, la inestabilidad del ácido sulfuroso, han sido causas bastantes para no emplear este método en la industria. Sin embargo, siguiendo la marcha que vamos á describir, se llega con mayor rapidez y facilidad á determinar

la riqueza en peróxido de los minerales de manganeso, que por ninguno de los métodos propuestos hasta el día.

Se comienza por preparar una disolución de hiposulfito de sosa que contenga próximamente 35 gramos de dicha sal cristalizada, en un litro de agua. Se prepara igualmente una disolución de ioduro de potasio con 100 gramos del mismo en un litro de agua destilada. De esta misma disolución, se colocan 50 centímetros cúbicos en un matrás de fondo plano, diluidos hasta el volúmen de 100 centímetros cúbicos próximamente. Se pesan, por otra parte, 25 centigramos de peróxido de manganeso químicamente puro, que se colocan en un balon de vidrio con 50 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico, cuyo balon se tapa con un buen corcho atravesado por un tubo de vidrio encurbado, formando un ángulo de unos 45 grados, que va á sumergirse en el matrás que contiene el ioduro de potasio. Calentando el balon por una lámpara, comienza á desprenderse cloro, que pasando á la disolución de ioduro, pone iodo en libertad que queda disuelto en el excedente de aquel, y así que todo desprendimiento de cloro cesa, y que por la ebullicion del líquido, las últimas burbujas de éste, han pasado en el matrás del ioduro de potasio, se separa con la precaucion de hacerlo antes que la ebullicion cese. En este caso, se vierte con una bureta disolucion de hiposulfito de sosa, hasta que el color oscuro del iodo desaparezca por completo. Se lee el número de centímetros cúbicos consumidos, y si por ejemplo, son 27,60, dividiendo los 25 centigramos de peróxido tomados por este número, el cociente $\frac{25}{27.60} = 0,906$, representa la cantidad de peróxido de manganeso á que corresponde cada centímetro cúbico de la disolucion de hiposulfito de sosa preparada.

Para ensayar ahora el mineral, se pesa medio gramo del mismo bien pulverizado, que se coloca en el balon de que hablábamos antes, se disuelve en el ácido clorhídrico, haciendo pasar como anteriormente, el cloro, en 50 centímetros cúbicos de disolucion de ioduro de potasio, y cuando todo el cloro se ha desprendido, se vierte con la bureta hiposulfito de sosa en el matrás, hasta que la disolucion esté completamente incolora. Leyendo la bureta, se sabe los centímetros cúbicos de hiposulfito consumidos, y si por ejemplo, lo han sido 37,80, multiplicándolos por el número 0,906 antes determinado, y duplicando el resultado, puesto que se ha tomado medio gramo, se tiene el rendimiento del mineral ó su tanto por ciento, que en el caso actual es de 68,49.

El método que acabamos de describir, tiene sobre el de Gay-Lussac, la ventaja de exigir menos tiempo, pues se evitan las medidas de volúmenes; exige tambien menor cantidad de mineral y evita por último el empleo del ácido arsenioso, que por sus propiedades eminentemente tóxicas, debe evitarse en lo posible, que lo empleen manos inespertas, como sucede generalmente en esta clase de determinaciones. Sobre el de Fresenius, tiene la ventaja de no exigir una balanza de precision de gran potencia, y sobre todo, estar al abrigo de la causa de error, ya señalada, cuando los minerales contienen carbonatos.

Siendo la preparacion del cloro y de los hipocloritos, la principal aplicacion de la pirolusita, es claro que si contiene carbonatos térreos ó una fuerte cantidad de peróxido de hierro, deberá consumirse en la preparacion de aquellos cuerpos, una cantidad de ácido clorhídrico superior á la que sería menester si fuese pura. Por esta razon, en el comercio está

justamente en uso, descontar una cierta cantidad en el precio del mineral, cuando las cantidades de hierro y de ácido carbónico, exceden de ciertos límites. Debe por tanto el químico, determinar estos dos cuerpos, siempre que ensaye un mineral de manganeso, y la manera de hacerlo es muy sencilla.

Para el ácido carbónico, puede usarse el aparato de Fresenius siguiendo la marcha ya indicada; pero en el caso de que no se disponga de uno, debe seguirse el método siguiente: Se pesa un gramo de mineral en polvo que se coloca en un balon con un tubo de desprendimiento de gas que va á sumergirse en una disolucion de cloruro de bario. Se añade ácido nítrico al balon, se ajusta bien el tubo que lo tapa y se calienta por medio de una lámpara. Todo el ácido carbónico se desprende y pasa al cloruro de bario, donde se combina con la barita, formando un precipitado de carbonato de barita. Cuando se juzga que todo el ácido carbónico ha pasado y que las últimas burbujas de éste han sido espulsadas por la ebullicion, se separa la disolucion, se filtra en uno cuyo peso se conozca, se deseca á 100° y se pesa. Deduciendo de su peso el del filtro, se tiene el del carbonato de barita, y por tanto el del ácido carbónico; pues que siendo los equivalentes del carbono, oxígeno y bario, respectivamente 6, 8 y 68, el del carbonato de barita es 98, y contiene 22 de ácido carbónico. Luego si el peso del carbonato de barita es de 0,2743, el ácido carbónico está dado por la proporcion

$$68 : 22 :: 0,2743 : x, \text{ de donde } x = \frac{0,2743 \times 22}{68} = 0,0387.$$

Con respecto á la determinacion del hierro, se hace siempre por el método volumétrico de Marga-

ritte, descrito en el artículo: *Minerales de hierro.*

III.

Minerales de Níquel.

La composición de los minerales de níquel, es muy variable; pero todos ellos pueden reducirse á los tres grupos siguientes: 1.º minerales sulfurados, no conteniendo arsénico ni antimonio. Tales son el sulfuro de níquel natural y las piritas magnéticas níquelíferas. 2.º minerales caracterizados por la presencia del arsénico y del antimonio, tales como el arseniuro de níquel, el níquel arsenical blanco, el arseniosulfuro ó níquel gris, los arseniatos de níquel, el antimoniuro y antimoniosulfuro de níquel. 3.º minerales carbonatados, en cuyo caso se halla el hidrocarbonato de níquel. La variable composición de cada uno de estos tres grupos, hace que la marcha del análisis sea distinta en cada uno de ellos.

Minerales del primer grupo. Los cuerpos que según Ribot, acompañan más generalmente á éste grupo, son el azufre, hierro, sílice, magnesia y trazas de cal. Son los minerales de níquel de composición más sencilla, y también por consiguiente los de más fácil análisis. Para efectuarlo, se pulveriza el mineral y se toma un gramo de él, que colocado en un balon de vidrio, se ataca por el agua régia concentrada é hirviendo. De este modo, el azufre se oxida y pasa al estado de ácido sulfúrico; los silicatos de cal y de magnesia son descompuestos también, y el hierro y níquel se disuelven al estado de cloruros. Cuando la reacción está terminada, se diluye con agua, se filtra y añade cloruro de bario, consiguiéndose de este mo-

do la precipitacion del ácido sulfúrico que produjo la oxidacion del azufre del mineral. Se recoge el precipitado en un filtro, se lava bien con agua destilada, y despues se deseca á 100 grados. Se separa el sulfato de barita del filtro, se incinera éste á parte, se reunen las cenizas con aquel, y se calcinan en un crisol de platino. Se pesa, y el aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, dá á conocer la cantidad de sulfato de barita, y por tanto, la de azufre; pues á 116 de sulfato, corresponden 16, ó sea un equivalente de azufre.

Cuando por el ataque del agua régia no se consigue oxidar todo el azufre, sino que parte de él, con su color amarillo queda en el residuo insoluble, es indispensable volver de nuevo á atacar éste, de la misma manera que antes, y reunir los liquidos filtrados antes de hacer la precipitacion por el cloruro de bario.

Como en la disolucion del mineral se ha introducido ya un nuevo cuerpo, que es la barita, conviene, para la determinacion de los demás metales, pesar nuevamente un gramo, disolverlo en agua régia diluida; pues importa poco ya la completa oxidacion del azufre, y evaporar hasta sequedad en baño de arena. Como los silicatos, al ser atacados por los ácidos, dejan sílice al estado soluble en los mismos, es indispensable la evaporacion hasta sequedad, para hacerla pasar del estado soluble al insoluble. Despues de hecha, se disuelve de nuevo en ácido clorhídrico con adiccion de unas gotas de ácido nítrico y se filtra. La sílice queda sobre el filtro, la que labada y desecada á 100 grados, se separa del filtro, incinera éste, calcina todo y pesa. El aumento de peso del crisol, da la cantidad de sílice del mineral.

La disolucion que contiene los cloruros de hierro,

níquel, calcio y magnesio, se neutraliza por el amoníaco y se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado, añadiendo mientras la corriente pasa, una mayor cantidad de amoníaco. Se precipitan de este modo los sulfuros de hierro y de níquel, que se separan por filtración de la cal y la magnesia.

El sulfuro de níquel, es soluble en bastante cantidad en los grados superiores de sulfuración del sulfuro de amonio, por cuya razón, no debe hacerse nunca uso del sulfuro amarillo para la precipitación de su sulfuro, sino efectuarla de la manera que acabamos de indicar. Si bien es cierto, que la solubilidad del sulfuro de níquel, es incomparablemente menor cuando se le precipita en unión de otros metales por el sulfuro alcalino, no creemos, sin embargo, que deba prescindirse de las precauciones indicadas y, precipitar por el hidrógeno sulfurado en líquido amoniacal.

Los sulfuros de hierro y de níquel, se separan del filtro por medio del frasco lavador, y se colocan en una cápsula de porcelana, á la que se añade ácido clorhídrico diluido. Este ácido diluido ataca el sulfuro de hierro, forma cloruro de hierro con desprendimiento de hidrógeno sulfurado, y deja intacto el sulfuro de níquel. Pero es preciso tener presente, que el ácido clorhídrico concentrado, ataca el sulfuro de níquel, por cuya razón, es indispensable, para que la separación sea completa, hacer actuar el ácido, muy diluido y en frío.

Una filtración separa el cloruro de hierro del sulfuro de níquel. La disolución del primero, se peroxida por el ácido nítrico haciéndole hervir con unas gotas del mismo, y después se precipita el hidrato de sesquióxido de hierro por el amoníaco. Se recoge el precipitado sobre un filtro, que se deseca, incinera, calcina

y pesa como de ordinario. El hierro se calcula en seguida, pues si P es el peso del sesquióxido, como á 80 de éste, corresponden 56 de aquel, se tiene la proporcion

$$80 : 56 :: P : x, \text{ de donde } x = \frac{56P}{80}$$

El sulfuro de níquel, ya libre de hierro, se hace hervir con agua régia hasta disolucion completa. Se filtra, caso necesario, y se procede á la determinacion del níquel. A este efecto, se añade una disolucion de hidrato de potasa, y se hace hervir hasta que el líquido quede incoloro. Todo el níquel es completamente precipitado al estado de óxido. Se le recoge en un filtro, deseca, incinera aquel, y todo se calcina á la lámpara de doble corriente. Finalmente, se pesa, y de la cantidad de óxido de níquel obtenida, se deduce la de níquel, pues á 37,50 de óxido, corresponden 29,50 de níquel metálico.

Restan en disolucion la cal y la magnesia. Se vierte en ella oxalato de amoniaco, y precipita de este modo el oxalato de cal. Separado por filtracion, se deseca á 100 grados y calcina al rojo oscuro, cuidando añadir un terron de carbonato de amoniaco al fin de la calcinacion. Se pesa el carbonato de cal obtenido, y de su peso, se deduce la cal; pues sabemos que 50 de carbonato, contiene 28 de cal.

Por último, la magnesia se precipita al estado de fosfato magnésico-amónico, por medio del fosfato de sosa. El precipitado, recogido sobre un filtro y seco á 100 grados, se calcina fuertemente á la temperatura roja de una lámpara de doble corriente. De este modo pierde el equivalente de amoniaco y se transforma en pirofosfato de magnesia, que se pesa. Si lla-

mamos P' éste peso, la magnesia se deduce por la proporción

$$112 : 40 :: P' : x, \text{ de donde } x = \frac{40 P'}{112}$$

Análisis del segundo grupo. Los minerales de éste grupo, son de una composición muy compleja, pudiendo contener, en el caso más complicado, á mas del níquel, azufre, antimonio y arsénico, el cuarzo, cobalto, cobre, pequeñas cantidades de plomo, hierro y carbonato de cal. En el análisis de minerales tan complejos, deben hacerse dos disoluciones, conteniendo cada una un gramo de mineral reducido á polvo fino. La primera, con objeto de determinar el azufre y la segunda para la apreciación de todos los demás cuerpos. Como el ataque del mineral con el fin de determinar el azufre, es el mismo que el caso anterior, salvo añadir ácido tártrico antes de diluir, para evitar la precipitación parcial del antimonio, prescindiremos de él, á fin de evitar repeticiones inútiles y solo nos ocuparemos de los demás cuerpos.

Se disuelve un gramo en agua régia, y cuando es completa, se diluye con agua destilada, prévia la adición de un poco de ácido tártrico y se filtra. El filtro contiene solamente cuarzo, pues todos los demás cuerpos quedan en disolución al estado de cloruros. Se deseca el filtro, incinera y calcina con su contenido en un crisol de porcelana y se pesa. El aumento de peso del crisol, deducido el de las cenizas del filtro, indica la cantidad del cuarzo del mineral.

No es conveniente hacer la calcinación del residuo insoluble en un crisol de platino, pues efectuándose el ataque del mineral por agua régia diluida, pueden muy bien quedar en él, una cierta cantidad de azufre, que durante la calcinación en el crisol de platino, po-

dria atacarlo en mayor ó menor cantidad. En el crisol de porcelana no hay este inconveniente y si existe azufre, como durante la calcinacion, se volatiliza por completo, en nada influye para la determinacion del cuarzo.

La disolucion contiene todos los metales. Se hace pasar por la misma una corriente de gas hidrógeno sulfurado, cuidando diluir la disolucion. De este modo se precipitan los metales arsénico, antimonio, cobre y plomo. Se filtra y tiene, por una parte, un precipitado con todos estos sulfuros, y de otra, el níquel, cobalto y cal en disolucion.

Se tapa con el dedo la parte inferior del embudo que contiene el filtro con los sulfuros y se vierte en el mismo un exceso de sulfuro de amoniaco. Se disuelven así los sulfuros de arsénico y de antimonio, y cuando es completa, lo que se conoce por que el precipitado que resta sobre el filtro es enteramente negro, se deja colar el líquido en un vaso de precipitados, y se lava bien el filtro con agua que tenga en disolucion hidrógeno sulfurado, á fin de evitar la oxidacion del sulfuro de cobre. Tenemos por tanto, un nuevo liquido con los sulfuros de arsénico y de antimonio en disolucion al estado de sulfosales.

Los sulfuros que quedan insolubles, ó sean los de plomo, y de cobre, se disuelven en ácido nítrico diluido, y se procede á la separacion y dosado de estos metales. A este efecto, se añade á la disolucion ácido sulfúrico diluido. Se precipita así el sulfato de plomo, que recogido en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y pesa. El aumento de peso del filtro, de la cantidad de sulfato de plomo, y por consiguiente, la del plomo, toda la vez que, á 151 de sulfato, corresponden 103, ó sea un equivalente de plomo metálico. El

cobre que ha quedado disuelto, se precipita nuevamente por el hidrógeno sulfurado, al estado de sulfuro. Se le recoge en un filtro, se lava con la precaución ya dicha, de disolver un poco de hidrógeno sulfurado en el agua que ha de servir para el lavado, con objeto de evitar la oxidación parcial del sulfuro de cobre y se deseca á 100 grados. Una vez seco, se separa del filtro lo mejor posible, se incinera éste á parte, se reúnen las cenizas al precipitado, se mezcla todo con el doble de su peso de azufre, y se calcina en un crisol de porcelana de peso conocido, por medio de una lámpara de doble corriente. Se deja enfriar y se pesa. El aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, hace conocer la proporción de subsulfuro de cobre, y por tanto, la de cobre metálico; pues se sabe, que á 79,40 de bisulfuro, corresponden 63,40 de cobre.

En la disolución que contiene los sulfuros de antimonio y de arsénico, se vierte ácido clorhídrico diluido. Las sulfosales son descompuestas por éste medio, con precipitación de los sulfuros metálicos. Se recogen en un filtro y se disuelven en ácido clorhídrico que contenga un poco de ácido nítrico. Si se separa un poco de azufre, es preciso filtrar. No debe olvidarse, que el antimonio no puede permanecer en disolución diluida, sino por la presencia de un poco de ácido tártrico. Por esta razón, antes de diluir y filtrar, es indispensable añadirlo.

El antimonio y arsénico, se separan ahora de la disolución que acabamos de preparar, de la manera siguiente: se añade una gran cantidad de cloruro de amonio, y después amoniaco. El líquido debe quedar perfectamente claro. Después se vierte un poco de una disolución de sulfato de magnesia, y se precipita

así el arseniato magnésico amónico, que recogido en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y pesa, Defalcando del peso total el del filtro, se tiene el de la combinacion citada, y por consiguiente, la cantidad de arsénico correspondiente, pues en 181 de arseniato, hay 75 de arsénico metálico.

Se precipita ahora el antimonio que resta en disolucion, haciendo pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado. Se recoge el sulfuro en un filtro, se deseca á 100 grados, separa lo mejor posible del filtro, incinera éste á parte, y cenizas y precipitado se ponen en un crisol de porcelana. Se añaden unas gotas de ácido nítrico ordinario para evitar que la reaccion sea muy viva, y despues ácido nítrico humeante. Se calienta el crisol en baño de arena, evapora á sequedad, y despues calcina fuertemente al rojo. Despues de frio, se pesa, y el aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, da la cantidad de atimoniato de óxido de antimonio, y por tanto, si éste peso se representa por P, la cantidad de antimonio metálico se deduce por la proporcion

$$398 : 366 :: P : x, \text{ de donde } x = \frac{366P}{398}$$

Como la precipitacion del antimonio ha sido hecha por medio del hidrógeno sulfurado, y no por la descomposicion de la sulfosal correspondiente, no es preciso su tramiento preliminar por el sulfuro de carbono, antes de tratarlo por el ácido nítrico humeante.

Separados de la disolucion primitiva, los sulfuros de antimonio, arsénico, cobre y plomo, restan en ella el níquel, cobalto, hierro y cal. Para separarlos, se añade amoniaco y se hace pasar una corrien-

te de gas hidrógeno sulfurado. El sulfuro de amonio formado, precipita los de níquel, cobalto y hierro, y queda la cal en disolucion. Una filtracion separa los sulfuros precipitados, los cuales, todavia húmedos se dejan en digestion en frio, con el ácido clorhídrico diluido. El sulfuro de hierro solamente se disuelve, quedando intactos los de níquel y cobalto. Se filtra, y los sulfuros insolubles, se disuelven á su vez haciéndolos hervir con el ácido clorhídrico concentrado que tenga algunas gotas de ácido nítrico.

En la disolucion que quedó el hierro, precipita éste, prévia su peroxidacion por el ácido nítrico, con el amoniaco. Se recoge el precipitado de sesquióxido de hierro, que se lava, deseca á 100 grados, incinera el filtro, calcina todo y pesa. Del peso del sesquióxido se deduce el hierro metálico, pues á 80 de aquel, corresponden 56 de éste.

La separacion del níquel y del cobalto, que juntos tenemos en disolucion, era otras veces de tal manera complicada y difícil, que nunca se obtenia un resultado satisfactorio, ni aun para las necesidades industriales. Hoy, gracias al método dado por Fischer, esta separacion es fácil, y se practica del modo siguiente:

Se reduce á un pequeño volúmen la disolucion de los dos óxidos por medio de la evaporacion directa, se neutraliza el ácido libre por la potasa, se añade una disolucion de nitrito de potasa, y prévia acidulacion del líquido por el ácido acético, se deja reposar todo por espacio de dos dias, pasados los cuales, se filtra y lava el precipitado con una disolucion de cloruro de potasio. Aun cuando generalmente la separacion del cobalto es bastante satisfactoria, se debe sin embargo añadir todavia un poco de nitrito de potasa

y ácido acético á la disolucion filtrada, dejarle reposar 24 horas y ver si aun se forma un precipitado amarillo, que caso de ser así, se recoge en un filtro para añadirla á la sal de cobalto precipitada.

En la disolucion, que ya no contiene más que el níquel, se precipita éste al estado de óxido por medio de la potasa cáustica y tanto en la precipitacion como en la pesada y cálculo del metal, se opera de la misma manera ya indicada en el análisis de los minerales del primer grupo.

Se disuelve ahora la sal de cobalto precipitada, en el ácido clorhídrico. A este efecto, todavia húmeda, se la separa del filtro con ayuda del frasco lavador y se la pone en una cápsula de porcelana, donde se trata por el ácido clorhídrico concentrado y se hace hervir. Como la presencia de materias orgánicas, aun en pequeña cantidad, se oponen á la precipitacion ulterior del cobalto, de aquí la necesidad de disolver el precipitado sin el filtro, pues podrian existir en caso contrario, compuestos orgánicos. Conseguida la disolucion, se añade una de potasa que precipita el óxido de cobalto, el cual se recoge en un filtro y se deseca á 100 grados. Ya seco, se separa del filtro lo mejor posible, se incinera éste á parte, y ceniza y precipitado se ponen en un crisol de platino. Se tapa el crisol con una cubierta agugereada que la atraviesa un tubo del mismo metal puesto en comunicacion con un aparato de desprendimiento de hidrógeno. Se hace actuar el gas hidrógeno sobre el precipitado, primero á la temperatura ordinaria, y despues al rojo, para lo cual se calienta el crisol con una lámpara de doble corriente. La corriente de hidrógeno y la temperatura, se sostiene por espacio de media hora, pasada la cual, se apaga la lámpara, suspende el paso del gas,

y despues de frio se pesa. El aumento de peso, deducida la ceniza del filtro, corresponde al cobalto metálico.

En la disolucion primitiva, solo queda la cal. Se la precipita por el oxalato amónico, se recoge el oxalato de cal en un filtro, deseca á 100 grados, incinera el filtro á parte, y cenizas y precipitado se calcinan al rojo oscuro, sin olvidar añadir un terroncito de carbonato amónico al fin de la calcinacion. Frio el crisol, se pesa, y su aumento de peso, deducidas las cenizas del filtro, representa el carbonato de cal del mineral.

Análisis del tercer grupo. El hidrocarbonato de níquel, tipo de éste grupo, contiene, á más del níquel, ácido carbónico y agua, todos los demás metales que suelen acompañar las otras especies minerales del mismo metal. Su análisis, á parte de la determinacion del agua y ácido carbónico, es exactamente el mismo que en los grupos anteriores. Por esta razon nos limitaremos á la determinacion de aquellos dos compuestos.

Se pesa un gramo de mineral, reducido á polvo fino. Se pone en un crisol de platino, y se calcina fuertemente al calor rojo de una lámpara de doble corriente de aire. Despues de frio, se pesa, y la pérdida de peso se considera como debido al agua y ácido carbónico. Se pesa otro gramo de mineral, se pone en un balon de vidrio tapado por un corcho, que lo atraviesa un tubo encorvado que va á sumergirse en una disolucion de cloruro de bario. Se vierte ácido clorhídrico en el balon, se tapa con rapidez y eleva su temperatura. El gas ácido carbónico se desprende, pasa por el cloruro de bario y precipita una cantidad equivalente de carbonato de barita. Cuando la diso-

lucion del mineral es completa, se retira la disolucion de cloruro de bario con el precipitado formado, se recoge éste en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y pesa. El aumento de peso del filtro, da la cantidad de carbonato de barita, de la cual, se deduce la de ácido carbónico, sabiendo que á 98 de carbonato, corresponden 22 del mencionado ácido. Si del peso total de agua y ácido carbónico determinado por la calcinacion directa, se deduce el de ácido carbónico que nos da la precipitacion, el resto, es el agua combinada en el mineral.

Ensayo industrial. Se precipita siempre el óxido de níquel por el hidrato de potasa, prévia su separacion de los demás metales que le acompaña. El precipitado de óxido de níquel, desecado, y prévia incineracion del filtro y calcinacion al rojo, se pesa. De éste peso se deduce el de níquel metálico. Y, en efecto; si representamos éste peso por P, como los equivalentes del níquel y del oxígeno son 29,50 y 8 respectivamente, el del óxido de níquel es 37,50. Luego el valor de X está dado por la proporcion

$37,50 : 29,50 :: P : x$, de donde $x = \frac{29,50 \times P}{37,50}$

La separacion del níquel en sus minerales, se hace de la manera indicada en el análisis completo; ó sea, atacando el mineral por agua régia, diluyendo y haciendo pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado. Por filtracion, se separan los metales precipitados, se añade amoniaco y continúa pasando la corriente, hasta precipitacion de los sulfuros de hierro, níquel y cobalto. Se recogen éstos sulfuros, se hace digerir en frio con ácido clorhidrico diluido que disuelve el sulfuro de hierro, se filtra de nuevo y se

disuelven los sulfuros de níquel y cobalto en ácido clorhídrico concentrado, al que se añade unas gotas de ácido nítrico. Se concentra la disolución, se neutraliza exactamente con hidrato de potasa, añadido gota á gota, se añade despues una disolución concentrada de nitrito de potasa y ácido acético por último. Se espera dos dias para la precipitación completa del cobalto. Se filtra, y en el líquido filtrado se precipita el níquel, cuya cantidad se determina por el método antes expresado.

IV.

Minerales de Cobalto.

Como sucede con los minerales de níquel, los de cobalto, presentan una composición bastante compleja y pueden agruparse de la misma manera; es decir: Primer grupo: minerales sulfurados que no contienen arsénico, como el sulfuro de cobalto natural. Segundo grupo: minerales arseniados, como el arseniuro, sulfo-arseniuro (cobalto gris) y arseniato de cobalto; y tercer grupo, minerales oxidados, cuyo tipo es, el cobalto oxidado negro. Siguiendo la marcha trazada ya, al ocuparnos de los minerales de níquel, examinaremos separadamente el análisis de cada uno de éstos tres grupos.

Análisis del primer grupo. A más del azufre y cobalto, éstos minerales contienen cobre, hierro y cuarzo. Su análisis no es complicado y puede hacerse del modo siguiente:

Se toma un gramo de mineral bien pulverizado, y se ataca por el agua régia concentrada é hirviendo en un balon de vidrio, que debe ser lo suficientemente grande, para evitar las pérdidas por proyección

que pudiera haber, toda la vez que, la reaccion es muy violenta. Cuando va cesando, se calienta el balon hasta completa disolucion del mineral. En esta operacion se trata de oxidar todo el azufre del mineral, con objeto de transformarlo en ácido sulfúrico. Si éste no tiene completamente lugar y queda azufre inatacado, lo que fácilmente se nota en el residuo insoluble, por su color amarillo y aspecto exterior, es preciso filtrar y tratar nuevamente el residuo insoluble, por el agua régia. Se filtra despues de éste segundo ataque y se reunen los dos liquidos filtrados. Se añade entonces á la totalidad, una sal de barita, el cloruro de bario por ejemplo, y se precipita de éste modo el ácido sulfúrico al estado de sulfato de barita. Recogido en un filtro se deseca á 100°, se separa lo mejor posible el precipitado del filtro, incinera éste á parte, y cenizas y sulfato de barita, se calcina ligeramente en crisol de platino, y se pesa despues de frio. El aumento de peso del crisol, deduciendo las cenizas del filtro, da la cantidad de sulfato de barita, y por tanto la de azufre, pues 116 de aquel, contienen 16 de éste.

Para la determinacion de los demás cuerpos, se ataca otro gramo de mineral por el agua régia, y cuando la disolucion es completa, se diluye con agua destilada y filtra. El cuarzo y una pequeña cantidad de azufre, cuando éste no ha sido disuelto en totalidad, quedan en el filtro. Se deseca á 100 grados, se incinera el filtro y calcina todo en un crisol de porcelana. El aumento de peso del crisol, menos el de las cenizas, proporciona la cantidad de cuarzo, pues si algun azufre quedaba, se habrá volatilizado al tiempo de calcinar. Para evitar que se ataque el crisol de platino, caso de quedar algun azufre, es por lo que se emplea el de porcelana.

Los metales cobre, hierro y cobalto, están disueltos en el líquido. Para separarlos, se hace pasar hasta saturación una corriente de gas hidrógeno sulfurado. Se precipita así el cobre, al estado de sulfuro, que se recoge en un filtro. Se lava con agua destilada que contenga un poco de hidrógeno sulfurado en disolución, á fin de evitar, que una porción del sulfuro de cobre se oxide en contacto con el oxígeno del aire; pues en este caso, se formaría sulfato de cobre, sal soluble, que pasando con las aguas de lavado, haría perder la operación. Bien lavado el sulfuro de cobre, se deseca á 100 grados, se separa del filtro, incinera á parte éste, y reunido con el precipitado se mezcla todo con el doble de su peso de azufre. La mezcla, se coloca en un crisol de porcelana y se calcina al rojo por medio de la lámpara de doble corriente. Se deja enfriar y se pesa. Del peso obtenido, se deducen los del crisol y de las cenizas del filtro, y el resto, es el del subsulfuro de cobre, que contiene en 79,40 partes ó sea un equivalente, 63,40 de cobre metálico.

En vez de determinar el cobre por el procedimiento Rivot, ó sea pesando su subsulfuro, se puede también disolver el sulfuro húmedo en el ácido nítrico, filtrar, añadir un exceso de amoníaco y determinarlo por el método volumétrico de Parkes, ó sea por medio de una disolución normal de cianuro de potasio, tal cual se describe en el artículo *Minerales de cobre*. Se llega de esta manera á determinar el cobre más rápidamente y con la bastante aproximación para las necesidades industriales.

Los metales hierro y cobalto, que juntos se encuentran en la disolución, se precipitan al estado de sulfuros. A este efecto, se neutraliza con amoníaco el ácido libre y se añade un exceso de sulfuro de amonio.

Ambos sulfuros se recogen en un filtro y bien lavados, se les separa de él, con ayuda del frasco lavador poniéndolos en una cápsula de porcelana. Se les hace digerir en la misma con ácido clorhídrico diluido y de este modo, conseguimos la disolución completa del sulfuro de hierro, quedando el de cobalto sin atacar. Una filtración, termina la separación de ambos metales. La disolución de cloruro de hierro, se hierve con unas gotas de ácido nítrico para que todo el hierro pase al estado de cloruro férrico, se añade después un exceso de amoníaco que precipita el hidrato de sesquióxido de hierro y se filtra. Seco el filtro, se incinera á parte y cenizas y precipitado se calcinan en un crisol de platino. Se pesa después de frío y deduciendo el del crisol y cenizas, se tiene el del sesquióxido de hierro, y el hierro por consiguiente, toda vez que 80 de sesquióxido, tienen 56 de hierro metálico.

Puede también determinarse más rápidamente el hierro, reduciendo por el zinc metálico la disolución de cloruro, y empleando el método volumétrico de Margaritte, descrito en el artículo *Minerales de hierro*.

El sulfuro de cobalto, después de separado del de hierro, se separa del filtro y pone en una cápsula de porcelana. Se añade ácido clorhídrico concentrado y unas gotas de ácido nítrico, y se calienta por medio de una lámpara, hasta disolución completa. Conseguida ésta, se filtra para separar la pequeña cantidad de azufre que queda insoluble, y á la disolución se añade otra de hidrato de potasa. Se calienta después, y se tiene de este modo un precipitado, que por lo general, es una mezcla de hidrato de óxido de cobalto y de una sal básica del mismo metal. Se le lava con

agua caliente y se deseca á 100 grados. Como la composicion de éste precipitado no es constante, no es posible deducir de su peso la cantidad de cobalto, siendo indispensable, por consiguiente, reducirlo por el hidrógeno antes de pesarlo. A este efecto, se separa del filtro, incinera éste, y con las cenizas, se coloca en un crisol de platino, cuya tapadera agugereada, da paso á un tubo del mismo metal, puesto en comunicacion con un aparato de desprendimiento de hidrógeno. Se hace obrar el gas en frio sobre el precipitado, y despues, se eleva gradualmente su temperatura hasta el rojo. Todo el óxido de cobalto, se reduce al estado de cobalto metálico. Se pesa despues de frio el crisol, y el aumento de peso, indica la cantidad de cobalto del mineral, ó sea su tanto por ciento.

Análisis del segundo grupo. Si compleja es la composicion de los minerales de níquel arseniados, no lo es menos la de sus semejantes de cobalto. Y con efecto; el arseniosulfuro de cobalto, siempre va acompañado, por lo general, de otras especies minerales, tales como el arseniosulfuro de níquel, la pirita arsenical, las de cobre y de hierro, la blenda, el cuarzo y la cal carbonatada. Además, suelen ser notablemente argentíferos. En el análisis completo de éstos minerales, debe determinarse, por tanto, el azufre, arsénico, cobre, zinc, níquel, cobalto, hierro, cuarzo y carbonato de cal. La plata se determina siempre por vía seca, pues rara vez se la encuentra en proporcion bastante para que pueda influir en los resultados del análisis.

Prescindiremos de la determinacion del azufre en éste grupo, pues se hace exactamente de la misma manera que en el análisis de los minerales pertenecientes al primer grupo, y nos ocuparemos solamente de la separacion y dosado de los demás cuerpos.

Se ataca por el agua régia un gramo de mineral reducido á polvo impalpable. Cuando la disolucion es completa, se diluye y filtra. El residuo insoluble que contiene el cuarzo del mineral, se deseca á 100 grados, calcina y pesa. En la disolucion, se encuentra el arsénico al estado de ácido arsenioso, y los cloruros de cobre, hierro, zinc, níquel, cobalto y calcio. Si en ésta disolucion se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado, el arsénico y cobre se precipitan al estado de sulfuros. Ambos son recogidos en un filtro, y lavados con agua que tenga hidrógeno sulfurado en disolucion, á fin de evitar la oxidacion del sulfuro de cobre, y tratados despues en el filtro mismo, por el sulfuro de amonio. Se disuelve de este modo el sulfuro de arsénico, y queda sobre el filtro el de cobre, el cual, despues de lavado, se deseca á 100 grados, separa el filtro, incinera éste, y sus cenizas con aquel, mezclado del doble de su peso de azufre puro, se calcina al calor rojo de una lámpara de doble corriente. Despues de frio, se pesa el subsulfuro de cobre, del que se deduce la cantidad de cobre, toda vez que 79,40 de subsulfuro, contiene 63,40 de dicho metal. Tambien se podria, como ya indicamos en el grupo anterior, disolver el sulfuro de cobre húmedo en ácido nítrico, añadir un exceso de amoniaco, y determinar el cobre volumétricamente por el método de Parkes, ó sea con una disolucion normal de cianuro de potasio.

El sulfuro de arsénico, disuelto en el de amonio, se precipita nuevamente por medio del ácido clorhídrico diluido, que descompone el disolvente con produccion de cloruro de amonio y desprendimiento de hidrógeno sulfurado. Se recoge en un filtro, lava bien, y disuelve nuevamente en el agua régia. Se filtra, y

tenemos en el líquido ácido arsénico. Se neutraliza por el amoniaco, añade un poco de cloruro de amonio, y despues sulfato de magnesia. El arseniato magnésico-amónico que se precipita, es recogido sobre un filtro tarado, desecado á 100 grados y pesado. El aumento de peso del filtro, da la cantidad de arseniato, de la cual se deduce la de arsénico, pues 181 de éste compuesto, contienen 75 de arsénico metálico.

La primitiva disolucion que contiene los metales hierro, zinc, níquel, cobalto y calcio, se neutraliza por el amoniaco, y continúa pasando por ella la corriente de gas hidrógeno sulfurado. Se precipitan así todos los metales, escepto la cal, al estado de sulfuros, los cuales, se recogen en un filtro. En la disolucion no queda como acabamos de decir, más que la cal, que precipitada por el oxalato de amonio, se recoge en un filtro, deseca, incinera, calcina al rojo oscuro en un crisol de platino, cuidando añadir al final de la operacion un pequeño terron de carbonato de amoniaco, que regenera la cantidad de carbonato de cal que hubiera podido ser descompuesta, y se pesa. El aumento de peso del crisol, deducido el de las cenizas del filtro, representa la cantidad de carbonato de cal del mineral.

Los sulfuros de hierro, zinc, níquel y cobalto, se tratan por el ácido clorhídrico diluido. Se disuelven así los de hierro y zinc, y quedan los otros dos, que á su vez, se disuelven en el mismo ácido concentrado, que tenga algunas gotas de ácido nítrico, y á la temperatura de la ebullicion. La disolucion de los cloruros de zinc y de hierro, se adiciona de un exceso de amoniaco, que precipita todo el hierro al estado de sesquióxido. Recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera, calcina y pesa. El peso de óxido férrico

da á conocer la cantidad de hierro metálico, pues como es sabido, 80 de peróxido, contiene 56 de hierro.

El medio más rápido y espedito, para determinar ahora la cantidad de zinc que se encuentra en disolución amoniacal, es sin contradicción, emplear el método volumétrico de Schaffner, ó sea por medio de una disolución normal de sulfuro de sódio, que por estar descrito con cuantos detalles son indispensables en el artículo *Minerales de zinc*, nos abstenemos de repetirlo.

La separación del níquel y del cobalto, únicos metales que aun quedan en disolución, se efectúa por medio del nitrito de potasa, tal cual la ha propuesto Fischer. Para ello, después de haber concentrado por evaporación directa la disolución clorhídrica de ambos metales, se neutraliza por el hidrato de potasa, el cual se añade gota á gota, pues podría precipitar los metales. Se le mezcla después una disolución concentrada de nitrito de potasa, se acidula con ácido acético y se deja reposar por espacio de 48 horas. Pasado éste tiempo, se filtra, lava el precipitado con una disolución de cloruro de potasio, y se añade nuevamente á la disolución nitrito de potasa y ácido acético, esperando otros dos días. Si se forma más precipitado, es recogido y lavado como en el caso anterior. La separación entonces es completa y solo queda disuelto el níquel. Se precipita haciendo hervir la disolución con otra de hidrato de potasa. Se recoge el precipitado de óxido de níquel, que bien lavado, se deseca á 100 grados, incinera el filtro, y calcina todo al rojo en crisol de platino. Del aumento de peso del crisol debido al óxido de níquel, se deduce la cantidad de éste metal, pues en 37,50 partes de óxido, hay 29,50 de níquel.

El precipitado de sal de cobalto, se disuelve en ácido clorhídrico y se procede á la determinacion de éste metal siguiendo la marcha ya descrita al ocuparnos del análisis de los minerales del primer grupo.

El método para determinar la pequeña cantidad de plata que suele acompañar á éstos minerales, se describirá al ocuparnos del ensayo industrial de los mismos.

Análisis del tercer grupo. Ya hemos dicho, que el tipo de éstos minerales, es el cobalto oxidado negro. Suele estar compuesto de sesquióxido de cobalto, peróxido de manganeso, óxidos de hierro y de cobre, cal carbonatada, cuarzo, y muchas veces de óxido de níquel. Su composición es pues, casi tan compleja como la de los minerales del segundo grupo, y la marcha del análisis varía necesariamente, debido á la presencia del manganeso.

Se disuelve en agua régia un gramo de mineral, pulverizado, y cuando es completa, se diluye y filtra. Queda sobre el filtro todo el cuarzo, que se deseca, incinera, calcina y pesa. Restando del peso total, el del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el del cuarzo que compone el residuo insoluble.

En la disolución que contiene los demás cuerpos, se precipita el cobre por el hidrógeno sulfurado, se recoge el sulfuro de cobre, que bien se convierte y pasa al estado de subsulfuro, ó bien se disuelve de nuevo en ácido nítrico y determina el metal por el método volumétrico de Parkes.

Todos los demás cuerpos, excepto la cal, son precipitados por el sulfuro de amonio, los cuales se recogen en un filtro. La cal que queda disuelta se precipita al estado de oxalato y dosa al de carbonato, tal cual se ha descrito en los grupos anteriores. Los sulfuros,

separados del filtro por medio del frasco lavador, se hacen digerir en frío, con ácido clorhídrico diluido. Se disuelven de este modo los sulfuros de hierro y de manganeso, quedando inatacados los de níquel y de cobalto.

La disolución de los cloruros de hierro y de manganeso, se neutraliza por el amoníaco añadido gota á gota, hasta que se presenta un ligerísimo precipitado de peróxido de hierro, que no se disuelva nuevamente por la agitación. Se añade ahora un exceso de acetato de sosa y se hace hervir. El sesquióxido de hierro se precipita por completo, y una filtración, lo separa del manganeso que queda disuelto. Se precipita éste, añadiendo á la disolución un poco de bromo y más amoníaco y dejando reposar 24 horas. Se recoge después en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera el filtro á parte, y cenizas y precipitado se calcinan al color rojo de una lámpara de doble corriente. El precipitado se transforma de esta manera en óxido manganeso-mangánico, cuyo peso, da á conocer el manganeso del mineral, pues á 114,50 de aquel compuesto corresponden 82,50 de metal.

El hierro precipitado, se disuelve en ácido clorhídrico y se añade un exceso de amoníaco. Se precipita así el peróxido de hierro, que se recoge en un filtro y determina de la manera indicada en el análisis de los minerales de los grupos anteriores, ó bien reduciendo el cloruro férrico á cloruro ferroso por el zinc metálico y determinando el hierro por el método volumétrico de Margaritte, ó sea con una disolución normal de permanganato de potasa.

Por último, los sulfuros de níquel y de cobalto, se disuelven, separan y determinan del mismo modo que en el análisis de los minerales del grupo anterior.

El óxido negro de cobalto, siempre contiene una cierta cantidad de agua en combinacion; pero como su determinacion tenga importancia, mas bien en análisis científicos que en análisis industriales, prescindiremos de ella.

Ensayo industrial de los minerales de cobalto. No se conoce hasta hoy un método que permita determinar rápidamente el cobalto en sus minerales. Es indispensable pesarlo al estado metálico, previa su separacion de los demás cuerpos que le acompañan. La marcha que debe seguirse, es la misma que la descrita en el análisis completo, que reasumiremos someramente.

Se disuelve un gramo de mineral bien pulverizado, en agua régia, se hace pasar una corriente de hidrógeno sulfurado, se filtra, añade amoniaco y sulfuro de amonio, y filtra nuevamente. Los sulfuros que quedan en el filtro, se hacen digerir en frio con ácido clorhídrico diluido, que disuelve los de los metales distintos del níquel y del cobalto. Se separan éstos últimos por filtracion, y se les disuelve en caliente, con ácido clorídrico concentrado que contenga algunas gotas del nítrico. Se concentra la disolucion, se neutraliza por la potasa, y se precipita el cobalto por el nitrito de potasa y ácido acético. Se disuelve el precipitado de sal de cobalto, el cual se precipita nuevamente por la potasa cáustica. Se deseca á 100°, y se reduce el óxido en una corriente de gas hidrógeno seco. Se pesa, por último, el cobalto metálico.

Determinacion de la plata en los minerales de cobalto. Se mezclan diez gramos de mineral con diez de litargirio, y se atacan por el agua régia. Cuando todos los metales están disueltos, se añade agua hasta un cuarto de litro próximamente, y se deja reposar

veinte y cuatro horas. Se precipita así cloruro de plomo que arrastra la pequeña cantidad de plata que, á expensas de otros cloruros, pudiera estar disuelta, y toda, con el residuo insoluble y exceso de litargirio, queda en el fondo del matrás. Se decanta el líquido claro, se lava el residuo por decantaciones, se le recoge en un filtro y deseca á 100 grados. Después de seco, se separa del filtro, incinera éste á parte y se le reúnen las cenizas.

Se mezcla ahora con el doble de su peso de carbonato de sosa y un gramo de carbon en polvo, y se funde en un crisol de barro, con las precauciones que se dirán al tratar de los ensayos de los minerales de plomo por vía seca. Después que la fusión es tranquila, se cuele en una lingotera, y frío, se separa el botón de plomo de la escoria.

El botón metálico obtenido que contiene la plata del mineral, más la que pudiera tener el litargirio, se copela; operación que será descrita con todos sus detalles en el artículo *Minerales de plata*. Se pesa el botón de plata que queda en la copela, y que representa la del mineral y la del litargirio.

Se funden igualmente diez gramos del litargirio empleado, con un gramo de carbon y un poco de carbonato de sosa. Se copela el botón de plomo obtenido, y pesa el de plata que queda en la copela. Deducido del peso del primer botón de plata, el del segundo, la diferencia representa la plata del mineral.

V.

Minerales de Cromo.

El hierro cromado, único mineral de cromo utilizado en la industria, está compuesto en el caso más

general, de los sesquióxidos de hierro y de cromo, de alúmina, sílice, cal y magnesia.

Análisis completo. Se toma un gramo de mineral porfirizado lo más posible, se le mezcla con dos gramos de carbonato de potasa, dos de nitro y dos de potasa cáustica y se funde en un crisol de plata. Cuando la fusion es completa, se sostiene la temperatura por espacio de una media hora, agitando de vez en cuando la mezcla fundida con una espátula de plata, á fin de que no se escape ninguna cantidad de hierro cromado á la accion de los fundentes alcalinos. Pasado este tiempo, se deja enfriar, se coloca el crisol en una cápsula de porcelana, se cubre de agua destilada, y se hace hervir. La masa fundida se desagrega, parte se disuelve y la parte insoluble se destaca con facilidad del crisol. Por filtracion, se los separa, cuidando lavar el precipitado, hasta que las aguas salgan completamente incoloras.

Por la fusion con los flujos alcalinos, el óxido crómico pasa á ácido crómico oxidado por el nitro, y el ácido crómico formado, se combina con la potasa formando el cromato de potasa, soluble en el agua. La sílice y la alúmina, se combina igualmente con dicho álcali formando silicato y aluminato de potasa, tambien soluble en el agua. El óxido férrico, la cal y la magnesia, quedan insolubles y como resíduo, despues de la fusion y disolucion.

No es posible llegar al resultado que acabamos de consignar, por una simple fusion. Parte del hierro cromado, de la sílice y de la alúmina, quedan en el resíduo insoluble. Por esta razon, separado por filtracion dicho resíduo, debe fundirse de nuevo, disolver en el agua y filtrar y repetir estas operaciones un par de veces. Todas las aguas se reúnen, y se tiene final-

mente, por una parte, el cromo, sílice y alúmina en disolucion, y por otra, la cal, hierro y magnesia, en el residuo insoluble. Se procede al análisis de ambas mezclas con separacion.

Análisis de la disolucion. Ya lo hemos dicho; contiene los cromato, silicato y aluminato de potasa. Como el volúmen del líquido es bastante considerable, se le concentra por evaporacion hasta que no exceda de unos 200 centímetros cúbicos, conseguido lo cual se añade ácido clorhídrico hasta que la reaccion sea francamente ácida, y despues, unas gotas de alcohol. Se calienta, y de este modo, el ácido crómico se reduce á sesquióxido, que á su vez, combinándose con el ácido clorhídrico, forma un cloruro. Se evapora hasta sequedad, y despues, se disuelve nuevamente en ácido clorhídrico. Los óxidos de cromo y de aluminio se disuelven al estado de cloruros, quedando como residuo insoluble, solamente la sílice. Separado por filtracion, se la deseca, se incinera el filtro, calcina todo y pesa. El aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, da la proporcion de sílice del mineral.

La disolucion contiene los cloruros de cromo y de alúmina, cuya separacion, siempre difícil, puede hacerse con bastante exactitud de la manera siguiente: Se añade un exceso de amoníaco y se hace hervir, cuidando reponer la cantidad de amoníaco que se evapora, hasta tanto que el líquido esté completamente incoloro. Se tiene así la seguridad de haber precipitado los dos sesquióxidos, de cromo y de aluminio. Se les recoge en un filtro, se desecan á 100 grados, incinera el filtro, calcina todo en un crisol de platino, y se pesa. Tiénese de este modo, el peso de ambos. Se les mezcla despues con dos veces su peso de nitro y

cuatro de carbonato de potasa y se funde en un crisol de platino. Despues del enfriamiento, se pone el crisol en una cápsula de porcelana, se añade agua destilada, y se hace hervir. Cuando la mayor parte de la masa fundida se ha disuelto y el resto desagregado se ha podido separar del crisol, se quita éste y se añade ácido nítrico hasta disolucion completa. Se satura despues el líquido con carbonato de amoniaco añadiendo un exceso, que precipita la alúmina y deja disuelto el cromato de potasa. Recogida en un filtro, se deseca, y prévia incineracion del filtro, se calcina y pesa. Deduciendo del peso de ambos óxidos, el de la alúmina, se tiene el del sesquióxido de cromo por diferencia, y por consiguiente, el del cromo del mineral, pues se sabe, que á 77,60 de sesquióxido corresponden 53,60 de cromo metálico.

La separacion que acabamos de indicar, cuando se opera en caliente, es casi rigorosamente completa y la pequeña cantidad de sesquioxido de cromo que arrastra la alúmina, puede despreciarse en un análisis industrial. El cromo, metal principal, se ha determinado por diferencia; pero puede hacerse directamente, siguiendo el método volumétrico que indicaremos más adelante, al tratar del ensayo industrial de estos minerales.

Análisis de la parte insoluble. Está compuesta de hierro, cal y magnesia. Se la disuelve en ácido clorhídrico, y se evapora hasta sequedad por si ha quedado alguna pequeña cantidad de sílice al estado insoluble. Se disuelve de nuevo en el mismo ácido y si aquel caso se presenta, se filtra, y la pequeña cantidad de sílice obtenida, se reúne á la determinada en la parte insoluble. Se añade amoniaco que precipita el hierro. Separado por filtracion, se deseca, inci-

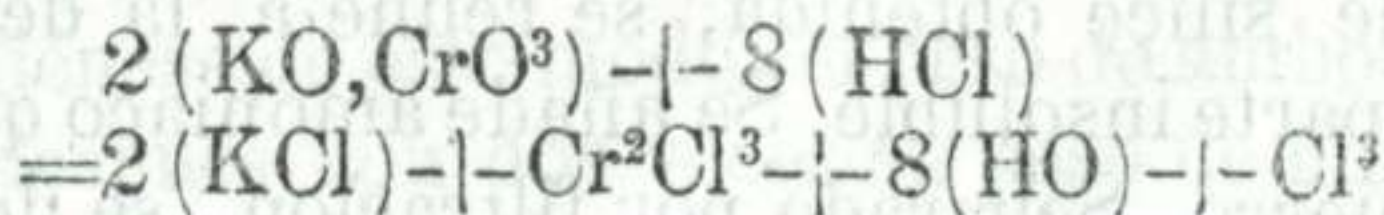
nera el filtro, calcina todo y pesa. Deduciendo el peso del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el del hierro por la proporcion, $80 : 56 :: p : x$, siendo P el peso de peróxido de hierro.

El líquido filtrado se trata por el oxalato de amoniac que precipita la cal al estado de oxalato, que se recoge en un filtro, se deseca, incinera aquel, y todo se calcina ligeramente al rojo oscuro, en crisol de platino, añadiendo al fin de la operacion un pequeño terron de carbonato de amoniac. Se pesa despues de frio, y el aumento de peso del crisol, deducido el de las cenizas del filtro, da la cantidad de carbonato de cal, y por consiguiente la de cal, pues si por ejemplo, el peso obtenido es P, se tiene la proporcion

$$50 : 28 :: P : x, \text{ de donde } x = \frac{28P}{50}$$

La magnesia, único cuerpo que queda en la disolucion por determinar, se precipita por el fosfato de sosa. El fosfato magnésico-amónico precipitado, recogido en un filtro y desecado, se calcina fuertemente, previa incineracion del filtro. Se le trasforma así en pirofosfato de la magnesia que se pesa, y se tiene en su consecuencia el peso de magnesia, puesto que 112 de pirofosfato, contiene 40 de magnesia.

Ensayo industrial. Cuando una disolucion de cromato de potasa se hace hervir con un exceso de ácido clorhidrico, se descompone. Se forman cloruros de cromo y de potasio, y se desprende cloro, cual lo demuestra la siguiente ecuacion



Por tanto, si se mide la cantidad de cloro desprendido, se podrá deducir la de cromo que existia en disolucion. Pero la medida del cloro es fácil ejecutarla, recibéndolo en una disolucion de ioduro de potasio, pues cada equivalente de cloro, pone en libertad otro de iodo que queda disuelto en el excedente de ioduro, comunicándole un color oscuro pronunciado. Si á ésta disolucion de iodo se añade otra de hiposulfito de sosa, el color oscuro va desapareciendo; pronto se reemplaza por uno amarillo cada vez más pálido, hasta que una gota de hiposulfito añadida, la deja completamente incolora, indicio seguro de que no hay más iodo en libertad. De la cantidad de hiposulfito gastada, puede deducirse la de iodo; de ésta, el cloro desprendido, y del cloro, el cromo en disolucion. Basta, pues, conocer la cantidad de cromo á que equivale un centímetro cúbico del hiposulfito empleado, para poder deducir por una simple multiplicacion, el cromo disuelto en otros líquidos al estado de cromato, y esto se consigue del modo siguiente:

Se pesan 30 gramos de hiposulfito de sosa, que se disuelven en un litro de agua destilada. Se prepara igualmente un litro de disolucion de ioduro de potasio, con 100 gramos del mismo. De ésta última, se toman sobre 100 centímetros cúbicos, que se ponen en un matrás de fondo plano. Por otra parte, se pesa una cantidad de cromato de potasa, tal, que contenga 25 centigramos de cromo metálico. Esta cantidad es fácil de determinar, pues siendo la formula del cromato, KO,CrO_3 , y los equivalentes del potasio, cromo y oxígeno 39, 26,80, y 8 respectivamente, el equivalente del cromato está representado por 97,80, y contiene 26,80 de cromo. Por tanto se tiene la proporcion

$$26,80 : 97,80 :: 0,25 : x,$$

de donde $x = \frac{97,80 \times 0,25}{26,80} = 0,9123.$

Pesados, pues, estos 0,9123 gramos, se ponen en un balon de vidrio con 50 ó 60 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico, se tapa con un buen corcho atravesado por un tubo encorvado que va á sumergirse en la disolucion de ioduro de potasio, y se calienta el balon por medio de una lámpara de alcohol. La descomposicion del cromato, tiene prontamente lugar. Se desprende cloro, que viéndose forzado á pasar por la disolucion de ioduro de potasio, se sustituye al iodo, poniendo cada equivalente otro de éste en libertad, que se disuelve en el exceso de ioduro. Cuando el desprendimiento de cloro cesa, se continúa aun la ebullicion por algunos minutos, á fin de que los vapores arrastren todo el cloro que llena el aparato, y despues se separa el matrás.

Se vierte ahora en la disolucion de iodo, la de hiposulfito de sosa antes preparada, por medio de una bureta, hasta que el color del iodo desaparezca y la disolucion quede completamente incolora, en cuyo caso, la reaccion ha terminado. Si por ejemplo, hanse gastado 31 centímetros cúbicos, el cociente de la division de los 25 centigramos de cromo por éste número, ó sea 0,806, representa la cantidad de cromo á que corresponde cada centímetro cúbico de hiposulfito de sosa.

Se porfiriza lo mejor posible, el mineral de cromo que se trata de ensayar, y se pesa un gramo del mismo, se le mezcla íntimamente con dos partes de nitro y cuatro de carbonato de potasa y se funde en un crisol de platino. (Como no hay álcali cáustico,

el crisol no es atacado.) Cuando la fusion es completa, se sostiene en este estado una media hora, removiendo la masa fundida con una espátula de platino, á fin de que todo el hierro cromado esté en contacto íntimo con los fundentes alcalinos; se deja enfriar, y despues se pone el crisol en una cápsula de porcelana con suficiente cantidad de agua destilada. Se calienta hasta la ebullicion, y de este modo, se disuelve el cromato de potasa formado, quedando insoluble parte del hierro cromado, y los óxidos de hierro, calcio, magnesio, etc. Se filtra, se deseca el residuo insoluble, y vuelve á atacar fundiéndolo de nuevo con las mismas proporciones de nitrato y de carbonato de potasa y de igual manera que antes. Se trata nuevamente por el agua, que disuelve la porcion de cromato de potasio formada, que se separa por filtracion del residuo insoluble, y se añade á la disolucion anterior. Este residuo insoluble, contiene aun algun hierro cromado por descomponer; pero si las dos fundiciones han sido bien hechas, esta cantidad puede despreciarse en un ensayo industrial. Si se tienen dudas de que dicha cantidad es de consideracion, debe hacerse un tercer ataque, con idénticas precauciones que en los anteriores.

Reunido todo el cromo en disolucion al estado de cromato de potasa, el volúmen de ella es por lo general bastante considerable. En este caso, se concentra por evaporacion hasta que éste volúmen no exceda de 150 á 200 centímetros cúbicos. Entonces se trasvasa á un balon de vidrio, y se añade un exceso de ácido clorhídrico. Se tapa el balon con un corcho atravesado por un tubo encorvado, el cual, se sumerge en 100 centímetros cúbicos de la disolucion de ioduro de potasio antes preparada. Se eleva la tem-

peratura del balon hasta la ebullicion, por medio de una lámpara de alcohol. La descomposicion del cromato, bien pronto tiene lugar; el cloro se desprende, pasa por la disolucion de ioduro, se sustituye al iodo equivalente á equivalente, como ya hemos indicado, y el iodo libre se disuelve en el excedente de ioduro. Cuando el desprendimiento de cloro cesa, se sostiene aun la ebullicion por espacio de algunos minutos, á fin de desalojar hasta las últimas trazas de cloro que pudieran quedar en el aparato, y se separa el matrás antes de apagar la lámpara para evitar una absorcion.

Resta ahora valuar el iodo desprendido, y á éste efecto, se vierte con la bureta disolucion de hiposulfito de sosa, de la antes preparada y graduada, hasta que desaparezca el color del iodo y la disolucion quede completamente incolora, indicio seguro del fin de la operacion. Si por ejemplo, se hubiesen gastado 40 centímetros cúbicos de hiposulfito de sosa, como se sabe que á uno de ellos corresponde 0,806 de cromo, el producto de éstos dos números, ó sea 32,24, es la riqueza del mineral ó su tanto por ciento.

La descomposicion del cromato de potasa por el ácido clorhídrico, no tiene lugar en frio; por consiguiente, no hay miedo de que haya pérdidas de cloro, durante se monta el aparato destilatorio.

La descomposicion del hierro cromado por los fundentes alcalinos, es la parte más difícil de éste ensayo. Se puede, sin embargo, conseguir una descomposicion tan completa como sea necesario para las necesidades de un ensayo industrial, repitiendo el ataque dos ó tres veces. Por último; el residuo que queda insoluble, tratado por el ácido clorhídrico, disuelve los óxidos metálicos, y solo deja insoluble una pe-

queña cantidad de sílice, y á la inspeccion de ésta, puede fácilmente juzgarse, si el ataque del mineral ha sido bastante completo.

VI.

Minerales de Zinc.

La calamina y la blenda, son los minerales de zinc esplotados. Con el primer nombre, se conocen todos los minerales oxidados de zinc, ya sean carbonatos, silicatos ú óxidos ó mezclas de éstos tres compuestos. La blenda, es el sulfuro de zinc. El análisis de éstas dos clases de minerales varia, toda la vez que, su composicion es distinta. Describiremos ahora el análisis de la calamina, y despues indicaremos las modificaciones que debe sufrir para hacerlo aplicable á las blendas.

Análisis de las Calaminas. El mineral conocido con éste nombre, suele contener, á más de los compuestos del zinc indicados arriba, los peróxidos de hierro y manganeso, algunos compuestos del plomo, rara vez los del cobre y los carbonatos de cal y magnesia. El caso en que todos éstos cuerpos existen, es el más complicado que puede presentarse, y el análisis de una calamina de ésta especie, lo hacemos siempre por el método siguiente:

Un gramo de mineral finamente pulverizado, se trata por el ácido clorhídrico, en una cápsula de porcelana y cuando está disuelto, se evapora hasta sequedad en baño de arena. Se disuelve despues de nuevo en el mismo ácido diluido y se filtra y lava bien el precipitado. Se tiene de éste modo un residuo insoluble, conteniendo toda la sílice del mineral y al-

guna arcilla, cuando ésta existe, cuyo residuo después de incinerado el filtro á parte, se calcina con él, en crisol de platino y se pesa. Es inútil proceder después á la separacion de la alúmina de la arcilla, pues en la mayor parte de los casos, es completamente inútil.

La disolucion que contiene todos los metales al estado de cloruro, se diluye con agua destilada y se hace pasar por la misma una corriente de gas hidrógeno sulfurado, y cuando ya esta bien saturada y se nota bien el olor de éste gas, se deja reposar por espacio de veinte y cuatro horas, tiempo bastante para que los metales plomo y cobre se precipiten por completo al estado de sulfuros. Pasado éste tiempo, se filtra y se tiene así, por una parte los sulfuros de plomo y de cobre en el filtro, y en la disolucion el zinc, hierro manganeso, cal y magnesia. Los sulfuros dichos, se tratan por ácido nítrico diluido, después de separados bien por medio del frasco lavador de los filtros y colocados en una cápsula de porcelana. Se calienta un poco y así que la disolucion es completa y el azufre separado se presenta con su color amarillo característico, se filtra para la separacion de éste. Se añade á la disolucion de los nitratos, ácido sulfúrico diluido y se precipita de este modo al sulfato de plomo, blanco, que se recoge en un filtro de peso conocido, se deseca á 100°, y se pesa. El aumento del filtro, representa el peso del sulfato de plomo y de éste, por una simple proporcion se obtiene la cantidad de plomo, puesto que se sabe, que en 131 de sulfato, existen 103 de plomo.

La disolucion, después de separado el plomo, solo contiene cobre, que se determina haciendo pasar de nuevo una corriente de hidrógeno sulfurado, y reco-

giendo el sulfuro de cobre, que se deseca, conseguido lo cual, se le separa del filtro, se incinera éste á parte y las cenizas con él, se mezcla con dos veces su peso próximamente de azufre en polvo y se calcina fuertemente al calor de la lámpara de doble corriente, en un crisol de porcelana. Despues de frio se pesa y deduciendo del peso hallado el del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el del subsulfuro de cobre formado, del cual se obtiene el del cobre, pues se sabe que á 78 de subsulfuro, (Cu^2S) corresponden 62, ó sean dos equivalentes de cobre.

Antes de pasar adelante, debemos hacer notar, que el sulfuro de cobre húmedo, pasa con extrema facilidad y con el contacto del aire, al estado de sulfato de cobre, que siendo soluble pasa en mayor ó menor cantidad con las aguas de lavado. Por esta razon, es indispensable tener siempre la precaucion de lavar con agua que tenga en disolucion un poco de hidrógeno sulfurado. Estando así, el sulfuro, envuelto en una atmosfera de dicho compuesto, la oxidacion y la pérdida citada, no puede nunca tener lugar.

Separado el plomo y cobre, la disolucion primordial solo contiene el hierro, manganeso, zinc, cal, magnesia y alúmina, si la hay, y se está ya en disposicion de proceder á la separacion de éstos cuerpos. A éste efecto, se hace hervir la disolucion con unas gotas de ácido nítrico, que peroxide el hierro reducido por el hidrógeno sulfurado. Se añade despues amoniaco, gota á gota, hasta que se neutralice el ácido libre y se presente un ligerísimo precipitado de peróxido de hierro, en seguida acetato de sosa y se hace hervir. El hierro y la alúmina se precipitan entonces por completo, en cuyo caso se filtra. A la disolucion se añade unas gotas de bromo y más amoniaco y se deja re-

posar veinte y cuatro horas, para que el manganeso se precipite por completo.

El filtro que contiene el hierro y alúmina, se trata por el ácido clorhídrico que los disuelve, se añade potasa cáustica que precipita el hierro y deja la alúmina disuelta, y por filtración se les separa. El líquido se acidifica con el clorhídrico y se añade después una fuerte cantidad de amoníaco que precipita toda la alúmina, la que se recoge en un filtro, se deseca á 100°, se incinera el filtro á parte y sus cenizas con el precipitado, se calcina fuertemente en un crisol de platino y se pesa. Deducido del peso encontrado los del crisol y las cenizas del filtro, se tiene el de la alúmina del mineral.

No es posible pesar el peróxido de hierro precipitado por la potasa, toda la vez que siempre retiene un poco de álcali, probablemente en combinación. Es pues indispensable redisolverlo en ácido clorhídrico, precipitarlo nuevamente por el amoníaco, recogerlo en un filtro, secarlo, incinerar y pesar. Hechas las deducciones convenientes, se tiene el peso del peróxido de hierro y por consiguiente el del hierro, pues es sabido, que 80 de peróxido, contienen 56 de hierro metálico.

El manganeso, precipitado por completo, gracias á la adición del bromo, se separa por filtración y desecado á 100°, se calcina fuertemente, previa la incineración del filtro y se transforma así en óxido manganeso-mangánico, en cuyo estado, se pesa. De su peso se deduce el manganeso, puesto que 114,50 de aquel, contienen 82,50 de éste.

Separado el manganeso, se añade un exceso de sulfuro de sódio ó amonio que precipita todo el zinc al estado de sulfuro blanco, insoluble. Se deja reposar,

hasta que el líquido que sobrenada esté completamente claro, pues de lo contrario pasa el sulfuro de zinc por el filtro. Una vez obtenido el sulfuro, se disuelve de nuevo en ácido clorhídrico, se añade carbonato de sosa, solo el estrictamente preciso para que despues de precipitado el hidrocarbonato de zinc, azule bien el papel de tornasol y se hace hervir algunos minutos.

La ebullicion es indispensable para que, si hay alguna pequeña cantidad de zinc disuelta al estado de bicarbonato, se precipite por completo, y por otra parte, no se debe prolongarla mucho; pues de lo contrario, puede formarse un subcarbonato de zinc, difícilmente reducible á óxido de zinc por la calcinacion.

El hidrocarbonato de zinc, se lava en tres ó cuatro ocasiones por decantacion, y despues se recoge en un filtro, donde se continúa el lavado, hasta que las aguas no azulen el tornasol, y una gota de las mismas evaporada en una lámina de platino, no deje residuo; en cuyo caso, se deseca, se incinera el filtro á parte, y el todo se calcina fuertemente en un crisol de platino. Resta entonces el óxido de zinc, que pesado, da á conocer el zinc del mineral, pues á 41 de óxido, corresponden 33 de metal.

El lavado del precipitado de hidrocarbonato de zinc, es el punto más difícil de ésta determinacion, pues si no se hace bien y por decantaciones, retiene siempre una cierta cantidad de carbonato de sosa, que pesada, produce un error en más. Por ésta razon, Hauttefeuille propuso hace vários años, convertir el sulfuro en óxido por medio de una tostacion cuidadosa; pero si difícil es obtener dicho óxido exento de carbonato de sosa, más difícil es todavia obtenerlo

libre de ácido sulfúrico, cuando se emplea el método citado. Por ésta razon y porque la pequeña cantidad de carbonato alcalino retenida, se compensa con la pequeña cantidad de zinc que se pierde en la precipitacion, adoptamos siempre en nuestro laboratorio el método descrito.

La cal y la magnesia, son los únicos cuerpos que quedan en disolucion, y se les separa y dosa del modo siguiente: Se añade oxalato de amoniaco, y de este modo, se precipita el oxalato de cal, que recogido en un filtro, se deseca, incinera éste, se calcina todo á la temperatura del rojo oscuro, teniendo la precaucion de añadir un terroncito de carbonato de amoniaco y se pesa. Del peso del carbonato de cal obtenido, se deduce el de la cal; pues en 50 de carbonato, existen 28 de cal. La magenesia que resta en disolucion, se la precipita por el fosfato de sosa, al estado de fosfato magnésico-amónico, que se recoge en un filtro, se deseca, incinera, calcina fuertemente y pesa. Del pirofosfato de magnesia obtenido, se deduce la magnesia, pues á 112 de pirofosfato, corresponden 40 de de magnesia.

Resta solo para terminar el análisis, determinar el agua higroscópica y combinada y el ácido carbónico, y esto se consigue calcinando fuertemente un gramo de mineral en un crisol de platino tarado y pesando despues de la calcinacion. La pérdida de peso hecha constar, representa aquellas cantidades en conjunto, lo cual basta para satisfacer las necesidades industriales.

Casi la totalidad de los cuerpos contenidos en las calaminas, se encuentran tambien en las blendas, con la diferencia solo de hallarse al estado de sulfuros en vez de la de carbonatos. La marcha del análisis, es

pues la misma descrita anteriormente; pero con la diferencia de atacar el mineral con agua régia en vez del ácido clorhídrico y suprimir la calcinacion, puesto que no hay ácido carbónico, y determinar en medio gramo de blenda pulverizada, la cantidad total de azufre. A este efecto, se mezcla dicho medio gramo con uno de clorato de potasa, se coloca el todo en un balon de vidrio y se añade ácido clorhídrico concentrado. La reaccion es muy viva, se desprende cloro que oxida el azufre y lo convierte en ácido sulfúrico, y así que la reaccion es más lenta, se eleva la temperatura hasta la disolucion completa. Se diluye entonces con agua destilada, se filtra y en el liquido filtrado, se precipita el ácido sulfúrico por medio de una disolucion de cloruro de bario. Recogido el sulfato de barita en un filtro, se deseca á 100 grados, se incinera á parte éste, y el todo se calcina en un crisol de platino. Despues de frio, se pesa y del peso del sulfato se deduce por una proporcion el del azufre, pues á 116 de aquel, corresponden 16 de éste.

Ensayo industrial. Desechados en la industria por su gran inexactitud, los procedimientos docimáticos, por vía seca, en la determinacion del zinc en sus minerales, hoy solo se acepta el ensayo volumétrico inventado por Schaffner; notable, por permitir apreciar la totalidad del zinc en los minerales, con la aproximacion de medio por ciento.

Si á una disolucion amoniaca de cloruro de zinc, añadimos una ó dos gotas de percloruro de hierro, se precipitará en el acto el peróxido de hierro en forma de grumos de color rojo claro. Si despues de ello añadimos una disolucion de sulfuro de sodio, comenzará á precipitarse el sulfuro de zinc de color blanco; y como en virtud de las leyes de afinidad química,

dos cuerpos se combinan preferentemente, cuanto más se aproximan al mismo estado físico, el sulfuro de sódio y el cloruro de zinc que ambos están al estado líquido, se descomponen recíprocamente hasta que ya no hay más sal de zinc en disolución. En este caso, el sulfuro alcalino libre, actúa sobre el peróxido de hierro en suspensión, dando lugar al sulfuro de hierro negro, cuya coloración muy visible, indica el término de la precipitación del sulfuro de zinc. Si medimos exactamente por medio de una bureta el sulfuro de sódio que se consume, esta cantidad será proporcional á la de zinc disuelto, por consiguiente, determinando en una cantidad conocida de zinc puro el número de centímetros cúbicos de sulfuro de sódio, necesarios para la precipitación completa, tendremos un líquido normal por el que se podrán determinar las cantidades de zinc disueltas en otros líquidos. Tal es el principio que sirve de base al procedimiento de Schaffner.

Para preparar el líquido normal, se pesan exactamente veinte y cinco centigramos de zinc puro, y se disuelven en un matrás de fondo plano en el ácido clorhídrico, puro también. A la disolución, se añade agua y una cantidad de amoníaco tal, que el precipitado de óxido de zinc que comienza á formarse, se disuelva de nuevo y se perciba bien el olor amoniacal. Entonces, se vierte en la misma una ó dos gotas de percloruro de hierro, que inmediatamente da lugar á la formación de grumos rojizos, que agitados convenientemente, se dividen y caen al fondo del matrás. Hecho esto, se vierte con una bureta dividida en décimas de centímetro cúbico, una disolución de sulfuro de sódio, hasta que los grumos rojizos se coloren en negro, lo cual, como ya hemos dicho, indica que

todo el zinc está precipitado. La comparacion, por tanto, de la cantidad de zinc disuelta y los centímetros cúbicos de disolucion de sulfuro de sódio consumidos, dan á conocer la que seria precipitada por un centímetro cúbico de disolucion normal.

La práctica ha hecho conocer, que la disolucion de sulfuro de sódio debe ser tal, que un centímetro cúbico no precipite más de ocho á nueve miligramos de zinc, y además, que en la coloracion del peróxido de hierro, influye notablemente el volúmen de la disolucion zincico amoniaca. Basta, en efecto, verter sulfuro de sódio en agua destilada que tenga en suspension algunos grumos de peróxido de hierro para convencerse, de que la cantidad de sulfuro gastada en ennegrecerlos, es tanto mayor, cuanto mayor es el volúmen del líquido. De aquí la necesidad de sustraer siempre una cierta cantidad, de la del sulfuro de sódio consumida, para tener la que verdaderamente se ha empleado en la precipitacion del zinc. Esta cantidad ha sido determinada por esperiencias multiplicadas y precisas, hechas con la escrupulosidad que el caso requiere, en el laboratorio central de la Vieille-Montagne, y resulta ser de siete décimas de centímetro cúbico, por ciento de disolucion de zinc, en el supuesto de tratarse de un líquido normal de la concentracion antes indicada. Por tanto, si suponemos que en la precipitacion de los veinte y cinco centigramos de zinc, hemos invertido treinta y un centímetros cúbicos de sulfuro de sódio, y que el volúmen de la disolucion zincico amoniaca es de ciento sesenta centímetros cúbicos, la cantidad que debemos sustraer de la de sulfuro consumida, está dada por la proporcion

$$100 : 0,7 :: 160 : x, \text{ de donde } x = \frac{160 \times 0,7}{100} = 1,12;$$

luego la cantidad real de sulfuro gastada, es de $31 - 1,12 = 29,88$, y la de zinc que precipita un centímetro cúbico del mismo sulfuro, $\frac{25}{2988} = 0,836$.

Supongamos ahora que tratamos de determinar la cantidad de zinc contenida, en una disolución amoniacal. Se le pone en éste caso como anteriormente, una ó dos gotas de percloruro de hierro, se agita para dividir bien el precipitado férrico y se vierte con una bureta la disolución normal, hasta la coloración negra de aquel; si la cantidad consumida es de $28,66$ y el volumen de la disolución 150^{cc} , deberemos sustraer $1,05$ (según la proporción $100 : 0,7 :: 150 : x$) lo que da $27,55$ y multiplicando ésta cantidad por $0,836$, que es el zinc que precipita un centímetro cúbico de disolución normal, tendremos determinada la cantidad en disolución, que en nuestro ejemplo, es de $23,03$. Es importante observar, que durante la precipitación del zinc por el sulfuro de sodio, la temperatura del licor zincico debe estar comprendida entre 50 y 60 grados, pues si es inferior, el óxido férrico ennegrece antes que aquella termine y si es superior, los grumos de peróxido se contraen y toman un color oscuro pronunciado, que impide observar el término con precisión.

No es solo el peróxido de hierro el reactivo propuesto para averiguar el término de la operación, en la determinación del zinc. El cloruro de níquel, el nitroprusianuro de sodio, una disolución amoniacal de óxido de cobre, el acetato de plomo etc., son otros tantos cuerpos propuestos con igual objeto, pero como quiera que ninguno de ellos puede introducirse en la disolución de zinc toda vez que reaccionarian sobre ellos las primeras gotas de sulfuro alcalino vertidas, sus partidarios aconsejan poner una gota de los mismos,

Mo X

en una cápsula de porcelana de fondo plano y probar cuando se presume haber vertido casi todo el sulfuro de sodio en la disolucion de zinc, si hay en ésta un exceso de aquel. Con practica suficiente, puede determinarse así el fin de la operacion, pero con más dificultad que con el percloruro de hierro, que da la reaccion en el seno mismo del líquido y deberemos tambien hacer notar, que tanto el nitroprusianuro de sodio, como el acetato de plomo, dan la coloracion violada ó negra respectivamente por el contacto del sulfuro de zinc, razon por la cual es preciso cuidar mucho no tomar más que gotas de líquido, en que dicho sulfuro no vaya en suspension y con respecto al cloruro de níquel y óxido cúprico amoniacal, la coloracion va variando, desde el verde al azul claro, azul oscuro y al negro, por consiguiente, es indispensable habituarse mucho en su empleo, para no incurrir en errores de gran consideracion.

Six Siendo variable, los metales que, precipitables por el sulfuro de sodio, acompañan al zinc en sus minerales, variables son tambien los métodos puestos en práctica para su separacion. La disolucion, sin embargo, se efectúa siempre del mismo modo, ya sean silicatos ó carbonatos de zinc. La cantidad de mineral reducido á polvo fino sobre que se opera, es de medio gramo en calaminas cuya riqueza excede de treinta por ciento de zinc, en cuyo caso, es preciso no perder de vista que el resultado obtenido despues de la titracion, deberá multiplicarse por dos para tener el verdadero tanto por ciento. Tomando un gramo, ya no habria necesidad de duplicar el resultado, pero como el liquido normal se diluye mucho y el grado de concentracion de éste influye notablemente sobre la exactitud del resultado, no debe prudentemente hablando,

tomarse más cantidad de la espresada, á no ser que se trate de calaminas muy pobres, en cuyo caso, un gramo y aun más, puede tomarse sin inconveniente alguno. Por tanto, suponiendo que la calamina en experimentacion, exceda de treinta por ciento de zinc, se pesa medio gramo reducido á polvo fino y se disuelve en ácido clorhídrico de mediana concentracion, en una cápsula de porcelana. Puede ocurrir ahora, que el zinc esté combinado con el ácido carbónico, el silícico ó con ambos á la vez. En el primer caso, hecha la disolucion, puede procederse á la separacion de los metales estraños; pero en los dos últimos, debe comenzarse por la separacion de la sílice. Es sabido, que tan luego como en una disolucion de ésta, se vierte amoniaco, da origen á un precipitado excesivamente voluminoso y casi imposible de lavar por completo. Pues bien, éste precipitado, retiene una considerable cantidad de zinc, de la que no puede privársele por lavados prolongados, y de aquí un error de menos en su apreciacion exacta. Por otra parte, nada más fácil que la separacion de que se trata. A éste efecto, se evapora la disolucion hasta sequedad en un baño de arena; por ella, la sílice de la modificacion soluble en los ácidos, pasa á la insoluble, y si se disuelve de nuevo el residuo en el mismo ácido clorhídrico diluido, obtendremos una, exenta por completo de aquel compuesto.

Nox. Rivot en su tratado de docimacia y análisis mineral, objeta al método de separacion que acabamos de exponer, que por él, hay siempre una pérdida considerable de zinc, debida, en primer lugar, á arrastre mecánico por los vapores de agua y ácido clorhídrico, y en segundo, por volatilizacion y descomposicion parcial del cloruro de zinc. Aconseja en cambio efec-

tuar la primera disolucion en ácido nítrico y evaporarla; pues segun asegura, operando de esta manera todo el nitrato de zinc queda en la cápsula. Hemos tratado de comprobar el anterior aserto, y para ello experimentamos en la forma siguiente: A un pequeño balon de vidrio, adaptamos un tubo encorvado de la misma materia, convenientemente enfriado por medio de un refrigerante Mill. Pusimos en él un gramo de silicato de zinc y la suficiente cantidad de ácido clorhídrico para su disolucion completa. El balon fué calentado hasta sequedad, en multitud de experimentos dispuestos todos de la manera indicada, al baño de arena, al de Maria y al fuego directo de una lámpara de doble corriente. Todos los vapores desprendidos se condensaban en el tubo de vidrio y se recogian en un matrás, sometiéndolos despues de su neutralizacion por el amoniaco, á la accion del sulfuro de sódio. Las condensadas por evaporacion á fuego directo, acusaban siempre la presencia de una cantidad de zinc, por la formacion del sulfuro blanco característico de éste metal; pero las procedentes de las evaporaciones á baño de arena y de Maria, solo al cabo de veinte y cuatro horas de contacto con el reactivo, pudimos notar trazas imponderables de sulfuro de zinc. Es de notar además, que la separacion de la sílice solo fué completa, empleando para la disolucion el fuego directo ó baño de arena, pues disueltos los residuos, separada la sílice por filtracion y evaporadas nuevamente las disoluciones á fuego directo, las procedentes de los experimentos al baño de Maria, acusaron la presencia de cantidades muy apreciables de aquel compuesto. Por tanto, no resultando pérdidas en zinc, evaporando su disolucion en baño de arena, no creemos exista razon bastante

para efectuar el ataque de sus minerales silicatados por el ácido nítrico, máxime cuando el empleo de éste ácido, requiere más tiempo para que aquel sea completo. Sin embargo, su uso no tiene inconveniente alguno, con tal que la disolución del residuo de la evaporación, se efectúe por el ácido clorhídrico.

Disuelto el mineral, se procede á la separación de los metales que, acompañando al zinc, son precipitables por los sulfuros alcalinos. A éste efecto, distinguiremos tres casos; primero, cuando el metal nocivo es el hierro solo; segundo, cuando además del hierro se halla también el manganeso; tercero, cuando á éstos metales acompaña el plomo.

Primer caso. A la disolución clorhídrica, se añade unas gotas de ácido nítrico y se hace hervir, para peroxidar el hierro que pudiese estar al estado de cloruro ferroso. Se vierte después una cantidad de amoníaco bastante, para que precipite todo el peróxido de hierro, disuelva el óxido de zinc y se sienta bien el olor amoniacal. Algunos aconsejan verter también un poco de cloruro de amonio para efectuar mejor la redisolución del compuesto zincico; pero ésta precaución es inútil, puesto que con el ácido libre, se ha formado ya una suficiente cantidad de aquel compuesto. Hecha la precipitación, se filtra y se lava bien el precipitado con agua caliente adicionada de algunas gotas de amoníaco, prolongándose el lavado, hasta que una gota de las aguas de éste, tratada por el sulfuro de sódio, deje de precipitar en blanco.

Si la cantidad de peróxido de hierro no es considerable, su separación del zinc es bastante completa, siguiendo el procedimiento que acabamos de indicar. No sucede lo mismo tratándose de grandes cantidades

de aquel. Siempre queda en el precipitado un poco de zinc interpuesto mecánicamente, ó lo que creemos más posible, en combinacion con el peróxido de hierro. En éste caso, la separacion rigurosa es imposible; pero disolviendo el precipitado en el ácido clorhídrico, precipitando de nuevo y lavando bien, se llega á obtener el peróxido de hierro con una cantidad de zinc tan pequeña, que puede despreciarse sin influir notablemente en la exactitud de los resultados. Las aguas procedentes de esta operacion, deben reunirse con la disolucion zincico amoniacal.

Segundo caso. De todos los metales, el manganeso es el único que da un sulfuro algo semejante en el color al del zinc. Un químico egercitado, no puede confundirlas; pero los profanos á la ciencia, no solo no lo notan cuando los dos sulfuros se precipitan simultáneamente de una disolucion, sino que tambien los confunden precipitándolos aisladamente. Como entre las calaminas existen algunas muy cargadas de los compuestos mangánicos (calaminas de Cartagena) y la separacion del zinc y del manganeso sea difícil, ocurre frecuentemente que se precipitan los dos metales en conjunto al determinar el valor de la disolucion por el sulfuro de sódio, y entonces se considera bastante más rica de lo que verdaderamente es, la calamina que se examina. De aquí, la necesidad de cuidar mucho esta separacion, para no incurrir en errores que suelen ser causa de grandes pérdidas por parte de los compradores. El método más fácil para conseguir este objeto, es el siguiente: Se hace hervir la disolucion clorhídrica con algunos cristales de clorato de potasa. Por la descomposicion de ésta sal, tanto el hierro como el manganeso, se percloruran y se hacen ambos precipitables por el

amoníaco. Como quiera que el percloruro de manganeso sea muy inestable, es preciso suspender la ebullicion tan luego como se deja sentir el olor del cloro, de lo contrario, el percloruro de manganeso se descompone nuevamente en protocloruro, con desprendimiento de cloro, que otra vez vuelve á notarse por su olor característico. Terminada la percloruracion, se añade amoníaco y se deja reposar el líquido veinte y cuatro horas á lo menos. De este modo, todo el hierro y manganeso se precipita; pues aunque la percloruracion del manganeso no haya sido completa, la accion del oxígeno del aire basta para terminarla. Se calienta despues la disolucion con el precipitado, añadiéndole un poco de amoníaco para reponer el evaporado y disolver completamente el zinc. Por último; se filtra y lava el precipitado con las precauciones indicadas en el primer caso.

Tercer caso. Se hace pasar una corriente de gas ácido sulfhídrico en la disolucion clorhídrica del mineral, diluida convenientemente, hasta que en ella se note un exceso notable de dicho gas, reconocible fácilmente por su olor. To lo el plomo es precipitado al estado de sulfuro insoluble, pero como quiera que la disolucion esté muy ácida, condicion indispensable para evitar la precipitacion de trazas de zinc, de aquí la necesidad de dejar obrar el gas sulfhídrico en exceso, por espacio de veinte y cuatro horas, para conseguir la completa separacion del plomo. Pasado éste tiempo, se filtra y obtenemos una disolucion que no contiene, á parte del zinc, otros metales precipitables por el sulfuro de sódio que el hierro y el manganeso. Su separacion, entra, por tanto, en el segundo caso que hemos examinado.

Obtenida en definitiva una disolucion que no con-

tiene más metal precipitable por el sulfuro de sódio que el zinc, se procede á su evaluacion, siguiendo las condiciones precedentemente expuestas.

Las blendas, se ensayan de la misma manera que las calaminas; pero como generalmente contienen plomo y antimonio, es indispensable tratarlas como minerales plomizos, pues el ácido sulfhídrico precipita también el antimonio. ✕

VII.

Minerales de Cadmio.

Solo un mineral de cadmio, propiamente dicho, se encuentra en la naturaleza, y éste es el sulfuro. Su rareza hace que no sea posible su explotación ventajosa, y como quiera que la mayor parte de los minerales de zinc, blenda ó calamina, lo contengan en pequeña cantidad y ésta pequeña cantidad se volatiliza en el tratamiento metalúrgico de aquellos minerales, condensándose más ó menos oxidados en los primeros productos de su destilacion, de ellos se retira todo el cadmio que circula en el comercio.

La marcha del análisis de las calaminas y blendas, ha sido ya descrita con cuantos detalles son necesarios, en el artículo *Minerales de zinc*, haciendo caso omiso del cadmio, que como hemos dicho, se encuentra en tan pequeña cantidad, que no influye sobre los resultados obtenidos en el análisis de un gramo de mineral. Nos resta ahora solamente, indicar la marcha que debe seguirse para la investigacion y determinacion del cadmio.

A este efecto se pesan cinco gramos de calamina ó blenda por lo menos, se disuelven en ácido clorhídrico y se hace pasar una corriente de gas hidrógeno

sulfurado. Se precipita así, el plomo, cobre y cadmio, cuyos sulfuros por filtración, se separan del líquido que contiene el zinc, hierro, manganeso y demás compuestos del mineral. Se disuelven de nuevo los tres sulfuros en ácido nítrico diluido, se filtra para separar el azufre precipitado y se añade ácido sulfúrico que precipita el plomo al estado de sulfato. Quedan en disolución el cobre y el cadmio, que se separan del modo siguiente:

Se comienza por evaporar hasta sequedad, la disolución que contiene los nitratos de cobre y de cadmio, después se disuelven de nuevo en ácido clorhídrico diluido, se añade un exceso de disolución concentrada de ácido sulfuroso y después sulfocianuro de potasio. El cobre, reducido á sal cuprosa por el ácido sulfuroso, se precipita completamente por el sulfocianuro y queda el cadmio en disolución. Separados por filtración, se hace pasar de nuevo en el líquido una corriente de gas hidrógeno sulfurado, que precipita el sulfuro de cadmio. Recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, se le separa lo mejor del filtro, se incinera éste á parte, y cenizas y precipitado, se mezclan con un poco de azufre en polvo y se calcina en un crisol de porcelana á la temperatura del rojo oscuro. Después de frío se pesa, y el aumento de peso del crisol, indica la cantidad de sulfuro de cadmio, y por tanto, la de cadmio, toda la vez que 72 de sulfuro, contiene 56 de dicho metal.

Se podría también, en vez de hacer pasar de nuevo una corriente de gas hidrógeno sulfurado añadir á la disolución, que solo contiene el cadmio, una de carbonato de potasa. Se precipita de este modo el carbonato de cadmio, que se recoge en un filtro y deseca á 100 grados. Se le separa después con cuidado, in-

cinera el filtro á parte, y cenizas y precipitado se calcinan fuertemente al rojo. De este modo el carbonato de cadmio se descompone, se desprende ácido carbónico y queda como residuo el óxido de cadmio. De su peso se deduce la cantidad de metal, pues 64 de óxido contienen 56 de cadmio.

Para por este método obtener un resultado satisfactorio, es indispensable sostener mucho tiempo la calcinacion del carbonato, pues de todos los metálicos, es quizás el que con mayor fuerza retiene su ácido carbónico. Otra causa de error puede cometerse tambien si se eleva la temperatura al rojo de repente, y no de una manera progresiva, y es que se volatilice un poco de cadmio metálico, debido tal vez, segun Roze, á la formacion de un subóxido de cadmio, que despues se descompone en óxido y en cadmio metálico que se volatiliza. Sin embargo, ambas causas de error desaparecen cuando se trabaja bien, y el resultado obtenido es completamente satisfactorio.

VIII.

Minerales de Bismuto.

En la naturaleza se presentan multitud de minerales de bismuto, pero todos ellos pueden reducirse á tres clases. 1.º Bismuto nativo que es el más general. Contiene siempre arsénico y á veces plata. 2.º Minerales sulfurados; y 3.º Minerales oxidados. Examinaremos el análisis del bismuto nativo primero, despues el de un sulfuro complejo, como el de bismuto, plomo, hierro y cobre; y finalmente, como ejemplo de los minerales oxidados, el del silicato de bismuto.

1.º *Bismuto nativo.* Aun cuando el metal se encuentra generalmente en filamentos delgados penetrando gangas terrosas ó minerales metálicos, como quiera que en éste caso deban analizarse siguiendo la marcha que indicaremos en los minerales oxidados, nos limitaremos ahora al caso de que no contenga más que el arsénico y la plata al estado de liga.

Se ataca un gramo de mineral por el agua régia. Cuando la disolución es completa, se filtra en uno cuyo peso se conozca. El residuo que queda sobre el filtro, es el cloruro de plata, que desecado á 100 grados, se pesa. El aumento de peso del filtro indica la cantidad de cloruro de plata, y de ella se deduce la plata, pues siendo su equivalente 108 y el del cloro 35,50, el del cloruro es 143,50. Si por otra parte, suponemos que el peso de cloruro de plata obtenido es P, entre éstos tres números y la cantidad X de plata desconocida, existe la proporción

$$143,50 : 108 :: P : x, \text{ de donde } x = \frac{108P}{143,50}$$

El cloruro, como todos los compuestos de plata, se alteran á la luz, mucho más pronto á la solar que á la difusa, por cuya razón, es preciso efectuar todas estas operaciones con la menor cantidad de luz posible.

Siendo el bismuto precipitable por el agua al estado de subsal, no se pueden diluir sus disoluciones, que deben estar bastante ácidas. Si como consecuencia de las operaciones analíticas, la cantidad de agua añadida llega á ser tal, que produzca la precipitación de la subsal, debe en el acto añadirse una cantidad de ácido nítrico ó clorhídrico, bastante para que se disuelva nuevamente. Es de notar, que la subsal se

precipita en presencia del ácido tártrico, por cuyo motivo, éste último, empleado para evitar la precipitacion de subsales de antimonio, no tiene aplicacion en el caso presente, carácter que distingue las sales de bismuto de las de antimonio.

Despues de efectuada la separacion de plata, en la disolucion que contiene el arsénico y el bismuto, se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado, hasta saturacion. Así que se siente bien el olor de hidrógeno sulfurado, se filtra, lavan los precipitados con agua que tenga en disolucion dicho gas, y se les hace despues digerir en sulfuro de amonio. El sulfuro de arsénico, se disuelve al estado de sulfosal, y por medio de una nueva filtracion se separa del de bismuto. Este último, se separa del filtro lo mejor posible, incinera éste á parte, y cenizas y precipitado se ataca en una pequeña cápsula de porcelana, tarada, por el ácido nítrico ordinario. El sulfuro se descompone con desprendimiento de hidrógeno sulfurado y formacion de nitrato de bismuto. Se evapora á sequedad en un baño de arena, y finalmente, se calcina al calor rojo de una lámpara de doble corriente, y despues de frio se pesa. El aumento de peso de la cápsula se debe al óxido de bismuto (Bi^2O_3), del cual es fácil deducir la cantidad de metal, pues 452 de óxido, corresponden á 428 de bismuto.

El arsénico, disuelto al estado de sulfosal, se precipita por el ácido clorhídrico diluido, se recoge en un filtro y disuelve despues en agua régia. Cuando es completa, y el azufre separado tiene color amarillo característico, se filtra, añade cloruro de amonio y amoniaco, y despues sulfato de magnesia. Se precipita de este modo el arseniato magnésico-amónico, que recogido en un filtro tarado, se deseca á 100

grados y pesa. El aumento de peso del filtro, debido á aquel compuesto, hace conocer la proporción de arsénico del mineral, pues á 181, corresponden 75 de arsénico.

Cuando la cantidad de plata que contiene el bismuto nativo es muy pequeña, en vez de dosarla al estado de cloruro, es más fácil y exacto copelar diez gramos del mismo y pesar el botón de plata obtenido, operación que, conduciéndose lo mismo que la de una liga de plomo y plata, será descrita más adelante.

2.º *Sulfuros múltiples.* El mineral de bismuto más complicado, es la aikinita, sulfuro múltiple de cobre, bismuto y plomo, conteniendo además en mezcla íntima, el cuarzo, la galena, pirita de hierro y á veces oro nativo. (Mineral de Sibéria). Para analizarlo, se ataca por el agua régia concentrada é hirviendo, un gramo de mineral y después de disuelto, se filtra y añade cloruro de bario. Se precipita de este modo parte del azufre del mineral al estado de sulfato de barita, pues otra parte queda en el residuo insoluble, al de sulfato de plomo. Se recoge en un filtro, deseca, incinera aquel á parte, y cenizas y precipitado, previa una ligera calcinación en crisol de platino, se pesa. El aumento de peso del crisol, se debe al sulfato de barita, del cual se deduce la cantidad de azufre, pues sabemos que 116 de sulfato, contienen 16 de azufre.

El residuo insoluble, separado por filtración, contiene todo el cuarzo del mineral, y una parte del azufre y plomo, al estado de sulfato de plomo. Se trata por tartrato básico de amoníaco que disuelve dicho compuesto y deja el cuarzo insoluble, el cual, recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera, calcina y pesa. Deduciendo de éste, el peso del crisol y de las cenizas del filtro, se tiene el del cuarzo.

La disolución de sulfato de plomo, se precipita descomponiendo el disolvente por ácido sulfúrico diluido. Se recoge en un filtro tarado, deseca á 100 grados y pesa. Del peso de sulfato de plomo, se deduce el azufre que le está combinado, pues 151 de sulfato, contienen 16 de azufre. Se reúnen las cantidades de azufre determinadas respectivamente, al estado de sulfato de barita y de sulfato de plomo, y se tiene de este modo la contenida en el mineral.

Para determinar el plomo, se ataca otro gramo de mineral por el ácido nítrico, se evapora hasta sequedad, se añade un poco de ácido sulfúrico diluido y se evapora otra vez hasta sequedad. De este modo, todo el plomo se transforma en sulfato, que se disuelve tratando el residuo de la evaporación por el tartrato básico de amoníaco. Después de filtrado, se añade ácido sulfúrico diluido que nuevamente precipita el sulfato de plomo, el cual, recogido en un filtro tarado, se deseca y pesa. El aumento de peso del filtro da á conocer la cantidad de sulfato, y por consiguiente la de plomo, pues á 151 de aquel, corresponden 103 de éste.

Otro gramo de mineral finamente pulverizado, se disuelve en agua régia. Se filtra, y hace pasar por la disolución una corriente de gas hidrógeno sulfurado que precipita los sulfuros de oro, plomo, cobre y bismuto. Recogidos en un filtro, se hacen digerir en sulfuro amónico que disuelve solamente el de oro. Separado por filtración, se precipita de nuevo descomponiendo la sulfosal con ácido clorhídrico diluido, se recoge en un filtro y disuelve en agua régia. A ésta disolución se añade otra concentrada de sulfato ferroso, que precipita todo el oro al estado metálico, bajo la forma de un polvo oscuro. Se filtra, deseca á 100 gra-

dos, incinera el filtro, y oro y cenizas se envuelven en una lámina de plomo pobre, se copela y pesa el boton de oro obtenido.

Los sulfuros de cobre, plomo y bismuto, se disuelven en ácido nítrico concentrado. Se filtra para separar el azufre, añade ácido sulfúrico que precipita todo el plomo, y se filtra de nuevo. Quedan en disolucion los dos metales, cobre y bismuto, que pueden separarse de varias maneras, pero que la más fácil consiste en precipitarlos nuevamente por el hidrógeno sulfurado y hacer digerir los sulfuros con cianuro de potasio. El sulfuro de cobre, se disuelve solamente, y el de bismuto que queda insoluble, se deseca á 100 grados despues de separado por filtracion, y se transforma en óxido que se pesa, siguiendo la marcha indicada al tratar del análisis del bismuto nativo.

La disolucion de sulfuro de cobre en cianuro de potasio, se trata por el ácido clorhídrico concentrado, bajo una chimenea de buen tiro, con el fin de ponerse á cubierto de las emanaciones eminentemente tóxicas del ácido cianhídrico. Se evapora á sequedad, disuelve el residuo en ácido nítrico, se añade un exceso de amoniacó, y determina el cobre por el método volumétrico de Parkes ó sea con una disolucion normal de cianuro de potasio.

Nos queda solo por determinar el hierro, que se halla disuelto en el líquido de que se separaron los sulfuros de los otros metales. Para dosarlo, se hace hervir la disolucion con ácido nítrico y se añade despues un exceso de amoniacó. Se recoge en un filtro el precipitado de hidrato de sesquióxido de hierro, que se deseca á 100 grados, calcina, prévia incineracion del filtro, y pesa. De su peso se deduce el del hierro, toda la vez que 80 de peróxido, contienen 56 de hierro metálico.

3.º *Silicato de Bismuto.* El silicato de bismuto, contiene segun Rivot, á más de la sílice y del bismuto, un poco de agua combinada, los óxidos de hierro y de manganeso y el ácido fosfórico. Para analizarlo, se disuelve un gramo del mineral reducido á polvo fino, en agua régia y se evapora hasta sequedad. Se disuelve nuevamente en ácido clorhídrico concentrado y se recoge la sílice (que toda está convertida en la modificación insoluble) en un filtro que se deseca á 100 grados, incinera, calcina y pesa. Deduciendo el peso del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene la sílice del mineral.

En la disolucion, se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado, que precipita al sulfuro de bismuto. Se recoge en un filtro, deseca á 100 grados y transforma en óxido, del cual se deduce la cantidad de metal del mismo modo que en los casos anteriores.

El hierro y manganeso se precipitan añadiendo amoníaco y sulfuro amónico. Se recogen en un filtro y queda en disolucion el ácido fosfórico. Para determinar, se descompone al excedente de sulfuro por ácido clorhídrico, se filtra para separar el azufre y se añade á la disolucion cloruro de amonio y amoníaco y despues sulfato de magnesia. Se precipita el fosfato magnésico amónico, que recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera el filtro, y por calcinacion, se transforma en pírofosfato de magnesia, á cuyo estado se pesa. Del de pírofosfato, se obtiene el de ácido fosfórico, pues 112 de éste compuesto contienen 72 de ácido fosfórico.

Los sulfuros de hierro y de manganeso, se disuelven en ácido clorhídrico. Se neutraliza el exceso de ácido añadiendo amoníaco gota á gota hasta que se forme un

ligerísimo precipitado de óxido férrico. Se añade después un exceso de acetato de sosa y se hace hervir. Se precipita todo el hierro y queda el manganeso en disolución, que se separa por filtración. Se disuelve nuevamente el hierro en ácido clorhídrico, se le transforma en cloruro ferroso por medio del zinc metálico y se determina el hierro con el permanganato de potasa, siguiendo el método volumétrico de Margaritte, descrito en el artículo *Minerales de hierro*.

La disolución que contiene el manganeso, se adiciona con unas gotas de bromo y un poco de amoníaco. Se espera 24 horas, y transcurridas las cuales, se recoge en un filtro el peróxido de manganeso precipitado, que se deseca á 100 grados, incinera el filtro, calcina y pesa. Del peso de óxido manganeso-mangánico formado, se deduce el de manganeso, pues 114,50 de dicho compuesto, contiene 82,50 de manganeso metálico.

Ensayo industrial. Hasta hoy, no se conoce ningún método que permita determinar con exactitud y rapidez la cantidad de bismuto que contiene un mineral. Es, por tanto, indispensable proceder á su separación siguiendo la marcha trazada al ocuparnos del análisis, y después de conseguido, transformar el sulfuro en óxido, de cuyo peso se deduce como ya tenemos indicado, la cantidad de bismuto que contiene el mineral, ó su tanto por ciento.

IX.

Minerales de Antimonio.

Se aprovechan en la industria como minerales de antimonio, la valentinita ó sea el antimoniato de

óxido de antimonio, vulgarmente conocido con el nombre de ácido antimonioso y el sulfuro de antimonio. La diversa composición de éstos minerales, hace que la marcha del análisis sea variable en ambas especies, por cuya razón, la describiremos con separación.

Análisis del antimoniato de óxido de antimonio. Contiene generalmente éste mineral, á más del antimonio, el plomo, hierro, raramente el zinc, (valentinita de la mina Mi Chata, sierra de Cartagena) pequeñas cantidades de cal y cuarzo. Pulverizado que sea, se pesa un gramo que se coloca en un balon de vidrio y trata por el ácido clorhídrico concentrado y perfectamente puro. Se calienta por espacio de algunas horas á una temperatura moderada, por medio de una lámpara de alcohol. Cuando se juzga que todos los metales están disueltos, se aparta del fuego, añade un poco de ácido tártrico, diluye con agua destilada y se filtra. El precipitado bien lavado, se deseca, separa del filtro, incinera éste y aquel con las cenizas, se calcina fuertemente en un crisol de platino. Después de frío, se pesa, y deducido el del crisol y el de las cenizas, se tiene el del residuo insoluble, generalmente, cuarzo, aunque á veces suele acompañarle la arcilla; pero cuya separación es inútil.

La disolución del antimonio, en el ácido clorhídrico, es bastante estable cuando el ácido es muy concentrado; pero inmediatamente que se añade agua, se precipita una parte del óxido de antimonio, tanto más considerable, cuanto mayor es la cantidad de agua añadida. No es posible, en este caso, seguir las operaciones analíticas; pero como quiera que el ácido tártrico tenga la propiedad de conservar el antimonio disuelto aun cuando se diluye con una sufi-

ciente cantidad de agua, tal es la razon porque añadimos un poco de dicho ácido, antes de diluir la disolucion.

Separado el residuo insoluble, la disolucion contiene los metales antimonio, plomo, hierro, zinc y calcio. Se hace pasar por ella una corriente de gas hidrógeno sulfurado, cuidando de añadir progresivamente una mayor cantidad de agua. Esta precaucion es indispensable; pues el antimonio y el plomo no se precipitan completamente en líquidos excesivamente ácidos. Cuando no se nota la formacion de más precipitado y la disolucion huele fuertemente al gas sulfhídrico, se suspende la corriente y se deja reposar hasta que todo el hidrógeno sulfurado en exceso se desprenda al contacto del aire, lo que generalmente tarda un par de horas. Siendo el sulfuro de antimonio parcialmente soluble en una disolucion de hidrógeno sulfurado, se concibe fácilmente la razon de la precaucion que acabamos de indicar.

El precipitado se compone de los sulfuros de antimonio y de plomo, que por filtracion se separan del líquido, que contiene disueltos el hierro, zinc y cal. Ambos sulfuros se ponen en digestion con el sulfuro de amonio, que disuelve el de antimonio formando una sulfosal, el sulfo-antimoniato de sulfuro de amonio y deja insoluble el sulfuro de plomo. Recogido éste en un filtro, se trata por ácido nítrico diluido, que se disuelve al estado de nitrato de plomo, con desprendimiento de hidrógeno sulfurado. Se filtra para privar la disolucion del azufre separado y se añade un poco de ácido sulfúrico diluido. El plomo se precipita de este modo al estado de sulfato de plomo insoluble, que se recoge en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y pesa. Deducido el peso del filtro, se tiene el del

sulfato de plomo, y por tanto el del plomo del mineral, puesto que 151 del primero, contiene 103 del segundo.

El sulfato de plomo no es completamente insoluble en disoluciones muy ácidas, por cuya razon, no debe olvidarse nunca diluirla con una gran cantidad de agua. Es completamente insoluble en el alcohol; luego si se añade su volúmen de éste, se puede estar seguro de la precipitacion completa del plomo. Pero debemos advertir, que el alcohol en presencia del ácido nítrico, puede dar lugar á la formacion y desprendimiento del nitrito de etilo ó éter nitroso, cuya reaccion muy viva, es causa de proyecciones y á veces de pérdidas de sulfato de plomo. Se modera mucho sin embargo, la reaccion y aun se consigue evitarle, empleando líquidos muy diluidos.

El antimonio, que se encuentra disuelto al estado de sulfosal, se precipita por el ácido clorhídrico diluido que descompone el sulfuro de amonio, á cuyas espensas, está disuelto el de antimonio, y conseguido lo cual, se recoge en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y se pesa. Del peso del sulfuro, no puede deducirse el del antimonio metálico; en primer lugar, porque desconocemos el grado de sulfuracion en que se halla; y en segundo lugar, porque siempre está mezclado con una cantidad de azufre libre, mas ó menos considerable, procedente de la descomposicion del sulfuro de amonio por el ácido clorhídrico. Es preciso por consiguiente, analizar éste sulfuro, para saber su contenido en antimonio metálico.

Diversos métodos se han propuesto para el análisis del sulfuro de antimonio mezclado de azufre libre, pero de todos ellos, solo expondremos los dos siguientes, que son los que mejores resultados proporcionan.

1.º Se separa del filtro lo mejor posible el sulfuro de antimonio, se pesa el filtro y por diferencia se tiene la cantidad de sulfuro que se analiza. Se introduce ésta en un balon de vidrio de gran capacidad, mezclada íntimamente con el doble de su peso de clorato de potasa y el todo se trata por el ácido clorhídrico concentrado. La reaccion es muy viva; se desprende una gran cantidad de cloro que actuando sobre el sulfuro, produce ácido sulfúrico y ácido antimónico, quedando ambos disueltos en el ácido clorhídrico. Cuando la reaccion es menos viva, se calienta hasta la ebullicion con una lámpara de espíritu de vino, á fin de que, la disolucion sea completa, y cuando esto se verifica, y el azufre separado sin oxidarse presenta un color amarillo característico, se aparta del fuego. Se añade ahora un poco de ácido tártrico, se diluye con agua y filtra en uno tarado. Se recoge de este modo el azufre que está por oxidar, el que desecado á 100 grados, se pesa.

El líquido filtrado se trata por una disolucion de cloruro de bario, que precipita todo el ácido sulfúrico al estado de sulfato de barita, el que recogido en un filtro, se deseca, incinera y pesa, y sustrayendo el peso del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el del sulfato y por tanto el del azufre, pues á 116 del primero, corresponden 16 del segundo. Sumando la cantidad de azufre determinada con la que quedó por oxidar y cuyo peso ya se conoce, se tiene la total contenida en la parte de sulfuro analizada y si representamos ésta parte por p , por P el peso total del sulfuro, y por p' la de azufre determinada, la total del sulfuro está dada por la proporcion siguiente:

$$p : p' :: P : x; \text{ de donde } x = \frac{p' \times P}{p}.$$

Una causa de error de alguna consideracion puede cometerse en el método anterior, cuando la cantidad de ácido tártrico añadida es considerable, y consiste, en que con el sulfato de barita, se precipita un poco de tartrato de la misma base, que contada como sulfato despues, da mayor proporcion de azufre; pero para evitar dicha causa de error, basta lavar el precipitado despues de calcinado, con ácido clorhídrico que descompone y disuelve el tartrato. Se vuelve á filtrar, desecar y pesar, y se está seguro, que todo el contenido del filtro es sulfato de barita. Otra causa de error señalada, es que el sulfuro de antimonio desecado á 100 grados, retiene siempre una cierta cantidad de agua, que se cuenta como sulfuro; pero como la cantidad de agua retenida, por lo general, no excede de medio por ciento, ésta causa de error tiene poca influencia sobre un análisis industrial.

Conociendo la cantidad de azufre que contiene el sulfuro de antimonio y el peso de éste compuesto, por diferencia se tiene el del antimonio metálico.

2.º El método que acabamos de exponer, tiene varios inconvenientes. No solo es largo y de una manipulacion delicada, sino que, determinándose el antimonio, metal principal, por diferencia, todos los errores cometidos recaen sobre el mismo. Bunzen ha dado otro en que directamente se determina el antimonio y que es de una exactitud matemática, carácter general de todos los métodos debidos á tan eminente químico. A este efecto, opera de la manera siguiente:

Si el antimonio ha sido precipitado por el hidrógeno sulfurado en una disolucion que no contiene ningun otro cuerpo, pasa en seguida á las operaciones ulteriores. Si la precipitacion está hecha por el ácido

clorhídrico cuando el sulfuro de antimonio se halla disuelto en un sulfuro alcalino, entonces, se le priva de la mayor cantidad del azufre libre que contiene, poniéndolo en digestion con el sulfuro de carbono, que disuelve la mayor parte de aquel. Una vez obtenido el sulfuro de antimonio en las condiciones dichas y desecado, se separa lo mejor posible del filtro, se incinera éste, y sus cenizas con aquel, se pasan á un crisol de porcelana, donde se humedece con unas gotas de ácido nítrico ordinario y despues se añade un exceso de ácido nítrico humeante. La reaccion que comienza en seguida es muy enérgica, y para evitar proyecciones, es por lo que se humedece antes con ácido nítrico diluido. Se calienta despues el crisol en baño de arena hasta sequedad completa y despues se calcina fuertemente al rojo claro por espacio de un cuarto de hora. El ácido sulfúrico formado, se volatiliza y queda en el crisol el antimoniato de óxido de antimonio. Pesado y deducido el peso del crisol, se tiene el del antimoniato, y por tanto, el del antimonio, pues á 398 de aquel, corresponden 366 de éste.

Separados el plomo y antimonio de la disolucion primitiva, quedan en ésta, el hierro, zinc y cal. Se la añade amoniaco en exceso y sulfuro de amonio, que precipita los dos primeros metales, y deja disuelta la cal, y así que el precipitado se deposita completamente y el líquido que sobrenada está enteramente claro, se filtra. Los dos sulfuros se disuelven de nuevo en el ácido clorhídrico, se añade nuevamente amoniaco que precipita el hierro al estado de peróxido, y éste, se recoge en un filtro, lava bien, deseca, incinera, calcina y pesa. Del peso del peróxido se deduce el del hierro por la proporcion

$$80 : 56 :: p : x ; \text{ de donde } x = \frac{56 P}{80}$$

Llamamos p, el peso del peróxido.

El zinc disuelto en el líquido amoniacal, se determina por via volumétrica siguiendo, el método de Shaffner descrito en el artículo *Minerales de zinc*.

La cal que queda en la disolucion primitiva, se precipita al estado de oxalato, por el oxalato de amoniaco. Recogido el precipitado sobre el filtro y desecado á 100 grados, se le separa de éste, que se incinera á parte, se reúne todo en un crisol de platino y se calcina al rojo oscuro para convertir el oxalato en carbonato, á cuyo estado se pesa. Si P es el peso del carbonato, el de la cal se deduce por la proporcion

$$50 : 23 :: P : x ; \text{ de donde } x = \frac{23 P}{50}$$

Análisis del sulfuro de antimonio. El sulfuro de antimonio natural se encuentra siempre acompañado de otros sulfuros naturales, tales como la galena, la blenda y la piritita de hierro. Contiene además el cuarzo y más raramente el carbonato de cal. Los metales que hay que determinar, son pues precisamente, los mismos que en el antimoniato de óxido de antimonio, salvo que están en combinacion con el azufre, en vez de estarlo con el oxígeno. La marcha del análisis es la misma trazada ya para la determinacion de los metales, y la única variacion consiste en la determinacion del azufre. Para efectuarla, se trata un gramo de mineral bien pulverizado y mezclado con el doble de su peso de clorato de potasa, por el ácido clorhídrico concentrado y con las precauciones indicadas al tratar del método indirecto de determinacion

del antimonio. Disuelto que sea, se filtra, y en el líquido filtrado, se determina el azufre, que está convertido en ácido sulfúrico, al estado de sulfato de barita.

Cuando el mineral que se analiza, contiene una cantidad de galena apreciable, con el residuo insoluble se tiene una cierta cantidad de sulfato de plomo; cuyo azufre debe determinarse para añadirlo al anterior. A este efecto, se trata el residuo citado por un exceso de tartrato básico de amoniaco, que disuelve el sulfato de plomo; se filtra y neutralizando en el líquido filtrado el exceso de amoniaco por el ácido sulfúrico, se precipita nuevamente el sulfato de plomo. Recogido en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y se pesa. De su peso se deduce el del azufre, pues si le llamamos P, se tiene la proporcion

$$151 : 16 :: P : x; \text{ y } x = \frac{16 P}{151}.$$

La cantidad de azufre determinada de esta manera, se añade á la que ha sido al estado de sulfato de barita.

Los minerales de antimonio suelen ser á veces notablemente argentíferos, por cuya razon, siempre debe determinarse la plata, lo que se consigue del modo siguiente:

Se toma una cantidad algo considerable de mineral, 25 gramos por ejemplo, se mezcla con 10 de litargirio y se trata por el ácido clorhidrico concentrado en un gran balon de vidrio. Se calienta por medio de una lámpara, y cuando se juzgue que todo el antimonio está disuelto, se añade ácido tártrico y una gran cantidad de agua. Se deja reposar por espacio de 24 horas, despues de las cuales, se filtra, lava bien

el precipitado, y se deseca á la temperatura de 100 grados centígrados. Despues de seco, se separa del filtro, se incinera éste á parte, se le reunen las cenizas y mezclado todo con un gramo de carbon y el doble de su peso de carbonato de sosa, se funde en un crisol de barro refractario, con las mismas precauciones que si se tratara de un ensayo de plomo. Cuando la fusion es completa y tranquila, se cuela en una lingotera y deja enfriar. Ya frio, se separa el boton de plomo, que contiene toda la plata del mineral, de la escoria, se aplasta en un yunque, lava bien con ácido clorhídrico muy diluido y se copela. La plata obtenida de esta manera, representa la del mineral, más la que pueda contener el litargirio. Esta última se determina fundiendo con las mismas condiciones 10 gramos de litargirio y copelando el boton de plomo que rinda. La diferencia entre éstas dos cantidades de plata, representa la del mineral sometido al ensayo.

Ensayo industrial por vía volumétrica. Entre los diversos métodos propuestos para determinar el antimonio por vía volumétrica, solo el siguiente, debido á Kessler, puede emplearse en la industria con alguna aproximacion. Se funda en que, si á una disolucion ácida de cloruro antimonioso se añade otra de permanganato de potasa, el color característico de éste desaparece en tanto que hay cloruro antimonioso; pero que tan luego como todo él está transformado en cloruro antimonioso, una gota de permanganato añadida, colora toda la masa en rosa pálida. Por tanto, teniendo una disolucion de permanganato de potasa tal, que se conozca la cantidad de antimonio, que un centímetro cúbico hace pasar del mínimo al máximo de oxidacion, se podrá con ella determinar

la de antimonio existente en otros líquidos. Es pues preciso preparar y graduar la disolucion de permanganato. A éste efecto, se opera de la manera que á continuacion se espresa:

Se pesan de ocho á diez gramos de permanganato de potasa cristalizado y se disuelve en un litro de agua destilada. Se pesan igualmente veinte y cinco centigramos de antimonio metálico, que colocados en un balon de vidrio se disuelve en agua régia, compuesta de nueve partes de ácido clorhídrico por una de ácido nítrico, haciendo hervir el todo por medio de una lámpara de alcohol. Cuando la disolucion es completa, se añade ácido tártrico y diluye con agua. El antimonio, en la disolucion que acabamos de preparar, se halla al estado de cloruro antimónico, por cuya razon, es necesario reducirlo al de cloruro antimonioso.

Los sulfuros de antimonio, sea cualquiera el grado de sulfuracion en que se encuentren, siempre que se les trate en caliente por el ácido clorhídrico, se disuelven al estado de cloruro antimonioso, con desprendimiento de hidrógeno sulfurado. Por esta razon, para tener la seguridad, de que una disolucion de antimonio lo contiene al mínimo de oxidacion, es indispensable transformar la disolucion en que se halla, en sulfuro, recoger éste y disolverlo nuevamente en el ácido clorhídrico. Esto mismo es necesario operar con la disolucion de antimonio preparada antes. En su consecuencia, convenientemente diluida, se le hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado y cuando se juzga que la precipitacion es completa, se espera á que todo el gas en exceso se desprenda, se filtra y lava el precipitado. Despues de seco se separa bien del filtro, se incinera éste á parte, y todo reu-

nido en un balon de vidrio, se trata por ácido clorhídrico concentrado, añadiendo un poco de ácido tártrico y se calienta hasta disolucion completa. Se traspasa despues á un matrás de fondo plano, y con una bureta de Gay-Lussac, se vierte la disolucion de permanganato de potasa. El color de éste desaparece tan luego como cae en el líquido antimonioso; pero así que todo el antimonio ha pasado del mínimo al máximo de oxidacion, una sola gota añadida, colora en rosa toda la masa líquida. Este fenómeno, indica el fin de la operacion. Se lee entonces en la bureta el número de centímetros cúbicos consumidos, y si por ejemplo, han sido 28,90, dividiendo por éste número los 25 centígramos de antimonio metálico, el cociente 0,871, indica la cantidad de antimonio que un centímetro cúbico de permanganato, hace pasar del mínimo al máximo de oxidacion.

Para ensayar un mineral, se le reduce á polvo fino, se pesan 50 centígramos del mismo, que se disuelve en ácido clorhídrico concentrado, á la temperatura conveniente. Conseguida la disolucion, se le añade ácido tártrico, se diluye con agua destilada y filtra. Por la disolucion filtrada, se hace pasar una corriente de hidrógeno sulfurado hasta completa precipitacion del antimonio. Se recoge el sulfuro de antimonio en un filtro, se lava y deseca, y despues se separa del filtro, incinera éste, y reunidas las cenizas con el sulfuro, se disuelve en caliente en ácido clorhídrico con adiccion de ácido tártrico, se trasvasa á un matrás de un fondo plano y se vierte con una bureta permanganato de potasa, hasta que se presente la coloracion rosa, indicio del fin de la operacion. De los centímetros cúbicos consumidos, se deduce el contenido de antimonio en el mineral, pues si por ejemplo, se han

gastado 21,70, multiplicándolos por el número 0,871 antes determinado, se tienen 18,90, y puesto que se ha tomado medio gramo de mineral, $18,90 \times 2 = 37,80$, es el tipo del mineral, ó su tanto por ciento.

Con práctica suficiente, éste método da una aproximación bastante para las exigencias industriales; pero en manos de principiantes, suele dar un error en más, debido á la acción reductora, que el ácido tártrico, indispensable para tener una disolución clara de antimonio, ejerce sobre el permanganato de potasa. Pero puesto que la acción del ácido tártrico no es instantánea como la de la sal antimoniosa, basta alguna práctica para detenerse en el punto mismo en que la peroxidación del antimonio está terminada. Si para evitar la presencia del ácido tártrico, se opera sobre disoluciones que contengan una gran cantidad de ácido clorhídrico concentrado libre, el error puede ser muy grande, pues dicho ácido concentrado, actúa más enérgicamente sobre el permanganato, que las disoluciones diluidas que contienen algún ácido tártrico.

Ensayo por la vía seca. La volatilidad del antimonio y de sus compuestos, no permite obtener resultados satisfactorios en los ensayos por vía seca. Las pérdidas por ésta causa son tan considerables, que varían desde el 15 al 25 por ciento del metal contenido en el mineral. Sin embargo, como aun todavía en algunas transacciones mercantiles, exigen que el metal se fije por vía seca, describiremos éste método con las precauciones que la práctica nos ha hecho conocer, para que la pérdida sea un mínimo. Distinguiremos dos casos, según que los minerales sean oxidados ó sulfurados.

1.º *Minerales oxidados.* Se pesa cinco gramos

del mineral en polvo, que se mezcla intimamente con cinco gramos de tártaro, de cinco á diez de carbonato de sosa y un gramo de carbon. Se coloca la mezcla en un crisol de barro refractario, y éste á su vez en un hornillo de tiro. La mezcla entra bien pronto en fusion pastosa, en cuyo estado se la sostiene por espacio de unos diez minutos á la temperatura más baja posible, lo que se consigue teniendo constantemente cerrado el registro de la chimenea y la puerta del cenicero. Despues de éste tiempo, todo el antimonio está reducido al estado metálico, y se trata ahora de reunirlo en un solo boton, en el menor tiempo posible, pues la pérdida de metal es proporcional al tiempo que el crisol está en el horno, y se verifica principalmente en éste último período. A este efecto, se abren las puertas del cenicero y el registro de la chimenea, consiguiéndose de este modo que la temperatura se eleve bastante y que el mineral se funda completamente, adquiriendo en unos cinco minutos la fluidez y tranquilidad necesaria, en cuyo caso, se saca el crisol del fuego y se vierte su contenido en una lingotera de hierro. Despues de frio, se separa con un martillo el boton de antimonio de la escoria, cuidando no romper aquel, se lava con agua que tenga unas gotas de ácido clorhídrico y se pesa. Si éste es de gramos 2,392, como se han tomado 5 gramos de mineral, su ley está dada por la proporcion

$$5 : 2,392 :: 100 x, \text{ de donde } x = \frac{2,392 \times 100}{5} = 47,84.$$

2.º *Minerales sulfurados.* El carbono y los flujos alcalinos, no bastan para reducir el antimonio en un sulfuro, pues el carbonato de sosa actuando sobre él, da siempre lugar á la formacion de antimoniato

de sosa y de un sulfuro doble de antimonio y de sódio. El carbon, descompone al antimoniato poniendo al antimonio en libertad; pero no actúa sobre el sulfuro doble formado. Es indispensable en éste caso añadir un agente desulfurante, y éste es el hierro, que forma sulfuro de hierro que pasa á la escoria y antimonio metálico. La ganga terrosa y silícea, es escorificada por el excedente de carbonato alcalino.

Para hacer el ensayo, se mezclan íntimamente cinco gramos de mineral con diez de carbonato de sosa, un gramo de carbon y dos de hierro en limadura fina. Se pone la mezcla en un crisol y se coloca en el horno de tiro, tomando todas las precauciones indicadas para el ensayo de los minerales oxidados. Cuando la fusion es tranquila, se aparta el crisol, se vierte su contenido en una lingotera, se separa el boton metálico de la escoria, y despues de lavado se pesa. De su peso, se deduce el tanto por ciento del mineral, por una proporcion igual á la precedente.

Insistimos de nuevo, en que la determinacion por via seca del antimonio en sus minerales, es muy inexacta y que siempre que sea posible, debe hacerse ésta determinacion por via húmeda, bien al estado de antimoniato de óxido de antimonio, cual lo ha propuesto Buzen, que es el método más exacto, ó bien por el volumétrico de Kessler.

Cuando se somete el mispiquel ó pirita arsenical al método de ensayo por vía seca, aconsejado para los minerales sulfurados de antimonio, se obtiene un boton metálico que es una aleacion de hierro y de arsénico. Ni el boton obtenido puede confundirse con uno de antimonio, ni el mineral mispiquel con el sulfuro de antimonio natural; pero sin embargo de ello,

los hemos visto confundir por algunos mineros de Cartagena, hasta el punto de hacer algunos gastos en denuncios y minas que lo contenian. Por ello creemos conveniente advertir, que cuando se dude acerca de la naturaleza del boton obtenido, se disuelva una parte de él en agua régia y despues se diluye con una gran cantidad de agua. Si es antimonio, el agua producirá un precipitado blanco, lo que no tendrá lugar caso contrario. De este modo se puede estar seguro de la naturaleza del metal que se examina.

X.

Minerales de Estaño.

El único mineral de estaño aprovechable en la industria metalúrgica, es la casiterita ó sea el bióxido de estaño natural. Generalmente, se le encuentra acompañado de cuarzo y de wolfran, (combinacion natural de ácido túngstico con los óxidos de hierro y de manganeso) y para su análisis, seguimos siempre el método siguiente:

Se trata en un balon de vidrio, un gramo de mineral, porfirizado lo más posible en mortero de ágata, por el agua régia concentrada. Se calienta por medio de una lámpara, sosteniendo la ebullicion por una hora á lo menos, pasada la cual, puede estarse seguro de que el ataque del mineral es completo. De esta manera, el wolfran es descompuesto, se disuelven los cloruros de hierro y de manganeso, y quedan insolubles, el cuarzo, bióxido de estaño y ácido túngstico. Se separa por filtracion la parte soluble de la insoluble, se lava ésta con agua destilada, hasta que evaporada con una gota de las aguas de lavado, no deje

residuo y se procede con separacion al análisis de la parte insoluble y de la parte soluble.

Parte insoluble. Se trata en el filtro mismo, con amoniaco, que disuelve todo el ácido túngstico y se lava bien con agua amoniacal el residuo insoluble. Todas las aguas amoniacales se concentran, y cuando su volúmen es bastante reducido, se trasvasa á un crisol de porcelana cuyo peso se conoce, donde se termina la evaporacion y calcina fuertemente. El residuo es el ácido túngstico, que pesado el crisol con su contenido y deduciendo el peso del crisol, se tiene la proporcion que de dicho ácido existe en el mineral.

En el residuo insoluble, quedan el bióxido de estaño y el cuarzo. Se deseca á 100 grados, se separa del filtro, incinera éste á parte, y todo mezclado con medio gramo de carbon de madera en polvo, se coloca en un crisol de porcelana, que á su vez lo es dentro de uno de barro refractario. Se tapan ambos crisoles, y en un horno de tiro se les somete por espacio de una media hora á la temperatura roja. Pasado este tiempo, se les separa del fuego y deja en friar. Se vierte el contenido del crisol en un balon de vidrio, se añade ácido clorhídrico concentrado y una lámina de platino, que facilita notablemente la disolucion de estaño. Se tapa el balon con un buen corcho atravesado por un tubo largo de vidrio encorvado que va á sumergirse en un matrás que contiene ácido clorhídrico. Se calienta el balon por espacio de unas dos horas, y por éste medio, se disuelve todo el estaño, que reducido al estado metálico por la accion del carbon y de la temperatura roja, se hace soluble en el ácido clorhídrico. Los vapores ácidos que se desprenden y que pudieran arrastrar una cantidad apreciable de cloruro de estaño, son condensados en el

matrás. Cuando se juzga que la disolución es completa, se aparta el matrás condensador, antes de apagar la lámpara para evitar una absorción y se diluye un poco la disolución de estaño. Se filtra y en el líquido filtrado reunido con el que sirvió para condensar los vapores ácidos, se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado. Todo el estaño se precipita al estado de sulfuro estañoso. Se recoge sobre un filtro, lava bien y deseca á 100 grados, y despues, se separa del filtro lo mejor posible, incinera éste á parte, y cenizas y precipitado se calientan en un crisol de porcelana, á baja temperatura, hasta que no se perciba olor de ácido sulfuroso. Llegado éste caso, se calcina fuertemente añadiendo un trozo de carbonato de amoniaco, para espulsar el ácido sulfúrico que pudiera haberse formado, se deja despues enfriar y se pesa. El peso obtenido, deducido el del crisol y el de las cenizas del filtro, da la proporción de bióxido de estaño, y por tanto, del estaño contenido en el mineral, pues sabemos que á 75 de bióxido, corresponden 59 de estaño metálico.

En el residuo insoluble, queda todo el cuarzo y un poco de carbon. Se deseca á 100 grados, y se pone en un crisol de porcelana, tarado, donde se incinera el filtro y el excedente de carbon, y queda solamente el cuarzo. El aumento de peso del crisol, da su cantidad, de la que debe deducirse el peso de las cenizas del filtro y de las que deje el medio gramo de carbon empleado, lo cual se determina por una esperiencia preliminar, incinerando medio gramo del polvo de carbon, de que se haya hecho uso.

Parte soluble. Contiene todo el hierro y manganeso del mineral. Se trata en un matrás de vidrio por carbonato de sosa, añadido en cantidad estrictamen-

te necesaria para neutralizar el ácido libre, y que se precipite una pequeña cantidad de óxido férrico. Se añade despues un exceso de acetato de sosa y se hace hervir. El hierro es completamente precipitado y queda en disolucion el manganeso. Se filtra, disuelve el precipitado en ácido clorhídrico y se precipita nuevamente el hierro por el amoniaco; el cual, recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera, calcina y pesa. El aumento de peso del crisol, deduciendo el de las cenizas del filtro, da la cantidad de peróxido de hierro, y por tanto, la del hierro metálico, toda la vez que á 80 de peróxido, corresponden 56 de hierro.

Queda en la disolucion primitiva el manganeso, y puesto que no existen sales amoniacaes, ni suponemos que las haya térreas, basta añadir carbonato de sosa para que se precipite el hidro-carbonato de manganeso. La cantidad de carbonato añadida, debe ser tal, que precipitado todo el manganeso, azule la disolucion sensiblemente al papel de tornasol. Se calienta despues, filtra y lava el precipitado hasta que las aguas de lavado no presenten reaccion alcalina, en cuyo caso, se deseca á 100 grados, se separa del filtro, incinera éste, y todo reunido, se calcina fuertemente á la lámpara en un crisol de platino. Despues de frio se pesa, y el aumento de peso, deducidas las cenizas, corresponde al óxido manganoso-mangánico, residuo de la calcinacion. De él se deduce la cantidad de manganeso; y con efecto; 114,50 de óxido manganoso-mangánico, contienen 82,50 de manganeso.

Como los minerales de estaño se prestan tanto á la concentracion mecánica, solo los concentrados son los que forman objeto de comercio, y en éstos, es

muy raro que se presenten otros cuerpos distintos de los de que hemos tratado en el análisis anterior, y de todos ellos, solo se exige, por lo general, la determinacion del estaño y la del túgstenio, por las malas condiciones que éste comunica al estaño. La determinacion del túgstenio, se hace con una aproximacion bastante para las necesidades de la industria, por el método ya expuesto, y la del estaño, ora por vía volumétrica, ora por vía seca.

Si se presenta al análisis un mineral de estaño muy pobre, debe comenzarse por concentrar por lavados en una cápsula de fondo plano, un peso conocido del mismo, y analizar solamente el mineral concentrado. La cantidad de estaño, puede referirse despues al mineral impuro. Y, en efecto; el análisis de un mineral de estaño tan impuro, es completamente inútil, pues solo los minerales concentrados pasan á las operaciones metalúrgicas.

Ensayos por vía volumétrica. La facilidad con la cual el cloruro estañoso pasa á cloruro estáñico, en contacto de los agentes oxidantes, sirve de base para la determinacion volumétrica del estaño. Se pueden emplear como agentes oxidantes, el iodo en disolucion en ioduro de potasio, cual ha sido propuesto por Leussen (Jorn. für prakt. Chem. tomo LXVIII) ó el bicromato de potasa que aconseja Streng. Ambos métodos bien ejecutados, proporcionan una exactitud bastante para las aplicaciones industriales, por cuya razon, los describiremos á continuacion. Prescindiremos del permanganato de potasa, aconsejado tambien por algunos químicos, pues la acidez grande de la disolucion de cloruro estañoso y otra porcion de circunstancias, hábi mente descritas por Scheurer-Kestner, imposibilitan emplearlo con la confianza necesaria.

Método de Leussen. Si en una disolución ácida de cloruro estañoso se vierten unas gotas de engrudo de almidon, y despues por medio de una bureta una disolución de iodo en ioduro de potasio, el iodo actúa sobre el cloruro estañoso, con produccion de cloruro estánico; pero tan luego como todo el estaño está al máximo de cloruración, una gota de disolución de iodo añadida, colora en azul toda la masa, por la produccion del compuesto vulgar é impropriamente llamado ioduro de almidon. Segun esto, es evidente, que si se dispone de una disolución de iodo, tal, que se conozca la cantidad de estaño que un centímetro cúbico de la misma hace pasar del estado mínimo al máximo de oxidación, será fácil deducir de la que se gaste en efectuar dicha transformación en una disolución de cloruro de estaño, la cantidad de estaño que contiene.

Para preparar la disolución de iodo, se disuelven diez gramos de ioduro de potasio en agua destilada, y se añade despues sobre diez gramos de iodo. Cuando la disolución es completa, se añade agua destilada hasta que se tenga el volumen de un litro. Despues se pesan 25 centigramos de estaño perfectamente puro, se ponen en un balon de vidrio con 50 á 60 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico y una lámina de platino que facilita su disolución. Se tapa el balon con un buen corcho atravesado por un tubo de vidrio encorvado que va á sumergirse en un matrás de fondo plano que contiene ácido clorhídrico. Se consigue por ésta manera de operar, primero, evitar el contacto del aire con la disolución de estaño, y segundo, condensar la cantidad de cloruro que fuese volatilizada ó arrastrada mecánicamente por los vapores ácidos. No tomando éstas precauciones y haciendo la disolución al

contacto del aire, como de ordinario, se tienen dos causas de error que influyen tan notablemente sobre los resultados finales, que no han faltado químicos que por esta causa hayan desechado los métodos volumétricos. Así dispuestas las cosas, se calienta el balón por medio de una lámpara de alcohol, y conseguida la disolución, se separa el matrás para evitar una absorción, se apaga la lámpara, y trasvasa la disolución de cloruro estañoso al matrás condensador, previa la separación de la lámina de platino, la cual, como el tubo encorvado, se lava bien con agua destilada, que se reúne á la disolución. Se añade entonces á la misma una gota de engrudo de almidón, y por medio de una bureta, se vierte disolución de iodo hasta que una gota añadida, colora toda la masa en azul. Este fenómeno indica el fin de la operación. Se lee el número de centímetros cúbicos consumidos, y dividiendo por él los 25 centigramos de estaño, el cociente de la división, da la cantidad de estaño que un centímetro cúbico de disolución de iodo, hace pasar de cloruro estañoso á cloruro estáñico. Si por ejemplo, se han gastado 30 centímetros cúbicos, este número es $\frac{25}{30} = 0,833$.

Para ensayar un mineral, se pesa un gramo reducido á polvo finísimo, se pone en una cápsula y se hace hervir con agua régia. Cuando se juzgue que todo el hierro ha sido disuelto, se diluye con agua y filtra. Bien lavado el residuo insoluble, se deseca á 100 grados, se separa del filtro, que se incinera, y reuniéndosele las cenizas, se mezcla con medio gramo de carbon de madera en polvo, se coloca la mezcla en un crisol de porcelana, que á su vez lo es en otro de barro refractario, y se somete por espacio de media hora á la temperatura roja de un hornillo de

tiro. Todo el bióxido de estaño es reducido de esta manera en estaño metálico. Se aparta el crisol del fuego, y despues de frio, se trasvasa el mineral á un balon de vidrio al que se añade una lámina de platino y ácido clorhídrico concentrado. Se hace la disolucion con las precauciones mismas indicadas para graduar la disolucion de iodo, y despues se determina la cantidad de estaño disuelta, siguiendo la misma marcha, ó sea vertiendo disolucion de iodo con la bureta hasta que se presente el color azul del ioduro de almidon. Si por ejemplo, se han consumido 43,60 centímetros cúbicos, el producto de éste número por el 0,833 ántes determinado, da el tanto por ciento del mineral, que es en este caso de 36,31.

Rapidez en las operaciones, no filtrar nunca las disoluciones de cloruro estañoso y trabajar en lo posible al abrigo del contacto del aire, son las precauciones que deben tenerse siempre, para que los resultados obtenidos tengan una exactitud suficiente para las necesidades industriales.

Método de Streng. El bicromato de potasa, cuando se vierte en una disolucion de cloruro estañoso, se descompone, produciendo cloruros estáñico y crómico. Si antes de verter el bicromato de potasa, se añade á la disolucion de cloruro estañoso unas gotas de ioduro de potasio y de engrudo de almidon, el líquido permanece incoloro; pero si en la disolucion así preparada vertemos con una bureta otra de bicromato de potasa, la peroxidacion del estaño tiene lugar; el líquido toma el color verde característico del sesquicloruro de cromo, y cuando todo el estaño ha pasado al máximo de cloruracion, una gota de bicromato de potasa añadido, actuando sobre el ioduro de potasio, pone en libertad iodo, que á su vez actúa sobre

el almidon y comunica á toda la masa el color azul intenso del ioduro de almidon. Tales son las reacciones que sirven de base al método de Streng.

Se prepara la disolucion de bicromato de potasa, con diez gramos de éste compuesto que se disuelven en un litro de agua destilada y se gradúa, disolviendo con las mismas precauciones que en el método anterior, 25 centigramos de estaño puro. Terminada ésta, se le añade unas gotas de ioduro de potasio y otras de engrudo de almidon y despues, con la bureta, bicromato de potasa hasta que se presente el color azul. Si por ejemplo, hanse gastados 26,70 centímetros cúbicos de bicromato, $\frac{25}{26,70} = 0,936$, es la cantidad de estaño que un centímetro cúbico de ésta disolucion, hace pasar de cloruro estañoso á cloruro estánico.

El ensayo de un mineral, se hace disolviéndolo en ácido clorhídrico, despues de su tratamiento por el agua régia y de la reduccion del bióxido de estaño, operaciones que se ejecutan de la manera ya indicada en el método descrito antes. Conseguida la disolucion, se añade ioduro de potasio y engrudo de almidon y se vierte disolucion de bicromato de potasa, hasta que se presenta el color azul del ioduro de almidon. Se lee en la bureta el número de centímetros cúbicos consumidos, y si son 48,80 por ejemplo, el producto de $48,80 \times 0,936 = 56,82$, es el tanto por ciento del mineral.

Ensayo por vía seca. La facilidad con la cual el bióxido de estaño se combina con los álcalis, hace que los ensayos por vía seca sean poco exactos. Por otra parte, si se eleva mucho la temperatura á fin de que todo el estaño sea reducido por el carbon, se reduce igualmente una cierta cantidad de hierro, que aleán-

dose al estaño, produce un rendimiento mayor que el verdadero. Se puede, sin embargo, obtener un resultado tan aproximado como puede esperarse de un ensayo por vía seca, operando del modo siguiente:

Se toman cinco gramos de mineral bien pulverizado, que se tratan en caliente por el agua régia, en una cápsula de porcelana. Consiguiese de este modo disolver todo el hierro. Se filtra, lava bien el residuo insoluble y se deseca á 100 grados. Se separa después del filtro, se incinera éste, y reunidas las cenizas con él, se mezcla con un gramo de carbon de madera bien pulverizado, y de uno á dos gramos de carbonato de sosa, según la riqueza del mineral. Se coloca la mezcla en un crisol de barro refractario, y se somete á la acción de una temperatura roja intensa por espacio de una hora. Transcurrido éste tiempo, se separa el crisol del fuego y se vierte su contenido en una lingotera. Se recoge después de frío, se separa con un martillo el botón de estaño de la escoria, el cual, bien lavado y seco, se pesa. Su peso hace conocer la riqueza del mineral, pues si por ejemplo, es de 2,73, se tiene la proporción

$$5 : 2,73 :: 100 : x, \text{ de donde } x = \frac{2,73 \times 100}{5} = 54,60$$

Quando los minerales que deban ensayarse son muy pobres, no debe verificarse éste sin concentrarlos previamente por lavados, salvo referir después el resultado obtenido al mineral en bruto. La razón de ésta manera de operar, es que las pérdidas de estaño por vía seca, son tanto mayores, cuanto más pobres son los minerales sobre que se experimenta, hasta tal punto, que en minerales muy pobres, que necesitan gran cantidad de flujos alcalinos para la comple-

ta escorificacion de las gangas, no se obtiene ningun boton de estaño, pasando todo él á la escoria al estado de estañato alcalino.

XI.

Minerales de Plomo.

Las especies minerales del plomo son muy numerosas, y todas ellas existen en España. Indicar la marcha que debe seguirse en el análisis de cada una de éstas especies, será cuestion demasiado larga y que nos separaria mucho de la índole de este trabajo, dedicado más especialmente á análisis industriales. Por ello nos limitaremos á solo dos casos. A el análisis de una mezcla de carbonato, oxicarbonato, fosfato y arseniato de plomo, y al de la galena mezclada con los sulfuros de antimonio, cobre hierro y zinc. Siendo éstos dos casos los más complicados que pueden presentarse en la práctica, es fácil analizar despues los de las otras especies, que es mucho más sencillo.

Primer caso. La mezcla de carbonato, oxicarbonato, fosfato y arseniato de plomo, ha sido y es actualmente objeto de una explotacion muy activa en la Sierra de Cartagena. Acompañan frecuentemente á ésta mezcla, el cuarzo, un poco de arcilla, los peróxidos de hierro y de manganeso, la calamina y los carbonatos de cal y de magnesia. El análisis de semejante mezcla, es complicadísimo; pero en el distrito minero de Cartagena, de reconocida ventaja, pues solo la multiplicacion de aquellos, puede dar una idea de la metalurgia en éste pais. En los diversos análisis que de esta clase de minerales tenemos oca-

sion de hacer en nuestro laboratorio, procedemos de la manera siguiente:

Se ataca un gramo de mineral reducido á polvo fino, en una cápsula de porcelana por el ácido nítrico. Se evapora hasta sequedad. Se hace despues hervir el residuo con ácido sulfúrico diluido, y se vuelve á evaporar hasta sequedad. Convertido así todo el plomo en sulfato insoluble, haciéndolo digerir luego con tartrato básico de amoniaco, se consigue la completa disolucion de dicho sulfato de plomo. Una filtracion, lo separa del residuo insoluble, conseguido lo cual, se precipita nuevamente añadiendo ácido sulfúrico, que por la formacion del sulfato de amoniaco, descompone el disolvente ó sea el tartrato de la misma base. Se recoge el precipitado en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y pesa. El aumento de peso del filtro, representa el sulfato de plomo, del cual se deduce la cantidad de plomo, toda la vez que 151 de sulfato, contienen 103 de plomo metálico.

Siendo el papel muy higrométrico, no es prudente pesar el precipitado con el filtro, tan luego como sale de la estufa, sino verificar la pesada despues de haberlo dejado dos ó tres horas en contacto del aire. Y con efecto; pesado el filtro en estas condiciones, se tendría un peso muy débil; operando de la manera indicada ántes, se tiene un resultado más exacto, que cuando se pesa el filtro antes de recibir el precipitado, préviamente seco á 100 grados en la estufa de Gay-Lussac. Es evidente que en este caso, absorbiendo constantemente el papel la humedad atmosférica, su pesada es mas incierta y difícil que operando como va dicho.

Conseguida la separacion del plomo, se trata el residuo por el ácido clorhídrico, en una cápsula de por-

celana, hasta su disolucion completa. Se conoce ésta, porque el residuo es blanco, conseguido lo cual, se filtra y lava bien con agua destilada. Se deseca el filtro y su contenido, y despues se incinera el filtro y calcina todo en crisol de platino al calor rojo de una lámpara de doble corriente. El aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas, representa la parte insoluble del mineral, generalmente compuesto de sílice, aunque en algunos casos contenga un poco de arcilla inatacada; pero si así sucede, no es indispensable proceder á su separacion, tratándose de un análisis puramente industrial.

En la disolucion filtrada, que contiene el arsénico, hierro, manganeso, zinc, alúmina, ácido fosfórico, cal y magnesia, se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado, que precipita el primero de dichos cuerpos, al estado de sulfuro. Recogido en un filtro, se disuelve nuevamente en ácido clorhídrico que contenga unas gotas de ácido nítrico. Cuando la disolucion es completa y el azufre separado tiene su color amarillo característico, se filtra y añade á la disolucion, cloruro de amonio, un exceso de amoniaco y un poco de sulfato de magnesia. El arseniato magnésico-amónico precipitado de esta manera, se recoge en un filtro tarado, se deseca á 100 grados y pesa. Del aumento de peso del filtro, debido á dicho compuesto, se deduce la cantidad de arsénico, puesto que 181 de aquel, contienen 75 de éste.

Se hierve ahora la disolucion primitiva con unas gotas de ácido nítrico que peroxida el hierro y despues se neutraliza el ácido libre por el amoniaco, añadido gota á gota, hasta que se presenta un ligerísimo precipitado de hierro. Si el precipitado es algo considerable, se reedisuelve con ácido clorhídrico y vuelve

á neutralizar de nuevo, pues es indispensable que dicho precipitado sea muy ligero. Se adiciona todo con un exceso de acetato de sosa y se hace hervir por algunos minutos. El hierro, alúmina y ácido fosfórico se precipitan, y recogidos en un filtro, se procede á su separacion y dosado, operando del modo siguiente:
iii Se disuelve el precipitado en ácido clorhídrico y añade un exceso de potasa cáustica. Se precipita así el hierro y ácido fosfórico y queda la alúmina en disolucion. Se filtra, acidifica el líquido filtrado con ácido clorhídrico y añade despues amoniaco. La alúmina que se precipita, se deseca á 100 grados, incinera el filtro, calcina en crisol de platino y se pesa. El aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, nos da á conocer su cantidad.

iv El precipitado de peróxido de hierro y ácido fosfórico se vuelve á disolver en ácido clorhídrico. Se adiciona con un poco de ácido tártrico y despues amoniaco, cloruro de amonio y sulfato de magnesia. Se precipita de este modo el fosfato magnésico-amónico que recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera éste, y calcina todo fuertemente á la temperatura roja. Se pesa el crisol frio, y deduciendo su peso y el de las cenizas del filtro, el resto se debe al pirofosfato de magnesia. Supongamos que este resto sea P; la cantidad de ácido fosfórico se deduce de él; pues siendo respectivamente 112 y 72 los equivalentes del pirofosfato de magnesia y del ácido fosfórico, si llamamos x la cantidad desconocida de dicho ácido, se tiene la proporcion

$$112 : 72 :: P : x; \text{ de donde } x = \frac{72 P}{112}.$$

v El hierro disuelto á espensas del ácido tártrico, se

precipita por medio del sulfuro de amonio. Cuando el liquido que sobrenada está completamente claro, se filtra, lava bien el precipitado de sulfuro de hierro y disuelve otra vez en ácido clorhídrico. Se precipita ahora con amoniaco el peróxido de hierro, que se recoge en un filtro, deseca á 100 grados, incinera éste, calcina todo y pesa. El aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, da á conocer la cantidad de peróxido de hierro, y por tanto, la del hierro, pues 80 de aquel, contienen 56 de éste.

Se pudiera tambien, despues de disuelto el sulfuro de hierro, reducirlo á sal ferrosa por medio del zinc metálico y deducir la cantidad de hierro por vía volumétrica, siguiendo el método de Margaritte, descrito en el artículo *Minerales de hierro*.

Contiene aun la disolucion primitiva, el manganeso, zinc, cal y magnesia. El primero se separa con facilidad, añadiendo á la misma unas gotas de bromo, más amoniaco y dejándolo todo reposar por espacio de veinte y cuatro horas. Se recoge despues el precipitado de peróxido de manganeso en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera, calcina fuertemente al calor rojo, y despues de frio se pesa. Del peso obtenido, se deducen los del crisol y de las cenizas, y el resto se debe al óxido manganeso-mangánico, que como en 114,50 partes, contiene 82,50 de manganeso metálico, da á conocer por una simple proporcion la que contiene el mineral.

Para separar el zinc, se añade un poco de sulfuro de amonio. Se espera á que el liquido esté completamente claro, condicion indispensable para que el sulfuro de zinc no pase por los poros del papel, y despues se filtra. Disuelto de nuevo el zinc en ácido clorhídrico, se añade carbonato de sosa, en cantidad

tal, que despues de precipitado todo el hidrocabonato de zinc, azul fuertemente el papel de tornasol. Se calienta un poco para que, si alguna pequeña cantidad de zinc queda disuelta á espensas de un exceso de ácido carbónico, se precipite por el desprendimiento de dicho gas, y despues, se lava várias veces por decantaciones, se filtra y continúa el lavado sobre el filtro hasta que las aguas no actúen sobre el papel de tornasol, y que una gota evaporada sobre una lámina de platino no deje residuo. Se deseca ahora el precipitado á 100 grados, se separa del filtro, incinera éste á parte, y cenizas y precipitado, se calcinan fuertemente al calor rojo de una lámpara de doble corriente. Despues de frio se pesa, y deducido el peso del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el del óxido de zinc, del cual se deduce el del zinc del mineral, puesto que á un equivalente de óxido ó sea 41, corresponde otro de zinc representado por 33.

La cal y la magnesia, continúan aun disueltas. Para separarlas, se añade un poco de oxalato de amoniaco que precipita la primera al estado de oxalato de cal, el cual, recogido en un filtro y despues de seco á 100 grados y de la incineracion del filtro, se transforma en carbonato de cal por la calcinacion al rojo, y teniendo la precaucion de añadir al fin de aquella un terron de carbonato de amoniaco. Se pesa despues el carbonato de cal, y toda la vez que 50 de éste, contienen 28 de cal cáustica, basta una simple proporcion para conocer la del mineral.

No quedando en disolucion ya más que la magnesia, basta añadir un poco de fosfato de sosa para precipitarla al estado de fosfato magnésico-amónico. Se recoge en un filtro, deseca á 100 grados, incinera y calcina fuertemente al calor rojo de una lámpara.

El fosfato magnésico-amónico, se descompone de este modo con desprendimiento de amoniaco y formación de pirofosfato de magnesia. Frio el crisol, se pesa, y deduciendo del peso hallado los del crisol y cenizas del filtro, el resto representa el pirofosfato, de donde se deduce la cantidad de magnesia, puesto que 112 de pirofosfato, contienen dos equivalentes, ó sean 40 de magnesia.

Resta solo para terminar el análisis, dosar la cantidad de ácido carbónico. Para efectuarlo, se coloca un gramo de mineral en un balon de vidrio, se añade un poco de agua destilada y recién hervida, y despues ácido clorhídrico. Se tapa rápidamente el balon con un corcho atravesado por un tubo de vidrio encorvado, que va á sumergirse en una disolución ^{amoniacal} ~~neutra~~ de cloruro de bario, y se calienta el balon por medio de una lámpara de espíritu de vino. Los carbonatos son descompuestos de ésta manera, y el ácido carbónico al desprenderse, como se vea obligado á pasar por la disolución de cloruro de bario, precipita una cierta cantidad de carbonato de barita. Cuando el mineral se ha disuelto, se separa la disolución de cloruro de bario antes de retirar el fuego, para evitar una absorcion, y se recoge en un filtro, cuyo peso se conozca, el carbonato de barita precipitado. Despues de seco á 100 grados, se pesa, y el aumento de peso del filtro representa la cantidad de carbonato de barita. De ella se deduce la de ácido carbónico; y con efecto; en 98 partes de aquel, existen 22 de éste.

2.º Caso. La galena mezclada á otras especies minerales, como las piritas de hierro y de cobre, la blenda, el sulfuro de antimonio, y conteniendo como gangas el cuarzo y el sulfato de barita, es el mineral

más comun de plomo, y de donde se extrae la mayor parte del metal que circula en el comercio. Contiene siempre una cantidad más ó menos considerable de plata; pero su cantidad es tan pequeña, que no influye en la marcha del análisis, al menos en el caso general, y se la determina siempre por vía seca.

Para el análisis de una galena, conteniendo todas las especies minerales y gangas que acabamos de enumerar, se ataca un gramo de mineral reducido á polvo fino, por el ácido nítrico concentrado, y se evapora hasta sequedad. Se trata el residuo por el tartrato básico de amoniaco, con objeto de disolver el sulfato de plomo formado y se filtra. Se precipita de nuevo en la disolucion éste sulfato, por medio del ácido sulfúrico diluido, se recoge en un filtro, cuyo peso se conozca, se deseca á 100 grados y pesa. El aumento de peso del filtro, da á conocer la cantidad de sulfato de plomo, de la cual se deduce el azufre que le está combinado, pues siendo 151 el equivalente del sulfato de plomo y 16 el del azufre, si P es el peso de sulfato, el azufre que le corresponde se determina por la proporcion

$$151 : 16 :: P : x; \text{ de donde } x = \frac{16P}{151}$$

Del mismo peso del sulfato de plomo se deduce la cantidad de plomo, pues 151 del mismo, contiene 103 de plomo metálico.

No todo el azufre acidificado se encuentra combinado con el plomo; una parte lo está con los otros óxidos metálicos, por cuya razon, se disuelve el residuo de que se ha separado aquel compuesto, en el ácido clorhídrico diluido, se añade ácido tártrico para evitar la precipitacion del antimonio, se filtra de nue-

vo y se precipita en el líquido el resto de ácido sulfúrico por medio del cloruro de bario. Se recoge el precipitado de sulfato de barita en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera el filtro á parte, y prévia una ligera calcinacion de todo en crisol de platino, se pesa. Deduciendo de este peso el del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el del sulfato de barita, y por consiguiente, tambien el del azufre, pues 116 de sulfato, contiene 16 de azufre. La cantidad de azufre obtenida de esta manera, se añade á la que determinó el estado de sulfato de plomo y se tiene de éste modo la total del mineral que se analiza.

Quando la cantidad de ácido tártrico añadida para asegurarse de la disolucion del antimonio es de alguna consideracion, puede que se precipite al mismo tiempo que el sulfato de barita, un poco de tartrato de la misma base, el cual, pesado despues, produce un error en más en la determinacion del azufre. Como quiera que por la calcinacion, el tartrato de barita se convierte en carbonato, basta tratar el precipitado despues de ésta operacion por el ácido clorhídrico que lo disuelve, filtrar, desecar de nuevo, calcinar y pesar, para desviar aquella causa de error y estar seguro de que lo que se pesa es sulfato de barita.

La parte insoluble obtenida por el tratamiento del ácido clorhídrico, se compone exclusivamente de la ganga del mineral, que en este caso, suponemos estar exclusivamente compuesto de cuarzo y de sulfato de barita. Para separar ambos compuestos, se les hace hervir con una disolucion concentrada de carbonato de sosa, el cual descompone el sulfato de barita, con formacion de sulfato de sosa y de carbonato de barita. Se filtra y en el filtro mismo se trata el carbonato de barita y cuarzo por el ácido clorhídrico di-

huido que disuelve el primero y deja insoluble el segundo. Lavado éste bien, se deseca á 100 grados, incinera el filtro, calcina todo y se pesa. El aumento de peso del crisol menos el de las cenizas del filtro, se debe al cuarzo del mineral. Respecto á la disolucion del cloruro de bario, separado por el tratamiento del ácido clorhídrico, basta añadir un poco de ácido sulfúrico para regenerar el sulfato de barita que se precipita. Se recoge en un filtro, deseca á 100 grados, incinera el filtro á parte á fin de evitar que parte del papel reduzca un poco de sulfato á sulfuro, se calcina todo despues ligeramente y se pesa. Restando de este peso, los del crisol y cenizas del filtro, se tiene el del sulfato de barita del mineral.

La disolucion clorhídrica primitiva, contiene los otros metales del mineral, cuales son, el antimonio, cobre, hierro y zinc. Para separarlos, se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado, que precipita los dos primeros metales y deja disuelto los segundos. Cuando el olor del hidrógeno sulfurado se siente fuertemente en el líquido, se suspende la corriente, se filtra y lava el precipitado con agua que tenga en disolucion gas sulfhídrico, para evitar la oxidacion del sulfuro de cobre.

La solubilidad del sulfuro de antimonio en el sulfuro de amonio, permite separarlo del sulfuro de cobre. A este efecto, se tratan ambos en el filtro mismo con el espresado sulfuro de amonio, se recoge la sulfosal soluble en un vaso de precipitados y lava bien el sulfuro de cobre con agua adicionada de un poco del mismo sulfuro de amonio. Se deseca despues á 100 grados, incinera el filtro á parte y cenizas y precipitado se calcinan mezclados con el doble de su peso de azufre en polvo, en un crisol de porcelana. El aumen-

to de peso del crisol menos las cenizas del filtro, es debido al subsulfuro de cobre, de donde se deduce la cantidad de cobre metálico, pues á 79,40 de subsulfuro, corresponden 63,40 de cobre metálico. Se podría también, en vez de transformar el sulfuro de cobre en subsulfuro y pesar, disolverlo en ácido nítrico, añadir un exceso de amoniaco, y determinar la cantidad de cobre disuelta, por medio del cianuro de potasio, siguiendo la marcha volumétrica debida á Parkes y descrito en el artículo *Minerales de cobre*.

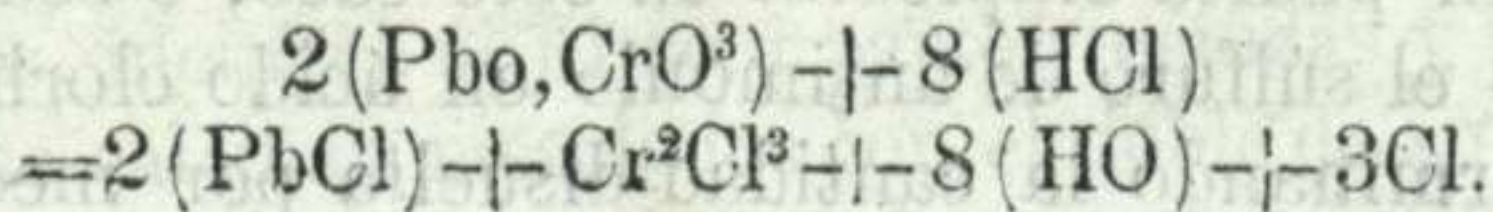
Para determinar el antimonio, se descompone la sulfosal soluble por medio del ácido clorhídrico diluido. Se recoge de nuevo el sulfuro de antimonio en un filtro y como se encuentra mezclado con una fuerte proporción de azufre libre, se hace digerir en el filtro mismo, tapando á este efecto la estremidad del embudo con uno de corcho, con sulfuro de carbono. Cuando se juzga que todo el azufre libre ó su mayor parte al menos, ha sido disuelto por el sulfuro de carbono, se destapa el embudo, se deja filtrar y lava bien. Despues se deseca á 100 grados, se separa del filtro, incinera éste á parte y cenizas y sulfuros se colocan en un crisol de porcelana no muy pequeño, donde se humedece con unas gotas de ácido nítrico diluido. Se ataca en seguida con el ácido nítrico humeante, se evapora hasta sequedad en baño de arena, y calcina en seguida al calor rojo. Se pesa despues de frio el antimoniato de óxido de antimonio formado, del cual se deduce la cantidad de antimonio metálico, pues se sabe, que 398 de aquel, contienen 366 de éste. El método volumétrico de Kessler, también podría emplearse en éste caso, ó sea disolviendo el sulfuro de antimonio en ácido clorhídrico y determinando la cantidad disuelta por medio de una disolucion normal de permanganato de potasa.

En la disolución que contiene todavía los metales hierro y zinc, no es posible conseguir la precipitación del primero por medio del amoníaco, atendida la presencia del ácido tártrico. Es pues indispensable añadir un exceso de amoníaco, y después sulfuro de amonio. Se precipitan ambos metales al estado de sulfuros, y después que el líquido que sobrenada está completamente claro, se filtra y lava bien el precipitado. Se disuelven de nuevo los sulfuros en el ácido clorhídrico, y se añade amoníaco, que precipita todo el hierro al estado de hidrato de peróxido, dejando el zinc en disolución. Se recoge el precipitado en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera el filtro y calcina todo en crisol de platino. El aumento de peso de éste, menos las cenizas del filtro, representa la cantidad de peróxido de hierro, y de ella se deduce la de hierro metálico, puesto que 80 de aquel, contienen 56 de éste.

El zinc se determina en la disolución amoniacal por el método volumétrico de Schaffner, ó sea con una disolución normal de sulfuro de sódio, descrito con todos sus detalles en el artículo *Minerales de zinc*.

Ensayo industrial. Vía volumétrica. Entre los diversos métodos propuestos para la determinación volumétrica del plomo, el que nos ha dado resultados verdaderamente satisfactorios, es el siguiente:

Si se hace hervir un peso conocido de cromato de plomo con el ácido clorhídrico, se producen cloruros de plomo y de cromo, con desprendimiento de cloro, cual lo demuestra la siguiente ecuación.



Si el cloro que se desprende se recibe en una disolución de ioduro de potasio, cada equivalente de cloro pone otro de iodo en libertad, que disolviéndose en el exceso de ioduro, le comunica un color oscuro característico. La cantidad de iodo puesta en libertad, es fácil medirla por medio de una disolución de hiposulfito de sosa, que produce ioduro de sodio y tetracionato de sosa, dejando el líquido incoloro; y como quiera que la cantidad de iodo medida es proporcional á la de cloro, y la de éste lo sea á su vez á la de plomo del cromato, es evidente, que sabiendo la cantidad de plomo á que corresponde un centímetro cúbico de disolución de hiposulfito de sosa, será fácil determinar con su ayuda la cantidad que corresponde al cromato de plomo sobre que se experimenta.

Se disuelven 30 gramos de hiposulfito de sosa cristalizado en un litro de agua destilada. Se disuelven igualmente cien gramos de ioduro de potasio en otro litro de agua destilada. Para graduar la primera disolución, se pesan 25 centigramos de sulfato de plomo puro, y se hacen digerir en una cápsula de porcelana con tartrato básico de amoníaco, hasta su disolución completa; conseguido lo cual, se añaden unas gotas de ácido acético y un exceso de cromato de potasa. Se precipita de este modo todo el plomo al estado de cromato, el cual se recoge en un filtro y lava con agua destilada, hasta que las aguas de lavado saliendo completamente incoloras, se evaporen sin dejar residuo. En este caso, se separa del filtro el cromato de plomo, sirviéndose para ello del frasco lavador, y se trasvasa á un pequeño balon de vidrio, donde se mezcla con unos 50 centímetros cúbicos de ácido clorhídrico. Se tapa el balon con un buen cor-

cho atravesado por un tubo de vidrio que va á sumergirse en un matrás de fondo plano, conteniendo 100 centímetros cúbicos próximamente de la disolución de ioduro de potasio antes preparada. Así las cosas, se calienta el balon por medio de una lámpara de alcohol, y cuando la temperatura es la suficiente, la reaccion entre el cromato de plomo y ácido clorhídrico, tiene lugar. El cloro se desprende, pasa por la disolución de ioduro, donde se sustituye el iodo, equivalente por equivalente, y éste á su vez, se disuelve en el exceso de ioduro. Cuando el desprendimiento de cloro va siendo más débil, se eleva la temperatura hasta que todas las burbujas de dicho gas sean espulsadas del aparato, por los vapores que se desprenden, en cuyo caso, se separa el matrás antes que se apague la lámpara, con el fin de evitar una absorcion.

Se vierte ahora por medio de una bureta de Morh, en el matrás que contiene la disolución de iodo, la de hiposulfito de sosa preparada. El color se va debilitando; bien pronto no presenta más que uno amarillo cada vez más claro, hasta que una sola gota añadida, la deja completamente incolora. Este es el término de la reaccion. Supongamos que en conseguir la completa decoloracion de la disolución de iodo en ioduro de potasio, se hayan invertido 22 centímetros cúbicos. Como quiera que la cantidad de iodo disuelta sea proporcional á la del cloro desprendida por la descomposicion del ácido crómico, y éste á su vez corresponda á la de plomo con que está combinado, que es la misma contenida en los 25 centígramos de sulfato de plomo pesados, es evidente, que bastará dividir ésta cantidad de plomo por los 22 centímetros cúbicos de hiposulfito de sosa gastados, para tener la que corresponde á un centímetro cúbico.

Siendo el equivalente del plomo 103, el del oxígeno 8 y el del azufre 16, el del sulfato de plomo es 151, y por consiguiente, la cantidad de plomo contenida en los 25 centigramos de sulfato sobre que se ha operado, está dada por la proporción

$$151 : 103 :: 25 : x; \text{ de donde } x = \frac{103 \times 25}{151} = 17,08.$$

Si dividimos ahora éste número por los 22 centímetros cúbicos de hiposulfito que suponemos consumidos, el cociente 0,776, es la cantidad de plomo á que cada centímetro cúbico del repetido hiposulfito de sosa corresponde.

Fácil es ahora conocer con rapidez la cantidad de plomo que contiene un mineral dado. A este efecto, se pesa medio gramo del mismo, reducido á polvo fino, se ataca en una cápsula de porcelana por ácido nítrico, se evapora hasta sequedad en baño de arena, y conseguido lo cual, se añade un poco de ácido sulfúrico diluido, se agita bien y vuelve á evaporar hasta sequedad. Todo el plomo se convierte de este modo en sulfato, el cual, se disuelve fácilmente en tartrato básico de amoniaco, haciéndolo digerir todo en la misma cápsula con dicho compuesto. Cuando se juzga que la disolución es completa, se filtra y lava bien el residuo, con agua que contenga en disolución el espresado tartrato de amoniaco.

Reunido todo el plomo en disolución al estado de sulfato y separado así de los demás cuerpos que le acompañaban, se precipita al estado de cromato, valiéndose para ello como anteriormente, de unas gotas de ácido acético y un exceso de cromato de potasa. Es indispensable añadir siempre antes de la precipitación, un poco de ácido acético, pues la inso-

lubilidad del cromato de plomo en éste ácido, facilita mucho la precipitación.

El cromato de plomo, recogido en un filtro, se lava bien y después se separa del mismo y coloca con ácido clorhídrico, en el balon de que ántes se ha hecho mérito. Se tapa el balon con uno de corcho atravesado por un tubo de vidrio encorbado, que se sumerge en un matrás de fondo plano, conteniendo 100 centímetros cúbicos proxímanamente de ioduro de potasio. Se calienta el balon; el cloro que se desprende pasa á la disolución de ioduro de donde pone en libertad una cantidad equivalente de iodo, que se disuelve en el excedente de aquel. Así que todo el cloro se ha desprendido y que los vapores resultantes de la ebullición han arrastrado hasta las últimas burbujas que llenaban el aparato, se separa el matrás y se procede á la valuación del plomo. A este efecto, se vierte con la bureta en el mismo, hiposulfito de sosa, hasta decoloración completa y si se han consumido por ejemplo, 35 centímetros cúbicos, como se ha determinado antes que á cada centímetro cúbico corresponden 0,776 de plomo, el producto de éstos dos números ó sea 24,83, es la cantidad de plomo que estaba al estado de cromato. El doble de ésta cantidad, 49,66, es el tanto por ciento del mineral que se ensaya, puesto que hemos operado sobre medio gramo.

Todos los minerales de plomo pueden convertirse en sulfato de plomo soluble en el tartrato básico de amoniaco, siguiendo la marcha que acabamos de tratar, por consiguiente, el método descrito es general y aplicable á todos los casos.

Ensayo industrial por vía seca. La vía seca es el procedimiento que se emplea siempre para las transacciones mercantiles de los minerales de plomo. La

razon de ésta preferencia, debe buscarse no solo en que el crisol se obtiene un rendimiento en plomo próximamente igual al que despues se encuentra en la metalurgia, sino tambien porque debiéndose determinar la plata que los minerales contienen y efectuándose ésta determinacion por la copelacion del plomo reducido, es preciso siempre, aun cuando por via húmeda se determina el tanto por ciento de plomo, obtener por via seca una cierta cantidad de éste metal para copelarla despues.

Nada más difícil, no obstante la creencia general, que contar con exactitud en los ensayos por via seca de los minerales de plomo. La propiedad que dicho metal posee de alearse con el antimonio y el cobre, por una parte; de pasar á la escoria formando una de las bases del silicato múltiplo que la constituye, la volatilidad muy grande del plomo etc., etc., son una serie de causas de error, que hacen que difícilmente se pueda contar con la exactitud necesaria á satisfacer las necesidades del comerciante y del industrial. La práctica en esta clase de ensayos, el conocimiento preliminar del mineral sobre que se opera, un buen hornillo de fundicion en que se pueda dominar y ser dueño siempre de la temperatura, y finalmente la rapidez en la reduccion y fusion completa del mineral, son las precauciones que deben tenerse en cuenta para separar la multitud de causas de error que llevamos anunciadas.

Para reducir las combinaciones oxidadas del plomo, empleamos siempre en nuestro laboratorio una sal orgánica, el tartrato ácido de potasa, ó sea el crémor. Como el tártaro bruto tiene una potencia reductora superior á la del crémor de tártaro, á aquel debe siempre darse la preferencia. No creemos convenien-

te aconsejar el carbon reducido á polvo, por la dificultad de hacer una mezcla tan íntima con los carbonatos alcalinos, cual resultan de la combustion de aquella sal orgánica. Como quiera que las gangas silíceas eliminen fácilmente por medio de los carbonatos alcalinos, el flujo fundente y reductor, debe contener el carbonato de sosa, que unido al de potasa, residuo del tártaro despues de haber egercido su poder reductor, forman un doble carbonato alcalino, más fusible que cualquiera de los dos usados con separacion.

La escorificacion de los metales estraños, no se hace completa con los carbonatos alcalinos, por cuya razon, la presencia del bórax, que da lugar á la formacion de boro-silicatos múltiples, es de todo punto indispensable. Además, si se trata de sulfuros de plomo, no basta la accion reductora del carbon, ni la descomponete de los carbonatos alcalinos para la reduccion completa del plomo al estado metálico; es preciso añadir un agente desulfurante enérgico, y éste es el hierro.

Hemos dicho que todos los minerales de plomo contienen por lo general, una cantidad más ó menos grande de plata. Si al efectuar el ensayo de los minerales, pasan á la escoria sulfuros, una parte de la plata acompaña siempre á éstos, y es evidente, que en éste caso, lejos de obtenerse por la copelacion toda la plata, se obtendrá una, tanto menor, cuanto mayor sea la cantidad de sulfuros metálicos contenidos en la escoria. La presencia de sulfuros en la escoria, ocasiona por tanto, una pérdida en plata. Tambien se pierde plomo; pues es dificilísimo que el sulfuro de plomo se descomponga por completo, generalmente por falta de contacto bastante con el hierro metálico, y en éste caso, el sulfuro no descom-

puesto, formando una especie de mata con otros metálicos, pasa á la escoria. Para obviar estos inconvenientes, debe mezclarse al flujo una cierta cantidad de un agente oxidante que determine la transformacion de los sulfuros á sulfatos, que descompuesto, despues en óxidos, oxígeno y ácido sulfuroso por la accion combinada del calor y de los ácidos fijos, se desprendan los gases, y los óxidos entren en combinacion con los ácidos silícico y bórico. El nitro es el agente oxidante empleado; pero su cantidad está limitada, puesto que, si hay un exceso, actuaria despues sobre el plomo reducido, y haria pasar una fraccion de óxido de plomo á la escoria, con pérdida notable del metal que se busca.

Si se ha de evitar en lo posible la pérdida por volatilizacion, es preciso que la fusion se haga en el menor tiempo posible, y adquiera entonces el grado de fluidez necesario, para poder dar por terminada la operacion, sin temor de encontrar despues granallas metálicas diseminadas. Se hace preciso por tanto, añadir al flujo una sustancia capaz de comunicar ésta fluidez en poco tiempo, y á éste efecto, se emplea el cloruro de sódio ó sal comun, que reúne además la ventaja de que ocupe en la masa fundida, cuando la fusion es tranquila, la parte superior del crisol, evitando de este modo la volatilizacion del plomo fundido, que ocupa la parte inferior.

Difícil es dar una fórmula para la proporcion del fundente, que conteniendo todos los compuestos indicados sea aplicable á cuantas cosas deban presentarse. La práctica solo, teniendo en cuenta la clase de minerales sobre que se opera, puede indicar á punto cierto las cantidades que deben emplearse de cada compuesto. Nosotros, sin embargo, usamos un flujo

que rara vez tenemos necesidad de variar, conteniendo en un kilogramo, las cantidades siguientes:

Tártaro bruto.	350	gramos.
Carbonato de sosa.	350	id.
Bórax.	100	id.
Nitro.	100	id.
Sal comun.	100	id.
TOTAL.	1.000	gramos.

El carbonato de sosa del comercio, contiene una cantidad más ó menos grande de agua de combinacion; el bórax se encuentra en el mismo caso. Por ello, debe fundirse preliminarmente antes de su incorporacion en el flujo. Otro tanto debe hacerse con la sal comun que siempre contiene agua interpuesta entre los cristales, aun cuando el cloruro de sódio sea anhidro y que es una de las causas de la decrepitation de éste compuesto por la accion del calor.

Para preparar el flujo, se pulverizan á parte en un mortero, el carbonato de sosa, bórax y sal comun. El nitro, no es preciso que esté en polvo; basta que forme una arenilla no muy gruesa. Se incorporan ahora todos éstos cuerpos despues de pesados en polvo, por medio del mortero mismo, añadiendo cada vez con una cuchara de hierro, las cantidades proporcionales de cada uno de ellos. Hecha la mezcla bastante intima, está dispuesto para el uso, á cuyo efecto, se le conserva en un frasco de vidrio bien tapado.

Antiguamente se usaba mucho en el ensayo de los minerales de plomo el flujo negro. Consistia éste en una mezcla íntima de carbonato de potasa y carbon

muy dividido, el cual se preparaba mezclando íntimamente dos partes de tártaro bruto y una de nitro y haciéndole arder con un carbon encendido. Terminada la combustion, se pulverizaba y guardaba en un frasco herméticamente cerrado, pues siendo muy delicuescente el carbonato de potasa, absorvia rápidamente la humedad de la atmósfera. Para hacer el ensayo, se mezclaba solamente el mineral con dos ó tres partes de éste flujo, caso de tratarse de minerales oxidados, y se añadía además hierro metálico si los minerales eran sulfuros. El uso del flujo negro debe proscribirse por completo; en primer lugar, porque siendo su composicion poco homogénea, difícilmente se obtiene la reduccion total del plomo; en segundo, porque el carbonato de potasa sólo, no basta para la escorificacion completa y rápida de los minerales, resultando de esto, tener necesidad de sostener la fusion mucho tiempo, origen de una gran pérdida por volatilizacion, y en tercero, porque pasando sulfuros á la escoria, se tiene una nueva fuente de pérdidas en plomo, y lo que es más sensible, de pérdidas en plata. Razones son estas que han hecho abolirle por completo, de los laboratorios y fábricas donde se trabaja con conciencia.

Hase propuesto tambien emplear como flujo fundente y reductor, una mezcla de carbonato de sosa y carbon de madera en polvo; pero éste flujo presenta los mismos inconvenientes que el anterior. Mucho tiempo para obtener la fluidez necesaria, pérdidas de plomo por ésta causa, y pérdidas tambien por la presencia de los sulfuros en la escoria. El tártaro, como hemos dicho, tiene un poder reductor considerable, y la mezcla de los dos carbonatos alcalinos, es mucho más fusible que cada uno de ellos con separacion.

La marcha del ensayo varia ahora, segun que se trate de minerales oxidados ó sulfurados. Los trataremos con separacion.

1.º *Minerales oxidados.* Cuando hay que operar sobre minerales oxidados, como quiera que no haya necesidad despues de oxidar sulfuros, puede suprimirse en el flujo, cuya fórmula acabamos de indicar, el nitro. No aconsejamos que se le suprima en el caso bastante general, de que los minerales contengan antimonio, pues la accion oxidante del nitro, ejerciéndose con preferencia sobre éste metal, hace pasar en la escoria su casi totalidad, permitiendo de este modo obtener un boton de plomo casi puro.

Para efectuar el ensayo, se comienza por poner en el horno de tiro un crisol de barro refractario de buena calidad, rodeado todo él de cok encendido. Se mezcla por otra parte cinco gramos del mineral que ha de ensayarse, con una cantidad del fundente ya citado, variable con la riqueza del mineral, pero que oscila entre dos y cuatro partes, y la mezcla, bien íntima, se lia en un cartuchito de papel. Así que el crisol tiene la temperatura del rojo, se pone en él con unas tenazas el cartucho de papel con la mezcla, y se cierra el horno durante algunos minutos. Se abre un poco la tapadera del horno despues para observar la marcha del ensayo. Cuando la temperatura de la mezcla se ha elevado lo bastante, se nota que empieza á fundir, se desprenden gases, lo que ocasiona una ebullicion que proyectaria las sustancias fuera del crisol, si éste no tiene la capacidad necesaria. Si acaso el desprendimiento de gases es muy considerable y se temiese una proyeccion, puede evitarse ésta con facilidad removiendo la masa fundida con un espeton de hierro. Pasada la ebullicion, la

fusion va siendo tranquila, y cuando lo es por completo, se deja cinco minutos cerrado el horno para que todo el plomo se reúna en la parte inferior, pasados los cuales, se abre de nuevo, se extrae el crisol con unas largas tenazas, se golpea con él sobre el borde del horno para que las granallas caigan al fondo, y se vuelca su contenido en una lingotera de hierro de forma cónica. A los pocos minutos está solidificado, en cuyo caso, se le vuelca sobre un yunque, y con un martillo se separa el botón de la escoria, se aplasta y lava después con cuidado, primero con ácido clorhídrico diluido y después con agua. Una vez seco, se pesa, y del peso que acuse, se deduce la cantidad ó tanto por ciento del mineral ensayado, pues habiéndose operado sobre cinco gramos, si 3,75 es el peso obtenido, se tiene la proporción

$$5 : 3,75 :: 100 : x; \text{ de donde } x = \frac{3,75}{5} = 75.$$

No es posible estar seguro del resultado que se obtenga en un ensayo de plomo por vía seca, sino se comprueba. Por ello deben repetirse todos los que se hagan y no dar como cierto más que aquellos en que dos ensayos consecutivos den un resultado que no difieran en más de uno por ciento. En este caso, se toma como resultado final el más elevado y no el término medio, pues las pérdidas siempre son de consideración.

Algunos químicos y ensayadores aconsejan, que terminado el ensayo, se deje enfriar, rompa el crisol después de frío y se recoja el botón de plomo que se encuentre en el fondo. No creemos conveniente aconsejar ésta manera de operar; primero, porque siendo el enfriamiento lento, las pérdidas por volati.

lizacion son mayores, y en segundo, porque los vapores mismos pueden elevar algunos glóbulos metálicos, que retenidos en la escoria, originan una nueva pérdida. Volcando el contenido del crisol cuando la fusión es tranquila, el enfriamiento es casi instantáneo, las dos pérdidas enunciadas se convierten en un mínimo, y usando un buen crisol bien alizado interiormente, no hay que temer que queden granallas adheridas á sus paredes, puesto que rugosidades no existen.

En un ensayo bien hecho, la escoria es oscura; presenta el aspecto de un vidrio negro, y golpeandola sobre un yunque, se quiebra en mil pedazos. No debe contener granallas de plomo, y caso de encontrar alguna, debe repetirse el ensayo, prolongando algo más tiempo la acción del calor. El botón de plomo debe separarse con facilidad y soltar la escoria cuando se le golpea sobre un yunque. Es maleable, color gris brillante recién fundido; pero empañándose pronto al aire. La presencia del antimonio, lo hace quebradizo, y la del cobre, en cantidad suficiente, le comunica un color característico, que recuerda el de este último metal. Cuando los caracteres del botón metálico indican la presencia de estos cuerpos, se está seguro de obtener un rendimiento mayor que el que debiera; pero es muy difícil purificarlo, sin experimentar pérdidas considerables en el plomo.

2.º *Minerales sulfurados.* Se mezclan cinco gramos de mineral reducido á polvo fino, con diez ó veinte de fundente, según su riqueza, y se le adiciona con dos ó tres pequeñas puntas de Paris, con la precaución de quitarles las cabezas que podrían después retener alguna granalla metálica. Se envuelve todo en un cartuchito de papel, y se pone en el crisol

calentado previamente como en el caso anterior, hasta el rojo. Se continúa el ensayo con iguales precauciones y cuando la fusión es completamente tranquila, se saca el crisol, vuelca en la lingotera y se recoge el botón metálico, aparta, lava y pesa como antes. Una proporción idéntica, da á conocer el tanto por ciento del mineral que se ensaya.

Como acabamos de ver, el ensayo de los minerales sulfurados, no difiere del de los oxidados, sino en la adición del hierro como desulfurante y la presencia del nitrógeno en el flujo fundente y reductor. Para facilitar el contacto del hierro, se emplea con frecuencia, en vez de un crisol de barro refractario, uno de hierro, y se suprimen las puntas de París. El crisol de hierro, da con efecto, un rendimiento superior en plomo, cuando está nuevo y bien limpio; pero el uso hace pasar una parte de sus paredes al estado de sulfuros, que después se convierten en óxidos en la escoria, resultado de ello, que pronto se llena de rugosidades que retienen granallas metálicas, cuando se vuelca en la lingotera. Por tanto, de emplear crisoles de hierro, no debe olvidarse la precaución de igualar su parte interior lo mejor posible, siempre que haya necesidad de emplearlo.

Antes de concluir, debemos de hacernos cargo de las dificultades que presentan el ensayo por vía seca, de ciertos minerales de plomo. Los que contienen antimonio, como la reducción de éste metal se efectúa tan fácilmente como la del plomo, se alean ambos metales y obtienen un botón sumamente agrio. Si la proporción del antimonio es muy considerable, su peso no debe tomarse para calcular el rendimiento del mineral. En este caso, es más seguro y exacto determinar el plomo por vía húmeda, siguiendo el pro-

cedimiento volumétrico descrito precedentemente, pues adicionar el flujo con una fuerte cantidad de nitro, si bien hace pasar la mayor parte del antimonio á la escoria, otra fraccion de plomo nada despreciable, pasa tambien á la misma. El boton de plomo obtenido en este caso, aunque sensiblemente puro, es muy pequeño para que se pueda calcular por su peso, el rendimiento del mineral; pero sirve para por su copelacion, deducir la cantidad de plata.

Ciertos minerales de plomo, contienen cobre, y éste pasa totalmente al boton metálico. No hay medio para evitar esto, pues el plomo se oxida á la par que el cobre, por la adicion de una gran cantidad de nitrato de potasa. Lo único que se puede hacer, es conducir el ensayo con la temperatura más baja posible, á fin de evitar la reduccion del óxido de cobre, y que su mayor parte pase á la escoria.

Una vez obtenido el boton de plomo, se procede á su copelacion. Del boton de plata que resulta, se deduce la cantidad correspondiente al mineral ensayado; pero tratándose de la copelacion con los detalles necesarios en el artículo *Minerales de plata*, á él referimos á nuestros lectores.

XII.

Minerales de Cobre.

Siendo el cobre metal de bastante valor, se aprovechan todas sus especies minerales, y como éstas varían esencialmente en su composicion, es indispensable tambien, variar el método de análisis en cada una de ellas. Por esta razon, los dividiremos en tres grandes grupos; minerales oxidados, que comprende

el óxido negro, los carbonatos, sulfatos y silicatos de cobre, minerales sulfurados, que contiene el subsulfuro y las piritas de cobre, y finalmente, los cobres grises, mezcla de sulfuros, antimonuros y arseniuros de cobre.

● *Primer grupo. Minerales oxidados.* En el caso más complicado, éstos minerales pueden contener los cuerpos siguientes: cobre, plomo, zinc, hierro, alúmina, cal, magnesia, pequeñas cantidades de plata, sílice, ácido carbónico y agua higroscópica y combinada. El procedimiento de análisis que seguimos en nuestro laboratorio, es el que se espresa á continuación.

Se disuelve en agua régia un gramo de mineral reducido á polvo fino, se evapora hasta sequedad, disuelve nuevamente en ácido clorhídrico y por filtración se separa el residuo insoluble, compuesto de la sílice. Desecado el filtro con su contenido á 100 grados, se incinera, calcina en crisol de platino, y se pesa. Deduciendo el peso del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el de la sílice del mineral.

En la disolución filtrada y diluida convenientemente, se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado, que precipita los metales cobre y plomo al estado de sulfuros. Se deja actuar el gas por algunas horas á fin de que la precipitación del plomo sea completa, y después, se filtra, cuidando lavar el precipitado con agua que tenga en disolución un poco de hidrógeno sulfurado, para impedir la oxidación parcial del sulfuro de cobre, por el contacto del oxígeno del aire. Ambos sulfuros, todavía húmedos, se disuelven en el ácido nítrico diluido, se hace hervir hasta que todo el azufre separado tome su color amarillo característico, y conseguido lo cual, se le separa por filtra-

cion y añade á la disolucion filtrada, ácido sulfúrico diluido. El plomo se precipita al estado de sulfato, que recogido en un filtro de peso conocido, se deseca á 100 grados y se pesa. El aumento de peso da la cantidad de sulfato, y de éste se deduce la de plomo, toda la vez que en 151 de sulfato, hay 103 de plomo. El cobre que queda disuelto, se precipita nuevamente por el hidrógeno sulfurado, se recoge el precipitado de sulfuro que se lava bien con agua que tenga en disolucion un poco de dicho gas y se deseca á 100 grados. Ya seco, se separa del filtro, se incinera éste, se reúnen sus cenizas al precipitado, y todo se mezcla con su peso de azufre en polvo, y se calcina fuertemente en un crisol de porcelana, al calor de la lámpara de doble corriente. De este modo se transforma en subsulfuro de cobre (Cu^2S) á cuyo estado se pesa. Deduciendo el peso del crisol y el de las cenizas del filtro, obtenemos el de dicho compuesto y por tanto el del cobre, puesto que á 79,40 de subsulfuro, corresponden 63,40 de cobre metálico. Es de notar, que el azufre que se emplee, ha de ser puro; pues de lo contrario, sus impurezas aumentarían el peso y daría un error, que en ocasiones dadas, puede ser considerable. La manera mejor y más rápida de asegurarse de la pureza del azufre que debe emplearse, es volatilizar una parte de él en una pequeña cápsula de porcelana, pues caso de estar puro, no deja residuo de ninguna clase.

Separados el plomo y cobre de la disolucion primitiva, se hace ésta hervir con unas gotas de ácido nítrico que peroxida el hierro reducido por el hidrógeno sulfurado, y se vierte un exceso de potasa cáustica. Esta precipita todo el hierro y deja disueltos á los demás cuerpos. Se separan por filtracion, disuelve el preci-

pitado de óxido férrico en ácido clorhídrico y se precipita nuevamente por el amoniaco. Se recoge en un filtro, se deseca á 100 grados, se separa despues de éste que se incinera, y todo reunido en un crisol de platino, se calcina y pesa. El peso obtenido, deducido el del crisol y cenizas, da el de peróxido de hierro, y por tanto el del hierro, toda la vez que á 80 de aquel corresponden 56 de éste.

A la disolucion que contiene los demás cuerpos, acidulada con ácido clorhídrico, se añade un exceso de amoniaco, que precipita la alúmina, la cual, recogida en un filtro, se deseca, incinera, calcina y pesa. Deducido el peso del crisol y el de las cenizas, se tiene el de la alúmina del mineral.

Quedan en disolucion, el zinc, cal y magnesia. Se precipita el primero por un sulfuro alcalino, y con el fin de que se reuna bien el precipitado y quede trasparente la disolucion, condicion indispensable para que el mismo no pase por los poros del filtro, se espera 24 horas, pasadas las cuales, se filtra. El sulfuro de zinc, todavia húmedo, se disuelve en ácido clorhídrico y se precipita dicho metal al estado de hidro-carbonato, por medio del carbonato de sosa, el cual, recogido en un filtro, y bien lavado, se deseca, incinera el filtro á parte, y todo se calcina fuertemente en un crisol de platino, á la lámpara de doble corriente. El aumento de peso del crisol, deducido el de las cenizas del filtro, da la cantidad de óxido de zinc, del cual se deduce la de zinc metálico, pues 41 de aquel, contienen 33 de éste.

La cal y magnesia, se separan añadiendo oxalato de amoniaco, que precipita solo la primera al estado de oxalato de cal. Recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera el filtro á parte, se reumen las

cenizas al precipitado y se calcinan al rojo oscuro, cuidando añadir durante la calcinacion un pequeño terron de carbonato de amoniaco. Se transforma de este modo el oxalato de cal en carbonato de la misma base, á cuyo estado se pesa. De su peso, se deduce la de cal, pues 50 de aquel, contiene 28 de ésta. La magnesia se precipita despues con el fosfato de sosa al estado de fosfato magnésico-amónico, que recogido en un filtro y bien lavado, se deseca, incinera, calcina y pesa. De su peso se deduce el de la magnesia, pues transformado por la calcinacion en pirofosfato de magnesia, su equivalente es 112 y contiene dos equivalentes de base, ó sean 40 de magnesia.

Finalmente, el ácido carbónico y agua, ya sea higroscópica ó combinada, se determina por pérdida á la calcinacion. A este efecto, se calcina fuertemente un gramo de mineral en un crisol, tarado, y su pérdida de peso despues de ésta operacion, da la cantidad de aquellos compuestos.

Con respecto á la pequeña cantidad de plata, que á veces suele acompañar á éstos minerales, se la determina por via seca, siguiendo la marcha que indicaremos más adelante.

En vez de determinar las cantidades de cobre, hierro y zinc que contiene el mineral, por la precipitacion y pesada de sus combinaciones sulfuro y óxidos respectivamente, puede acelerarse su determinacion, empleando métodos volumétricos despues de separados de los demás cuerpos. Para el cobre puede emplearse el método de Henry Parkes, que describiremos despues; para el hierro, el de Margaritte, y para el zinc, el de Schaffner; éstos últimos ya descritos en los artículos *Minerales de hierro* y *Minerales de zinc*. La economía de tiempo, es considerable en

éste caso, y dichos métodos bien ejecutados, dan una aproximación bastante grande en ensayos industriales.

Segundo Grupo. Minerales sulfurados. Los cuerpos de que se componen generalmente éstos minerales, son el cuarzo, cobre, hierro y azufre; pero á veces suelen acompañarlos el zinc y plomo, procedentes de la mezcla de blenda y galena con las piritas. Para el análisis, se ataca el mineral por el agua régia, se diluye despues de disuelto y se filtra. El residuo insoluble está compuesto del cuarzo y de una parte de plomo, convertido en sulfato por el ataque con el agua régia. Se trata dicho residuo por el tartrato básico de amoniaco que disuelve todo el sulfato de plomo, se filtra nuevamente y se tiene el cuarzo, que se deseca, calcina y pesa. El sulfato de plomo disuelto en el tartrato de amoniaco, se precipita por el ácido sulfúrico, que descompone el disolvente, apoderándose de su amoniaco. Se le recoge en un filtro, tarado, se deseca à 100 grados y pesa.

Los metales disueltos, se separan y determinan siguiendo la misma marcha que en los minerales del primer grupo; pero cuidando de que, hecha la determinación del plomo, la cantidad que se obtenga, ha de reunirse con la que quedó en el residuo insoluble.

La determinación del azufre, se hace sobre medio gramo de mineral reducido á polvo fino. A este efecto, se le mezcla íntimamente con un gramo de clorato de potasa pulverizado, se le pone en un balon de vidrio, y se trata por ácido clorhídrico concentrado. El cloro que se desprende, actúa sobre el azufre y lo transforma en ácido sulfúrico. Cuando la reacción, muy violenta en un principio, va cesando, se calienta hasta disolución completa, conseguido lo cual, se

filtra. El residuo insoluble, contiene algun azufre en combinacion con el plomo, y para determinarlo, se trata como antes, con el tartrato básico de amoniac que disuelve dicho sulfato y se separa del cuarzo por filtracion. Se precipita de nuevo el sulfato de plomo, descomponiendo el disolvente con ácido sulfúrico diluido, el cual, se recoge en un filtro, tarado, que se deseca á 100 grados y pesa. El aumento de peso del filtro, corresponde al sulfato de plomo, del cual se deduce la cantidad de azufre, pues que siendo su equivalente 151, y 16 el del azufre, si P es el peso obtenido, se tiene la proporcion

$$151 : 16 :: P : x; \text{ de donde } x = \frac{16P}{151}$$

La casi totalidad del azufre del mineral, está en la disolucion primitiva al estado de ácido sulfúrico, el cual se precipita por el cloruro de bario al estado de sulfato de barita. Se filtra, lava bien el precipitado, se incinera el filtro á parte, despues de seco, y se calcina todo ligeramente en un crisol de platino. Despues de frio, se pesa, y el aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, da la cantidad de sulfato de barita, y por consiguiente, la de azufre; pues 116 de aquel, contienen 16 de éste.

Tercer grupo. Cobres grises. Estos minerales son muy còmplejos y de una composicion variadisima. Rammelberg (*Handbudh der mineral chemie*) los divide en tres grupos, caracterizados por la presencia del antimonio, la del arsénico ó de ambos cuerpos á la vez. El análisis más complicado, es evidentemente el del último grupo, y solo de él nos acuparemos, toda la vez que los dos primeros pueden considerarse como casos particulares del último. La composicion,

pues, más compleja que puede considerarse en los cobres grises, es aquella que contiene cobre, antimonio, arsénico, plata, plomo, hierro, zinc y azufre, como cuerpos constituyentes, y además la sílice, en la variedad de cuarzo, que casi siempre se encuentra en todos los minerales industriales.

Para el análisis de éstos minerales, se trata un gramo reducido á polvo fino, por el agua régia, y se hace hervir hasta que el residuo sea completamente blanco, indicio seguro de que la disolución es completa. Se añade un poco de ácido tártrico que impide la precipitación del antimonio, se diluye con agua destilada, se filtra y lava bien, y se tiene de este modo la totalidad de la plata al estado de cloruro, y del cuarzo, y parte del plomo al de sulfato, en el filtro, y la otra parte del plomo, con los demás cuerpos en la disolución.

El residuo insoluble, se pone en digestión separado del filtro y en una cápsula de porcelana, con amoníaco, el cual disuelve el cloruro de plata que se separa por filtración. Restan sobre el filtro el sulfato de plomo y el cuarzo, los cuales se separan y determinan siguiendo los procedimientos indicados en el grupo anterior. Respecto á la disolución amoniacal del cloruro de plata, basta neutralizar su amoníaco por el ácido nítrico para que se precipite de nuevo, y recogido sobre un filtro, tarado, se deseca y pesa. El aumento de peso del filtro, da la cantidad de cloruro de plata, y por tanto, la proporción de éste metal, puesto que se sabe, que á 143,50 de cloruro de plata, corresponden 108 de plata metálica. Esta determinación debe comprobarse siempre por vía seca, siguiendo la marcha que indicaremos más adelante.

En la disolución que contiene los metales, se hace

pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado. Se precipitan de este modo el antimonio, arsénico, cobre y plomo, que por filtración se separan del hierro y del zinc. Los sulfuros dichos, se ponen en digestión con sulfuro de amonio, que disuelve los de antimonio y arsénico, y deja insolubles los de plomo y de cobre, los cuales se separan y determinan siguiendo la marcha expuesta en el análisis de los minerales del segundo grupo. Los sulfuros disueltos en el sulfuro de amonio, se precipitan nuevamente descomponiendo el disolvente por ácido clorhídrico diluido, y se recogen después en un filtro. Se les pasa después á un balón de vidrio, y se tratan por agua régia que los disuelve, y previa adición de una suficiente cantidad de ácido tártrico para impedir la precipitación del antimonio, se diluye y filtra, separando de este modo la pequeña cantidad de azufre separada. Se añade ahora á la disolución cloruro de amonio y bastante amoníaco y en seguida sulfato de magnesia. De esta manera se precipita el arseniato magnésico-amónico, que se recoge en un filtro, cuyo peso se conozca, el cual se deseca á 100 grados y pesa. El aumento de peso, da la cantidad de éste compuesto, y por consiguiente la del arsénico, puesto que un equivalente del mismo ($2\text{MgO}, \text{NH}_4\text{O}, \text{AsO}_5$) ó sean 181, contiene 75 de arsénico metálico. Respecto al antimonio que queda disuelto, se le precipita nuevamente por el hidrógeno sulfurado, se recoge el sulfuro en un filtro, tarado, se deseca y pesa. El aumento de peso representa el del sulfuro de antimonio; pero como la composición de éste es muy variable y además tenga siempre algún azufre libre, de su peso no es posible deducir la cantidad de metal, la cual se obtiene del modo siguiente:

Se separa del filtro la parte que se pueda de dicho sulfuro, se pesa aquel de nuevo, y por diferencia se tiene el peso de éste, sobre que se opera. Se coloca en un balon de vidrio y se trata con agua régia hirviendo. De este modo se disuelve el antimonio y casi todo el azufre. Se calienta hasta que el azufre no disuelto tome un color amarillo, se añade ácido tártrico y se filtra, recogién dose así el azufre separado, que se deseca y pesa. La disolucion del antimonio y azufre, se trata por el cloruro de bario que precipita el último cuerpo al estado de sulfato de barita, el cual, recogido en un filtro, se deseca, incinera el filtro á parte, y todo se calcina y se pesa. De su peso, se deduce el del azufre, pues 116 de sulfato, contiene 16 de azufre, y sumando la cantidad hallada con la que se separó al hacer la disolucion, se tiene la total de azufre, que deducida del peso del sulfuro de antimonio sobre que se experimenta, da la cantidad de éste último metal. Como quiera que se ha operado sobre una parte del precipitado, se deducirá por una simple proporcion, la que corresponde á la totalidad de dicho precipitado y por consiguiente, al mineral que se analiza.

La presencia del ácido tártrico puede originar la precipitacion de un poco de tartrato de barita, cuando se precipita el ácido sulfúrico por el cloruro de bario, y en este caso, el peso hallado para el sulfato de barita, es muy fuerte. Se corrige esta causa de error tratando dicho sulfato de barita por el ácido clorhídrico, filtrando, desecando, calcinando y pesando nuevamente, pues dicho ácido disuelve el tartrato de barita y deja intacto el sulfato.

Como se acaba de ver, determinamos el antimonio por diferencia. Esta manera de operar, siempre está sujeta á errores, pues si hay pequeñas pérdidas de

azufre, recaen sobre el antimonio, asignándole un valor superior al que realmente tiene; pero se puede tambien determinar directamente el antimonio, ya al estado de antimoniato de óxido de antimonio, ó ya por vía volumétrica, cual se describe en el artículo, *Minerales de antimonio*.

Restan aun en disolución, en la primitiva, los metales hierro y zinc; pero como la presencia del ácido tártrico impide la precipitación del primero por el amoniaco, es indispensable precipitarlos ambos añadiendo amoniaco y sulfuro de amonio. Se espera que los precipitados de sulfuros se depositen por completo y la disolución quede trasparente, precaución ineludible para que el sulfuro de zinc no atraviese los poros del papel, se filtra entonces, lava bien el precipitado, y se disuelve de nuevo en ácido clorhídrico. Se peróxida el hierro, hirviendo la disolución con unas gotas de ácido nítrico, y se procede á la separación y valuación de dichos metales, siguiendo la misma marcha que en los grupos anteriores.

La determinación del azufre, se hace como ya indicamos al tratar del segundo grupo.

Ensayo industrial. Vía volumétrica. Varios son los métodos propuestos para la valuación del cobre por vía volumétrica; pero el adoptado generalmente porque da una aproximación de uno por ciento, y es de fácil ejecución, es el debido á Henry Parkes, el cual vamos á describir.

Si á una disolución amoniaca de óxido de cobre, que como sabemos, presenta un color azul intenso, se le va añadiendo otra de cianuro de potasio, es evidente que en virtud del poder reductor de ésta sal, el óxido de cobre, pasará á óxido cuproso; y como éste dé una disolución incolora, tan luego como todo el

óxido de cobre esté reducido, el color azul de la disolución, desaparecerá por completo. Si medimos la cantidad de cianuro de potasio, necesaria para privar por completo de su color azul, una disolución amoniacal de una cantidad de cobre metálico conocida, tendremos, dividiendo esta cantidad por aquella, la que corresponde á un centímetro cúbico de cianuro. Esta disolución así graduada, servirá por consiguiente, para determinar las cantidades de cobre disueltas en otros líquidos amoniacaes.

Para preparar la disolución normal, se pesan 60 gramos de cianuro de potasio, que se disuelven en un litro de agua destilada. Se pesan igualmente 25 centigramos de cobre puro, que se disuelven con ácido nítrico, puro también, en un matrás de fondo plano. Terminada la disolución, se diluye y añade un exceso de amoniaco, que le comunica un color azul intenso. Se coloca el matrás sobre una hoja de papel blanco, y con una bureta de Morh, se le va añadiendo cianuro de potasio, en cuyo caso, la reducción de la sal cúprica tiene lugar. El color azul de la disolución va debilitándose cada vez más, hasta que se reemplaza por uno de rosa muy claro, y finalmente, por la adición de otra gota de cianuro, desaparece por completo, quedando incolora la disolución ó ligeramente amarilla. La operación en este caso ha terminado, y leyendo en la bureta el número de centímetros cúbicos de cianuro gastado, solo queda dividir por el mismo los 25 centigramos de cobre empleados, para tener la cantidad de metal á que corresponde cada centímetro cúbico de disolución normal. Si por ejemplo, 27,70 son los centímetros cúbicos consumidos, dividiendo 25 por éste número, el cociente $\frac{25}{27,70} = 0,902$, da el número que se busca.

El ensayo de un mineral, se hace ahora del modo siguiente: Se pesa un gramo de mineral pulverizado finamente, cuando la riqueza del mismo no excede de un 30 por ciento, y medio gramo, cuando es superior á ésta cantidad y se disuelve en agua régia, en un balon de vidrio. Cuando es completa, lo que se conoce por el color blanco del residuo insoluble y porque el azufre separado, caso de tratarse de minerales sulfurados, presenta su color amarillo claro, se diluye con agua destilada y se filtra. Terminada la filtracion, se hace pasar por la disolucion una corriente de gas hidrogeno sulfurado, que precipita el cobre y plomo si le hay, y el arsénico y antimonio, caso de tratarse de cobres grises. Si efectivamente los hay, lo que es fácil reconocer por la mezcla de los sulfuros negros de los dos primeros metales, y los amarillos de los segundos, se filtra, lavando el precipitado con agua que contenga hidrógeno sulfurado, y se ponen en digestion los sulfuros con el sulfuro de amonio, que disuelve los de antimonio y arsénico. Se les separa por una nueva filtracion, y los de cobre y plomo se disuelven en ácido nítrico. Se filtra para separar el azufre hecho libre, recibiendo el líquido en un matrás de fondo plano, se añade una fuerte porcion de amoniaco, que lo colora todo en azul, y se vierte en la misma cianuro de potasio por medio de la bureta, hasta decoloracion completa. Si la cantidad de cianuro gastada es de 32 centímetros cúbicos y el peso del mineral tomado un gramo, el contenido de cobre en el mineral ó su riqueza, es de $902 \times 32 = 28,86$.

La presencia del plomo en la disolucion cúprico-amoniaca, carece de inconvenientes; pero no sucede lo mismo con la plata, por cuya razon, es indispensable tratar los minerales con el agua régia y no con

el ácido nítrico solamente. De este modo, la plata queda en el residuo insoluble al estado de cloruro, y se separa despues por filtracion.

Parkes, y despues de él cuantos se han ocupado de éste método, aconsejan, que despues de disuelto el mineral, se trate por un exceso de amoniaco y se filtre. Operando de ésta manera, se está espuesto á grandes causas de error. En primer lugar, la separacion del cobre y del hierro por el amoniaco, es completamente imposible. Siempre el precipitado de peróxido de hierro arrastra una cantidad de cobre, que no es despreciable, máxime tratándose de un metal de gran valor, y de aquí un error en menos, en su apreciacion exacta. Si el mineral contiene plata, aunque por el tratamiento con el agua régia se la convierta en cloruro, el amoniaco la disuelve, pasa á la disolucion y consume una cierta cantidad de cianuro de potasio, considerable siempre, aunque la de plata sea pequeña. Por último; la presencia del zinc y de las sales calcáreas, originan tambien precipitados con el cianuro de potasio, que por una parte, consume una cierta cantidad de reactivo, y por otra, dificulta mucho ver el término de la operacion. Por todas éstas razones, no se debe operar más que de la manera que llevamos indicada, separando el cobre al estado de sulfuro y disolviendo éste en ácido nítrico.

Pelouze, ha dado otro método volumétrico para la determinacion del cobre en disolucion amoniacal, decolorando éste por medio de una disolucion normal de sulfuro de sódio. Fleitman, aconseja otro fundado en la reduccion del percloruro de hierro por el cobre metálico, y determinando la cantidad de hierro reducida, con el permanganato de potosa; pero éstos méto-

dos, aunque exactos cuando se trabaja bien, presentan el inconveniente, el primero, de la dificultad de ver el término de la operación y la necesidad indispensable, de que á parte del cobre, no haya ningun otro metal precipitable por los sulfuros alcalinos; y el segundo, la longitud de las operaciones necesarias para obtener el cobre metálico de los minerales, pues teniéndolo ya al estado metálico, es más rápido tratarlo en un crisol de porcelana por el ácido nítrico, evaporar hasta sequedad, calcinar el residuo y pesar el óxido de cobre que resulta. Estas razones esplican el por qué la práctica prefiere el método de Parkes, sobre los demás publicados.

Aun cuando en el Continente, todos los minerales de cobre se compran teniendo en cuenta el rendimiento en metal, obtenido por el método de Parkes, no sucede lo mismo en Inglaterra. Los fabricantes ingleses, adoptan para sus compras un método de ensayo particular por vía seca, que describiremos más adelante; pero que sus resultados no concuerdan con los de la vía húmeda. De éstos ensayos hacen un misterio, que hasta cierto punto, permite dudar de la legalidad de sus operaciones, con tanto más motivo, cuanto que, puestos en práctica los ensayos por vía seca, tampoco se obtiene concordancia absoluta con sus resultados. Por esta razón, lo mejor es determinar el cobre por vía húmeda, y deducir una cierta cantidad del encontrado, para tener la que los fabricantes ingleses pagan.

La experiencia de multitud de partidas de minerales de cobre, que ensayadas en nuestro laboratorio, han sido vendidas en Inglaterra, nos ha hecho conocer, que para aproximarse en lo posible á la cantidad de cobre que pagarán en el Reino Unido, debe sus-

traerse de los resultados dados por la vía húmeda, las cantidades siguientes:

Hasta 10 por ciento.	0,75
De 10 á 20 por ciento.	1,75
De 20 á 30 por ciento.	2,50
De 30 á 40 por ciento.	3,25
De 40 á 50 por ciento.	4,00

De 50 por ciento en adelante, una unidad más del 4 por ciento, por cada decena de exceso; por consiguiente, en minerales de 70 por ciento, se deducirán 4-|-1-|-1-|-1=6 unidades.

Ensayos por vía seca. El único método de ensayo por vía seca, verdaderamente importante, es el seguido en Inglaterra, tan hábilmente descrito por el doctor Percy, en su excelente tratado de metalurgia. Por esta razón, no haremos más que traducir la descripción citada, seguro de que contiene cuantos detalles son indispensables. Dice así:

El carácter esencial del método de ensayo de Cornouailles, es la concentración del cobre en una mata. Cada ensayador tiene sus procedimientos y reglas particulares, sobre la naturaleza y cantidad de los flujos que deben emplearse; pero cualesquiera que sean las diferencias de detalles, este método comprende siempre cuatro operaciones, á saber:

- 1.º Fundición para mata.
- 2.º Tostación de la mata.
- 3.º Fundición para cobre negro.
- 4.º Afinación.

1.º *Fundición para mata.* El objeto de la tos-

tacion preliminar ó de la adicion del nitro fundido, se esplicarán más adelante. En ambos casos, se elimina una parte de azufre al estado de ácidos sulfurosos y sulfúrico, y se oxida una porcion del exceso de hierro; el óxido de hierro producido de esta manera, queda en la escoria al estado de silicato y boro-silicato de hierro, mientras que el cobre, hierro y azufre restantes, así como el antimonio, zinc, etc., en pequeñas cantidades, pasan á la mata.

2.º *Tostacion de la mata.* Si se considera la mata como un compuesto de subsulfuro de cobre y de sulfuro de hierro, la tostacion elimina todo el azufre al estado de ácido sulfuroso; el cobre se convierte en protoóxido de cobre, mientras que el hierro se transforma en sesquióxido y en óxido magnético. Algunas veces se producen grumos, provocados por la fusion de los sulfuros, ó porque la mata es muy fina para permitir una pronta fusibilidad del subsulfuro de cobre. Si la tostacion se opera á una temperatura muy baja, hay tendencia á la produccion de sulfato básico de cobre. Pero éste sulfato, no se descompone sino dificilmente, al grado elevado de temperatura que se puede emplear en la tostacion, sin atacar el crisol. Cuando la mata tostada encerrando sulfato básico de cobre, se reduce más adelante en cobre negro, se forma una cantidad sensible de subsulfuro de cobre. Si en la mata existe galena, (sulfuro de plomo) se convierte durante la tostacion en óxido y sulfato de plomo, y en la fundicion ulterior para obtener el cobre negro, se reduce con separacion de plomo metálico que se liga al cobre, y formacion de sulfuro de plomo. Si la mata encierra sulfuros de zinc, de estaño ó de antimonio, éstos, por la tostacion se convierten en óxidos. En la fundicion ulterior, una parte de éstos

óxidos y de otros óxidos metálicos que pudieran encontrarse en aquella, se reducen y ligan con el cobre. Si existe arsénico, una parte se escapa al estado de ácido arsenioso (AsO^3) y una parte queda al estado de arseniato básico que se convierte en arseniuro y pasa en parte en el cobre.

3.º *Fundicion para cobre negro.* La temperatura debe ser bastante elevada para reducir con ayuda de los flujos, el óxido de cobre en metal y el óxido de hierro en protoóxido de que se ampara el bórax para desecharlo á la escoria. Si se examina el boton de cobre negro, se hace constar que contiene pequeñas cantidades de hierro, azufre y tal vez de otros metales. La escoria retiene una pequeña cantidad de cobre, pero algunas veces está pura.

4.º *Afinacion.* Esta operacion se divide en dos periodos distintos. En el primero, se funde el metal y mantiene en este estado, hasta que llega á ser claro y brillante; el azufre se desprende al estado de ácido sulfuroso y el oxígeno del aire óxida los metales extraños que aparecen bajo la forma de espumas; pero siempre quedan en el cobre trazas de éstos metales. En el segundo periodo, por la adicion del flujo blanco de afinacion, una parte del cobre se óxida y disuelve como subóxido en el cobre metálico y se produce cobre afinado, ó mas generalmente, cobre seco. La escoria retiene sin embargo, un poco de óxido de cobre mezclado á los óxidos de los metales extraños; pero la mayor parte del cobre se recupera más adelante, fundiendo la escoria con agentes reductores. Cuando se funde el cobre con sal, ésta le ataca, formando un compuesto rojo, que no ha sido todavía examinando químicamente.

PROPORCIONES DE LOS FLUJOS, ETC.

Cantidad de mineral tomada para el ensayo.

	Gramos.	Pesos convencionales.
Minerales inferiores á 10 por 100	25,810	100
Id. superiores de á 10 por 100.	12,960	50
Id. de 30 en adelante. . . .	6,480	25

Fundicion para mata. Ordinariamente, los flujos no se pesan; se les mide groseramente con la cuchara; por otra parte, además de la pérdida de tiempo, la pesada es completamente inútil para un buen ensayador. Sin embargo, hasta que no se haya adquirido un poco de experiencia, es preferible pesar. En la fundicion para mata, las proporciones de los diferentes flujos, deben calcularse de manera, á producir una escoria fusible con la ganga y el óxido de hierro resultante de la oxidacion de las piritas, etc., necesarias para la formacion de una buena mata. Se pueden admitir las proporciones siguientes para la escorificacion.

Bórax..	de 9,700	á 12,960	gramos.
Vidrio.	de 9,700	á 12,960	id.
Cal	12,960		id.
Espato fluor.	12,960		id.

Estas proporciones constituyen una mezcla muy fusible, adoptada para muchos minerales; se les puede variar de manera á producir la escorificacion de tal ó cual mineral. Es preciso recordar, que el bórax es más fusible que el vidrio y que mezclados, determinan una escoria vítrea, obrando como fundente para la cal, el óxido de hierro, etc.; el espato fluor, aumenta la fluidez y hace que la escoria se rompa más fácilmente á frio; la cal posee igualmente ésta propiedad y obra á su vez como fusible de la sílice, cuarzo, etc. Ciertos ensayadores, no ponen vidrio. Es posible omitir uno de éstos cuatro ingredientes y producir sin embargo una escoria fundente. El bórax sólo, basta para muchos minerales; pero no hay mezcla como la propuesta, que llene mejor las condiciones exigidas. Se deben emplear de 40 á 50 gramos, cantidad suficiente para que la mata esté bien cubierta de escoria cuando se le retira del crisol.

Para la formacion de una buena mata al tipo de 50 por ciento de cobre próximamente, es preciso ante todo considerar, si el mineral es amarillo, (pirita de cobre) ó gris (cobre vítreo).

En el mineral amarillo, con ó sin pirita de hierro etc., hay más hierro y azufre que el necesario para formar la mata.

En el mineral gris, la adicion de hierro y azufre es indispensable para producir una buena mata; se les suple ventajosamente, añadiendo pirita de hierro, ó una mezcla de óxido de hierro y de azufre.

La tabla siguiente, indica las proporciones de hierro y de azufre que deben ser óxidados para retirar una buena mata, del mineral amarillo, conteniendo próximamente 50 por ciento de cobre.

	FÓRMULAS.	Cobre.	Hierro.	Azufre.	TOTAL.
Pirita cobriza ó mineral amarillo.	$\text{Cu}^2\text{S}- \text{Fe}^2\text{S}^3$	64,00	56,00	64	184
Mata.	$\text{Cu}^2\text{S}- \text{FeS}$	64	28	32	124
Debe ser oxidado.	FeS^2	»	28	- -32=	60

Supongamos una pirita de cobre pura, debiendo dar una mata al tipo de 50 por ciento de cobre; se ve por el cuadro anterior, que se tiene que oxidar una cantidad de hierro y de azufre igual á un equivalente de pirita de hierro. Este resultado puede obtenerse, ya por una tostacion completa, ya por una calcinacion parcial con adiccion de nitro en la fundicion que debe seguir, ó ya simplemente por una fundicion con nitro. Entre éstos tres medios, puede elegirse; y los ensayadores recurren á uno ú otro, segun la naturaleza de los minerales sobre que operan.

El primero y segundo método, exigen una práctica grande en la apreciacion del tiempo necesario para

la tostacion. El tercero es el más rápido. 100 gramos de pirita, exigen 75 gramos de nitro para dar una mata, conteniendo próximamente la proporcion exacta del cobre; se necesita tanto menos, cuanto menor es la proporcion de materias terrosas.

Diversas esperiencias comparativas, se indican á continuacion.

1.º 12,º955 de mineral amarillo (pirita de cobre) Cornouailles, teniendo 31,42 por ciento de cobre con una pequeña cantidad de cuarzo, han dado, fundidos con 9,º068 de nitro y 12,º955 de cada uno de los flujos, bórax, vidrio, espato fluor y cal, una mata pesando 7,º514, conteniendo segun el calculo, 54,10 por ciento de cobre. La mata, azul al exterior, muy tierna, ofrecia una fractura semi-metálica de un rojo oscuro. La escoria era de un gris negro, opaco, semi-vitreo, frágil y exenta de cobre.

2.º Otra muestra del mismo mineral, fundida con las mismas proporciones de nitro y de flujo que en el ensayo número 1.º, dió una mata de idéntico carácter, pesando 7,º773, conteniendo segun el cálculo, 52,36 por ciento de cobre. La escoria se parecia á la primera. La fusion habia durado 15 minutos.

100 partes del mineral empleado, conteniendo 31,42 por ciento de cobre, exigen 70 por ciento de nitro.

100 partes de pirita cobriza pura, conteniendo 34,81 por ciento de cobre, exigen 78,80 por ciento de nitro.

La mata contenia un poco más de 50 por ciento de cobre.

La pirita de hierro (FeS^2) está con frecuencia asociada ó en mezcla íntima con la pirita de cobre, y es necesario en este caso, oxidar una porcion ó la totalidad

de ella. 10 gramos de pirita de hierro, fundidos con los flujos indicados antes, exigieron 18 gramos de nitro próximamente, para ser oxidados y pasar á la escoria.

3.º 12,º995 de pirita de hierro de Cornouailles, teniendo 44,68 de hierro y próximamente 2,50 por ciento de sílice (cuarzo) fundidos con 12,º955 de cada uno de los flujos (del ensayo número 1.º) y 825,º910 de nitro, han dado una escoria, frecuentemente vítrea, opaca y sin mata. La esperiencia repetida, tuvo los mismos resultados.

4.º 12,º955 de la misma pirita, fundidos con las mismas proporciones de flujos empleados (ensayo número 1.º) y en las mismas condiciones, pero con 21,º699 de nitro, han dado una escoria semejante, y un boton de mata, pesando 0,º130; era fibrosa, cristalina, color gris de hierro pronunciado.

Se ve por estas esperiencias, que el nitro está más bien en exceso cuando excede dos veces el peso de la pirita de hierro y que 16,º5, no son suficientes para 10 gramos de la misma pirita.

Los resultados precedentes, guiarán al ensayador sobre las proporciones de nitro que debe incorporarse; pero al mismo tiempo, deberá tener mucho cuidado con el fuego. La misma cantidad de nitro añadida á un mineral, no dará próximamente el mismo peso de mata, en tanto que las condiciones de la fusion no sean las mismas. La rapidez ó la lentitud de ésta operacion, traen consigo grandes diferencias; en el primer caso, el nitro no tiene bastante tiempo para producir toda su accion, y en el segundo, es completa. Con precauciones convenientes, la mata del mismo mineral, no diferirá sino en algunos decigramos.

Tabla de las proporciones de hierro y azufre que debe añadirse para obtener una buena mata en los minerales de cobre vítreo.

	FÓRMULAS.	Cobre.	Hierro.	Azufre.	TOTAL.
Mineral de cobre gris ó vítreo. . .	Cu^2S	64	»	16	80
Debe añadirse. . .	FeS	»	28	16	44
Mata.	$\text{Cu}^2\text{S}- \text{-FeS}$	64	28	32	124

Fundiendo directamente el cobre vítreo con el flujo, se obtiene una mata muy fina y la escoria retiene cobre; así, para tener una mata conveniente con esta especie de mineral, es preciso añadirle hierro y azufre al estado de pirita de hierro; (el exceso de azufre de la pirita, desaparece por la fusión); se puede sustituir á la pirita, una mezcla de azufre y de óxido de hierro, ó de sulfuro de hierro. Para una mata al tipo de 50 por ciento de cobre, 10 gramos de subsulfuro de cobre, exigen próximamente 6 gramos de sulfuro de hierro (FeS), 8 de pirita de hierro, ó 5 de hematita y un exceso de azufre. Solo es preciso añadir azufre á los minerales, cuando su ganga es ferruginosa.

El mineral de cobre abigarrado, es generalmente bastante rico, para dar, por fusión directa con el flujo

y sin adición de nitro y de azufre, una buena mata al tipo de 50 á 60 por ciento de cobre.

En la mezcla del nitro con la pirita de hierro y azufre en los cobres grises, algunos ensayadores tienen la costumbre de emplear los fundentes en el orden siguiente:

- | | |
|-----|--|
| 1.º | 4, ^{gr} 665 de nitro. |
| 2.º | 4, ^{gr} 665 de nitro. 1,555 de tártrato. |
| 3.º | 4,665 de nitro. 2,110 á 3,888 de tártrato. |
| 4.º | 4,665 de nitro. 3,110 de tártrato y 1,555 de azufre. |
| 5.º | 4,665 de nitro. 3,110 de tártrato y 3,110 de azufre. |
| 6.º | 4,665 de nitro. 3,388 de tártrato y 2,888 de azufre. |

12, ^{gr} 995 de mineral, se funden de la manera ordinaria con 4 gramos de nitro. Si la mata es muy gruesa, es preciso ensayar con 6, 8 y hasta 15 gramos de nitro. Por otro lado, si hay un exceso con 4, ^{gr} 665, es preciso añadir una de las mezclas números 2, 3, 4, 5 y 6. Es muy raro que se recurra á estas adicciones en el orden dado, porque los ensayadores prácticos, en general, son capaces de determinar en el acto las proporciones exactas. Es evidente que en alguna de estas mezclas, las materias deben reaccionar las unas sobre las otras; de la misma manera, que no se puede obtener una verdadera mata de un mineral gris, si no contiene hierro. Regla general; no es preciso añadir azufre á los minerales piritosos.

Fundición para cobre negro. Los reactivos generalmente empleados en esta parte del procedimiento, son mezclas de tártrato y de nitro, en proporciones tales que el tártrato esté siempre en exceso por rela-

cion á la cantidad necesaria para formar carbonato de potasa con el nitro. Diversos ensayadores añaden igualmente una pequeña cantidad de bórax; otros le reemplazan por vidrio, otros los desprecian ambos, y otros en fin, añaden sal. En el laboratorio metalúrgico de Lóndres, se tiene la costumbre de emplear carbonato de sosa con tártaro ó carbon de madera, ó mejor aun todavía, con una mezcla de los dos. Las proporciones varían necesariamente con la cantidad de mineral tostado, pero pueden servir de guía las proporciones siguientes:

		Gramos.	
1.º	{	Carbonato de sosa..	3,240 á 9,720
		Tártaro.	3,240 á 9,720
		Bórax.	1,296 á 1,944
2.º	{	Tártaro..	3,240 á 12,960
		Nitro.	0,648 á 3,240
		Bórax	1,296 á 1,944

En la fundicion directa para cobre negro, como en los ensayos de carbonatos, de los óxidos, de los silicatos, etc., conviene, si el mineral no contiene cal, óxido de hierro, etc., añadir de 1,º296 á 3,º240 de una de estas sustancias, á fin de obtener una escoria exenta de cobre; sobre todo, euando hay sílice. Es preciso evitar el uso de un exceso de borax, porque tiene la tendencia de retener cobre en la escoria.

Fundicion de escorias de afinacion ó de la fundicion para cobre negro. Se les puede fundir con 3,º240 á

6,^{gr}480 de tártaro, ó menos tártaro con adición de 0,^{gr}325 á 0,^{gr}650 de carbon de madera; puede emplearse tambien la mezcla siguiente:

	Gramos.
Carbonato de sosa.	3,240
Tártaro.	3,240 á 6,480
Carbon de madera.	0,324 á 0,648

*Clasificación de los minerales y de los productos cobrizos
bajo el punto de vista de los ensayos.*

1.º Minerales, etc., teniendo más de 30 por ciento de cobre y que pueden ser fundidos directamente para cobre negro, ó despues de una tostacion preliminar, sin ser fundidos para mata.

A. Cobre nativo, cobre en panes, en lingotes, etc., no teniendo necesidad más que de ser afinados.

B. Óxidos negros y rojos, carbonatos azules y verdes, silicatos, oxiclорuros, debiendo ser fundidos para cobre negro y pasar á la afinacion.

C. Diversos sulfuros comparativamente puros, ó conteniendo arsénico ó antimonio, matas ricas, etc., que piden una tostacion moderada, dulce, la fundicion para cobre negro y la afinacion.

2.º Minerales, etc., ricos, en menos de 30 por ciento de cobre; exigen una fundicion preliminar para mata, á fin de obtener el cobre bajo una forma más concentrada y para despojarlo de las impurezas terrosas y otras.

A. Minerales exigiendo una tostacion parcial, la adición de nitro ó ambas cosas, para que desaparez-

ca el exceso de azufre, y trasportar en la escoria una parte del hierro y de los otros metales estraños: cobre amarillo, piritas, etc., con ó sin piritas de hierro, blenda, galena, etc.

B. Minerales que exigen la adicion de azufre ó de azufre y de hierro para dar una buena mata.

1.º Mineral de cobre gris ó vítreo.

2.º Óxidos, carbonatos pobres, etc., escorias.

3.º Minerales de cobre pobres, antimoniosos, arseniosos, que deben ser preliminarmente tratados á baja temperatura.

C. Minerales dando una buena mata por fusion directa: mineral de cobre abigarrado, mezclado de sulfuro y de óxido, etc.

Para evitar repeticiones inútiles, se dejará á un lado la clasificacion que se acaba de trazar; se dará solamente una descripcion general del método en sus diversos períodos, dejando al operador el cuidado de aplicar convenientemente cada detalle, propio á la especie de mineral sometido al ensayo.

Operaciones prácticas sobre la conduccion del procedimiento.

1.º *Fundicion para mata.* El mineral crudo ó tostado, se mezcla íntimamente con los flujos, bórax, vidrio, cal, espato fluor, nitro, pirita de hierro, ó toda otra sustancia propia, segun las indicaciones ya dadas, para reemplazar ésta última. La mezcla se hace generalmente en los crisoles, con una espátula de acero; se le recubre de una delgada capa de bórax ó de los fundentes mezclados. Cuando se debe hacer una tostacion preliminar, el crisol, en el cual ésta operacion se lleva á cabo, se reserva para una fundi-

cion ulterior; si se emplea un escorificador, se reserva para la tostacion de la mata. El mineral que ha de tostarse, debe calentarse al rojo oscuro hasta que la llama azul del azufre cese de desprenderse, y que la superficie sea de un oscuro rojizo, lo que tiene lugar ordinariamente al cabo de diez minutos. Se separa entonces el crisol ó escorificador y se les deja enfriar. Si el mineral contiene mucha pirita de hierro, blenda, etc., la tostacion será prolongada. Se tiene cuidado de apretar en el horno el cok al rededor de los crisoles, para que se calienten uniformemente cuanto sea posible. Comunmente no se usa cubierta; pero si se recurre á ella, se la coloca ligeramente sobre el lado, para permitir á los gases desprenderse; de lo contrario, la materia en fusion podria salirse; la cubierta, por otra parte, impide que caiga combustible en el crisol. Una vez en el horno los crisoles, se tapa éste, dejando abierta un poco la parte posterior; se eleva en seguida la temperatura poco á poco, para que la fusion pueda terminarse en 15 ó 20 minutos. Durante la primera parte de la fusion, se produce por el desprendimiento de los ácidos carbónico, sulfuroso y nitroso y del vapor de agua, una efervescencia que disminuye gradualmente, y al fin de la fusion, la superficie de la escoria queda perfectamente tranquila. Se retira entonces el crisol del horno y se le hace girar rápidamente para hacer caer de sus paredes todas las particulas adherentes, y despues se vierte inmediatamente el contenido en una lingotera de hierro. El interior del crisol se examina cuando todavia está caliente, para asegurarse que no quedan granallas adheridas á las paredes. Inmediatamente que la escoria se solidifica, se le saca con una espinza, se le sumerge en el agua fria y se le deja enfriar;

ésta inmersión la hiende y hace separar más fácilmente de la mata. Es preciso evitar el uso del martillo, porque la mata es muy quebradiza, y por otra parte, es inútil cuando se han tomado las precauciones convenientes. Si un poco de escoria adhiere á la mata, lo hace ordinariamente por su parte superior, de donde se le quita con pequeños golpes de martillo, ó mejor con un cuchillo. Tan luego como la mata ha sido separada, se examina la escoria para ver si retiene algunas granallas de mata, que cuando esto ocurre, se las encuentra siempre sobre los bordes exteriores. La presencia de la mata en la escoria, procede de que ésta última no ha sido bastante fluida ó por la caída de fragmentos de combustible en el crisol. Operando bien, la escoria estará completamente privada de mata.

Para economizar tiempo, se puede verter la escoria en una cavidad de la lingotera y la mata en otra; pero es preciso una gran práctica para hacer bien ésta operación. Si la mata no se separa fácilmente, ó si se tiene alguna duda sobre la pureza de la escoria, se la puede romper y fundirla de nuevo con un poco de azufre ó de pirita de hierro, y el pequeño botón de mata que se recoge así, se añade á la primera mata.

La escoria es generalmente opaca, más ó menos vítrea, y su color varía del blanco al gris, verde pálido, verde botella al negro; las escorias ligeramente coloradas, proceden generalmente de los minerales grises, y las escorias oscuras, de los minerales amarillos, etc.; el tinte pronunciado, es debido al óxido de hierro. Algunas veces, éste óxido da á la escoria una coloración azulada; pero difiere como color, de la causada forzosamente por el protoóxido de cobre. El color de la escoria debe ser uniforme en toda la

masa, nunca abigarrada, ni atruchada, ni estriada; indicios ordinarios de una fusion imperfecta. Debe estar libre de toda traza de coloracion roja, atestiguando la presencia del cobre al estado de oxidulo. Una buena escoria, se rompe sin trabajo, ó se desgrana á la más ligera presion, en pequeños fragmentos angulares. Esta propiedad de la escoria, es ventajosísima, permitiendo que la mata, quebradiza, se separe con facilidad; se debe al espato fluor ó á la cal. Si la escoria es muy vitrea, tiene una tendencia á adherir á la mata; este inconveniente puede contrabalancearse en una fusion posterior, aumentando la cantidad de cal ó de espato fluor, ó de ambos, si esto es necesario. Cuando la escoria cuela espesa fuera del crisol y toma un aspecto pétreo al enfriarse, ó bien si el crisol está corroido ó rayado al interior, en la línea de union de superficie de la escoria durante la fusion, es que ha habido un exceso de cal, y algunas veces, de espato fluor. Se tiene la costumbre de cubrir la mezcla durante la fusion, de una capa de sal; la sal obra como lubricante sobre las paredes del crisol, y permite á los gases de la reaccion escaparse más libremente de la escoria durante la fusion. Existen, sin embargo, algunas objeciones á su empleo; los vapores que desprende y su extrema fusibilidad, impide al ensayador ver si la escoria tiene el grado de fluidez querido. Cuando se emplea la sal, se la encuentra vertiendo el contenido del crisol en el vértice de la escoria; debe ser cristalina y blanca, ó de un blanco gris; pero si se tiene un color rojo ó rosa, es que en ella se encuentra el cobre en cantidad apreciable.

Una buena mata, debe ser de un oscuro rojizo más ó menos convexa á la superficie superior, muy tierna,

llena de hendiduras y rugosidades; se la puede fácilmente romper en fragmentos y reducirla á polvo. El color oscuro rojizo, es debido á que la superficie está erizada de cantidades pequeñas de cobre metálico ó de esponja de cobre. Se la obtiene tambien de un bello color azul, cuando corresponde á la mata azul de los fundidores. Debe contener próximamente 50 por ciento de cobre; pero el producto puede variar de 40 á 60 por ciento. No es ventajoso obtenerla más rica. Una buena mata se tuesta más fácilmente que una muy granuda ó muy fina.

La mata granulada es tierna, esteriormente de granos gruesos, más ó menos aplastada, y algunas veces vesicular en la parte superior; comparativamente es dura y su color varia del gris de hierro al amarillo de laton, segun su contenido en hierro y en cobre; pero toma fácilmente un tinte rojo, rosa ó azul; su color propio aparece mejor, por la inspeccion de una fractura fresca y neta, cuando la mata está completamente fria; la fractura es cristalina, fibrosa ó de granos gruesos. No se reduce tan fácilmente en polvo como una buena mata, y el polvo es de un color menos pronunciado; corresponde á la mata bronceada de los fundidores. No hay que temer que la escoria retenga cobre con una mata granulada; pero la tostacion no se hace tan fácilmente sin transformar una parte en sulfato de cobre, y se debe prolongar la tostacion, segun la cantidad de hierro y azufre en exceso. Puede ser útil algunas veces, cuando se opera sobre un mineral muy pobre ó sobre escorias, obtener una mata granulada para aumentar la mata y facilitar la concentracion del cobre.

Si la mata es muy fina, es más ó menos redonda su superficie esterior; muy unida y brillante, de un

brillo semi-metálico y de un color casi negro; su fractura es vítrea ó muy compacta y de un gris azul pronunciado; comparativamente, es dura cuando se rompe; el polvo es casi negro y de un tinte azulado; es más difícil de tostar que la buena mata á causa de su mayor tendencia á fundir. Por otra parte, cuando la mata es muy fina, la escoria que le acompaña puede retener cobre, y aun cuando sea posible obtener una mata, comparativamente fina con una escoria libre de cobre, no es ni seguro ni ventajoso correr el riesgo de perder cobre.

Algunas veces, la mata se desgrana rápidamente, lo que puede proceder de una fusion imperfecta, ó de la presencia de un exceso de sulfuro de hierro, ó de un contacto muy prolongado con el agua. Otros metales: el plomo, el zinc, el antimonio, el arsénico etc., alteran el carácter de la mata.

A continuacion insertamos los resultados de tres especies de mata, buena, granulada y fina, obtenidas por un ensayador experimentado de Cornouailles y analizadas por M. R. Daintree, en el laboratorio metalúrgico.

	Mata Granulada.	Buena Mata.	Mata Fina.
	Análisis.—Teoría.	Análisis.—Teoría.	Análisis.—Teoría.
Cobre....	27,74 — 26,90	58,61 — 58,28	72,70 — 73,08
Hierro...	35,05 — 35,70	16,50 — 17,18	5,42 — 5,38
Azufre..	37,10 — 37,40	24,76 — 24,54	21,80 — 21,54
TOTAL..	99,89 — 100,00	99,87 — 100,00	99,92 — 100,00
Fórmula.	$2\text{Cu}^2\text{S} \cdot 3\text{Fe}^2\text{S}^3$	$3\text{Cu}^2\text{S} \cdot 2\text{FeS}$	$6\text{Cu}^2\text{S} \cdot \text{FeS}$
ó....	$\text{Cu}^2\text{S} \cdot 1\frac{1}{2}\text{Fe}^2\text{S}^3$	$\text{Cu}^2\text{S} \cdot \frac{2}{3}\text{FeS}$	$\text{Cu}^2\text{S} \cdot \frac{1}{6}\text{FeS}$

Cada una de las cifras del cuadro, representa el término medio de tres análisis de cada cuerpo. El cobre ha sido determinado por una disolución normal de cianuro de potasio; el hierro por una disolución normal de bicromato de potasa, y el azufre, al estado de sulfato de barita. En comparando éstos análisis con los de los productos de la fundición de cobre, se verá que corresponden por su composición á las matas, bronceada, azul y blanca.

2.º *Tostacion de la mata.* Se la reduce, desde luego, en polvo fino en un mortero de hierro ó de bronce; despues de haber separado la mata pulverizada, se pone en el mortero un poco de polvo de cok ó de antracita, que se añade en seguida á la mata. Así, finamente dividida, se introduce en un crisol, ó bien se pone en una escoriñadora.

Si se emplea una escorificadora, será preciso frotar su superficie interna con una variedad untuosa de hematita, que facilita quitar la mata tostada, é impide las pérdidas por adhesión. La escorificadora, conteniendo la mata en capa igual, se coloca en una mufla, donde se ponen tantas otras como pueda contener cómodamente. La tostacion se opera á una temperatura gradualmente creciente, y dejando siempre abierta la puerta de la mufla. Es preciso agitar la mata de tiempo en tiempo con una espátula de tostacion, sacando momentáneamente las escorificadoras de la mufla, ó con una varilla, en el interior de la mufla misma. La tostacion se hace más rápidamente en una mufla, y no requiere tanta atencion como cuando se opera en un horno con el crisol; si al fin de la operacion la mata no es pulverulenta y se percibe algun indicio de aglomeracion ó si hay alguna razon para suponer que la tostacion no es completa,

es preciso añadir 1, ^{er}295 próximamente de polvo de antracita y tostar de nuevo durante diez minutos. Cuando la tostacion está terminada, se saca la escorificadora de la mufla, y cuando está fria, se trasvasa el contenido á los crisoles para la fundicion. Se puede usar varias veces de la misma escorificadora para tostar.

Se tiene la costumbre de hacer la tostacion en un crisol de pequeñas ó medianas dimensiones, segun la cantidad de mata. Varias tostaciones se pueden hacer á la vez en el mismo horno. Lleno el horno de combustible, hasta cerca de su parte superior, se introducen los crisoles, que se sugetan sólidamente, ó se les da una ligera inclinacion hácia adelante, á fin de que la corriente de aire pueda pasar sobre la mata en polvo. Se pone en cada crisol una varilla de hierro, la parte más gruesa en su base, y la extremidad, sostenida por la mano izquierda, reposa contra un soporte para facilitar la operacion. La tostacion comienza al rojo oscuro, temperatura que es menester aumentar progresivamente hasta el rojo intenso, tan rápidamente, cuanto lo permita una buena tostacion. Es preciso remover constantemente, durante los quince ó veinte minutos primeros; pero despues no se agita más que á intervalos. El tiempo necesario para una tostacion completa, es de media hora próximamente, y á veces de tres cuartos de hora. Si la temperatura es muy baja, se forma sulfato básico de cobre, que da un tinte gris á la superficie, y prolonga la duracion de la tostacion. Una temperatura muy elevada, provoca la aglomeracion, é impide tambien la tostacion. Cuando hay aglutinacion, es preciso separar la mata y triturarla con un poco de polvo de cok ó de antracita, volverla al crisol y continuar la

tostacion; pero en semejante caso, es mejor tirarla y comenzar de nuevo. A una temperatura conveniente, el polvo permanece al estado arenoso. Tan luego como presenta el menor indicio de remojoamiento ó de aglomeracion, es preciso bajar en seguida la temperatura, quitando durante algunos segundos los crisoles, y colocando por bajo algunos pedazos de cok frios. La tostacion es completa cuando no se siente más el olor de ácido sulfúrico. Se retira entonces del horno el crisol y la varilla, que se deja enfriar: la mata fria presenta un color de un negro gris. Si alguna porcion adhiere á la varilla, se agita y pone en el crisol. Los mismos crisoles sirven para la fundicion siguiente:

3.º *Fundicion para cobre bruto.* La mata tostada, se mezcla en el crisol con los fundentes convenientes y se coloca en seguida en el horno. La fusion tiene lugar al cabo de diez ó quince minutos. Debe marchar con rapidez, y tan luego como la efervescencia cesa, el contenido líquido se vierte en una lingotera, cuando la escoria solidifica, sumerge el boton en agua fria y se deja todo enfriar. La escoria debe ser negra, vítrea y tierna; si contiene cobre, presenta estrias ó manchas de color rojo, lo que se conoce, examinando el exterior de la escoria ó el interior del crisol empleado en la fundicion. Este color rojo puede ser debido á un defecto de reduccion, á la presencia de mucho bórax ó una temperatura muy baja ó muy elevada durante la fundicion; puede proceder tambien, de que el cobre ha estado largo tiempo en fusion: el metal adquiere entonces una tendencia á oxidarse y á pasar á la escoria. Conviene examinar el interior del crisol y la escoria, para ver si no hay granallas ó pequeños glóbulos de metal; no

se le encontrará si la fundición ha sido bien hecha. El botón de cobre bruto debe poderse separar fácilmente de la escoria y tener una superficie neta; si está negro ó cubierto de mata, la tostación preliminar habrá sido incompleta, la capa de mata siendo debida al sulfuro no oxidado ó á los sulfatos formados en la tostación, que han sido reducidos de nuevo en sulfuros. Cuando este inconveniente se presenta, es preciso tirarlo todo y volver á empezar. El cobre bruto es generalmente convexo en su parte superior y ligeramente rugoso en el centro; su fractura es tierna y de un tinte gris anaranjado; por otra parte, cuando se le obtiene de minerales puros, presenta las propiedades del cobre fino. Sus caracteres, varían necesariamente según la impureza. Por otra parte, los trazos característicos debidos á la presencia de otros metales, son los siguientes:

Hierro. Se encuentra en el botón en cantidad inferior á uno por ciento, y no ofrece ningún inconveniente porque tiende á despojar á la escoria del cobre y se elimina fácilmente en la afinación. Cuando la cantidad es más considerable, el cobre llega á ser más duro y de un color más pálido, la convexidad de la superficie superior del botón aumenta; éste último se rompe con trabajo y es más difícil de fundir que el cobre, y queda algunas veces en masa grosera imperfectamente fundida. Las condiciones que tienden á favorecer el paso del hierro en el cobre, son el exceso de los agentes de reducción y la elevación de la temperatura.

Los resultados de la experiencia siguiente, demos-

trará como se forma el cobre ferrífero. Una mezcla compuesta de

Protoóxido de cobre..	12,955
Hematita.	6,477
Carbon de madera.	6,477
Carbonato de sosa.	19,432
Bórax.	1,943

fué espuesta en un crisol de Cornouailles, cubierto á una temperatura, durante más de una media hora. La escoria negra, vítrea, presentaba á la superficie exterior pequeñas lamelas de color rojo; el boton estaba bien fundido, neto, brillante, de aspecto metálico y de un color de cobre pálido; pesaba 12,^{gr}955. Su composición es la siguiente:

Cobre.	71,08.
Hierro.	28,33.

Estaño. Endurece al cobre y le da al exterior un tinte más oscuro: cuando la proporción no pasa de cinco por ciento, la fractura del cobre no se altera mucho, aun cuando sea de un color algo más pálido; es difícil reconocer la presencia del estaño en pequeña cantidad, según los caracteres físicos del cobre, excepto en su mayor dureza.

Plomo. Cuando el plomo se presenta en el cobre, aun en cantidad considerable, el boton conserva exteriormente el color del cobre; es dulce y meleable; pero su fractura es característica, granuda tierna y de un gris azulado. En presencia del plomo, el boton está frecuentemente acompañado de una mata; el sulfato de plomo formado durante la tostación, siendo

reducido en la fusion. El plomo es el *enemigo* del ensayador de cobre.

Antimonio. Hace al cobre duro y frágil y comunica á la fractura un color tierno de un gris amarillento; cuando excede el diez por ciento, la fractura tiene un color gris de hierro y el cobre es muy quebradizo.

Zinc. No se le reconoce fácilmente cuando está en pequeña cantidad, porque entonces su presencia no altera casi los caracteres del cobre; tiende á comunicarle su color amarillo y una fractura cristalina y fibrosa.

Arsénico. Hace al cobre más duro, quebradizo y de un color más gris.

Níquel. Se le encuentra accidentalmente y da al cobre dureza y un color más pálido.

Plata. Con frecuencia se le encuentra en el cobre, procedente de los metales grises; pero su presencia en pequeña cantidad no puede descubrirse por ningun cambio en los caracteres físicos del cobre.

Oro. Raras veces está en cantidad apreciable; pero algunas acompaña á la plata.

4.º *Afinacion.* El crisol empleado para la fundicion del cobre bruto, sirve ordinariamente para la afinacion. La operacion se hace de la manera siguiente: el crisol se entierra bien en el fuego, de tal manera, que el centro está situado bajo la línea de union de los dos ladrillos que cierran el horno; cuando está al rojo vivo, se hace caer en él rápidamente el boton de cobre bruto, se cierra el horno y se vigila atentamente el interior del crisol, entre el intersticio de los dos ladrillos. La fusion tiene bien pronto lugar y se produce á la superficie tierna del metal un ligero desprendimiento de gas; al cabo de algunos instantes, la

capa se ilumina rápidamente y la superficie llega á ser brillante y luminosa sobre los bordes; en el centro se refleja una viva luz de un verde azulado, designada técnicamente bajo el nombre de relámpago. Entonces se proyecta rápidamente sobre la superficie del boton el flujo de afinacion, sólo ó mezclado con sal, por medio de una cuchara de cobre y se cierra el horno; al cabo de dos minutos próximamente, se separa el crisol y se vierte su contenido en una lingotera. El boton debe salir cubierto de escoria; cuando está solidificado, se le saca con la espinzá, y se le sumerge en agua por su cara inferior; de esta manera, la escoria se separa fácilmente. La operacion entera dura de cinco á diez minutos.

La escoria es gris, color de carne, rosada ó de un rojo amarillo y se separa sin dificultad del boton; algunas veces es azul, de un verde azulado ó verde por el protoóxido de cobre; la presencia del óxido de cobre, la colora en rojo pronunciado; entonces el cobre se ha oxidado mucho antes de la introduccion de la mezcla de afinacion, ó bien por el flujo mismo, que era muy vivo, es decir, muy oxidante.

El boton afinado es más ó menos plano, está cubierto en la parte superior de una película delgada de un rojo anaranjado; el cobre es blando maleable, tenaz, y se rompe difícilmente; su fractura es muy fina. Mas comunmente es más seca, y ofrece una desgarradura á la parte superior, cuando se le rompe al través, la fractura es granuda y de un color rojo purpúreo. Si no está suficientemente afinado, el cobre se parece más por su aspecto exterior y fractura, al cobre bruto; en este caso, es preciso repetir la afinacion. Muy afinado, el cobre está cubierto de una película espesa, rojo rosado ó rojo carmesí; se dice

entonces que está quemado. La escoria roja adhiere al boton, que es frágil y presenta una fractura ligeramente porosa, de un rojo pronunciado.

Generalmente se emplea la sal para afinar: sirve para apagar y moderar la acción muy rápida del flujo de afinación, y facilita la eliminación del antimonio, del plomo, etc.; pero se usa también el flujo sólo. Si el flujo es muy *vivo* ó muy débil, se modifica su influencia añadiendo una pequeña cantidad de tártaro ó de nitro, antes de proyectarlo en el crisol. Cuando el cobre bruto está muy impuro por la presencia del hierro, estaño, plomo, antimonio, zinc, etc., se puede, al introducir el boton en el crisol, añadir últimamente una pequeña cantidad de bórax; el óxido se disuelve, y el boton es más puro. Algunas veces, se tiene necesidad de apartar el crisol y removerlo ligeramente para romper la costra formada en la superficie del crisol. Algunos ensayadores, someten el boton de cobre grosero, antes de refinarlo, á una ó varias fundiciones con flujo; éste procedimiento se llama de lavado.

Es difícil eliminar el plomo, sin dejar pasar un poco de cobre en la escoria.

La espulsión del antimonio, es también difícil, y se añade generalmente una pequeña cantidad de plomo para favorecerla; pero se le elimina sin recurrir al plomo, empleando un flujo de afinación algo más oxidante.

El estaño, retarda la aparición del relámpago.

La plata, cuya proporción en los minerales excede raramente del uno por ciento, queda en el cobre después de la afinación. La totalidad próximamente de la plata contenida primitivamente en el mineral, se encuentra entonces en el cobre; si existe en él, en

cantidad suficiente para alterar materialmente su proporcion, se copela el boton para extraer la plata, y se deduce el peso de la plata del peso total del boton de cobre.

Purificacion de las escorias de afinacion. La escoria de afinacion, contiene cobre. Se le pulveriza groseramente para mezclarla con un poco de tártaro, carbon de madera, etc., fundirla y verterla en una lingotera. Cuando está fria, se le rompe y examina con cuidado para retirar la granalla de cobre. La granalla recogida pesa ordinariamente de 0,^{gr}005 á 0,^{gr}300, segun el peso y la pureza del boton sometido á la afinacion y segun la habilidad del operador; se añade este peso al del boton de cobre fino; los ensayadores de cobre, afinan siempre la granalla; pero su peso es tan pequeño, que en la práctica, su pérdida es insignificante. La fundicion de las escorias, exige de diez á quince minutos; lo más frecuentemente, son negras. Si se crée necesario ensayar las escorias procedentes de la fundicion del cobre bruto, se les puede mezclar con las escorias de afinacion, y una misma fusion basta para ambas.

Pérdidas de cobre por este método de ensayo. Si se produce alguna pérdida en la tostacion preliminar ó en la fundicion para mata, procede de algunas particulas metálicas arrastradas en la calcinacion, ó de algunos granos de mata entrelazados y retenidos por la escoria. En la fundicion para cobre bruto y en la afinacion, es donde tiene lugar la principal pérdida de metal; porque si se ensayan químicamente las escorias, se encuentran que contienen pequeñas cantidades de cobre, cuya proporcion varia segun la riqueza del mineral, la cantidad y naturaleza de los metales extraños, y sobre todo del plomo. Las diferencias entre

los resultados obtenidos por diferentes ensayadores, proceden, sobre todo, de la manera como se conduce la afinacion. Esta es la parte de la operacion que exige más habilidad y mayor golpe de vista; el descuido y falta de esperiencia pueden hacer perder una gran cantidad de cobre. La pérdida está en razon inversa de la riqueza del mineral; pero la diferencia entre dos ensayos, uno por la vía seca y otro por la vía húmeda aumenta con la riqueza del mineral. Es necesario tomar esta afirmacion en un sentido general, porque la presencia de otros metales, la naturaleza del mineral etc., modifican considerablemente el resultado de un ensayo por vía seca.

Si se considera con alguna atencion, el método de ensayo que acabamos de traducir, se concibe fácilmente, que hasta cierto punto, tiene su razon de ser de que los fabricantes ingleses lo adopten en la compra de sus minerales. Las operaciones metalúrgicas son análogas á las que se practican en el ensayo, y un operador práctico, da un rendimiento próximamente igual al que se obtiene en grande. Pero la longitud de las operaciones y el cuidado que hay que tener en las mismas, por una parte, y la mayor exactitud dada por los métodos análiticos de vía húmeda por otra, son razones que hacen, que en el continente se prefiera estos últimos, especialmente el del cianuro de potasio, máxime cuando puede averiguarse despues el resultado que se obtendrá en grande, por una simple sustraccion.

Resta solo para terminar todo lo relativo al análisis industrial de los minerales de cobre, determinar la cantidad de plata que los mismos pueden contener. Antiguamente se fundia una cierta cantidad de mineral con un exceso de litargirio, carbonato de sosa,

carbon pulverizado y un poco de bórax. Se obtenia de este modo un boton de plomo con toda la plata, y algun cobre, el cual, pasaba á la copelacion. Pero éste sistema tiene el gravísimo inconveniente de que la cantidad de cobre ligada al plomo es á veces tan considerable, que impide su fácil copelacion, y caso de tratarse de obtener uno libre de dicho metal, es preciso que la cantidad de litargirio añadida sea excesiva, lo que produce una cantidad de plomo muy considerable, difícil de copelar en una sola copela. Para salvar estos inconvenientes, se procede de la manera siguiente:

Se toman veinte y cinco gramos de mineral finamente pulverizado, se mezclan íntimamente con diez gramos de litargirio y se introducen en un matrás de vidrio de fondo plano. Se añade despues agua régia y se hace hervir. Cuando la disolucion del mineral es completa, lo que se conoce porque el residuo insoluble es blanco, se diluye con agua hasta el volúmen de un cuarto de litro ó medio litro, y se deja reposar hasta el dia siguiente. De este modo se consigue disolver todo el cobre; la plata queda insoluble al estado de cloruro, y el de plomo, formado á espensas del litargirio, arrastra las pequeñas cantidades de metal precioso que pudieran estar disueltos en los otros cloruros, precipitándose por el enfriamiento. Por tanto, el residuo insoluble está compuesto solamente del del mineral, de óxido y cloruro de plomo, y cloruro de plata. Se decanta el líquido cloro, se lava la parte insoluble por decantaciones sucesivas y se filtra, continuando el lavado, hasta que las aguas no presentan indicio de cobre, lo que se averigua recogiendo unas gotas en un tubo de ensayo y tratándolas por el amoníaco, pues si tienen una cantidad apreciable de cobre,

se reconocerá por el color azul que les comunica. Se deseca el filtro y su contenido, y despues se separa éste, incinerando aquel á parte en una cápsula de porcelana y reuniendo las cenizas al precipitado.

Se mezcla despues íntimamente dicho residuo, con su peso de carbonato de sosa y un gramo de carbon de madera en polvo, y se reúne todo en un cartucho de papel. Por otra parte, en un hornillo de tiro de los que se usan para ensayos de plomo, se coloca un crisol de barro refractario, y cuando está á la temperatura del rojo, se introduce el cartucho que contiene la mezcla. Bien pronto entra en fusion, y á los diez minutos próximamente, la fusion es tranquila, en cuyo caso, se aparta el crisol y vierte su contenido en una lingotera. Despues de frio, se separa el boton de plomo, que contiene toda la plata, de la escoria, se aplasta sobre un yunque con un martillo, se lava con un poco de ácido clorhídrico muy diluido, se seca y copela, con las precauciones que se indican al tratar de ésta operacion en el artículo *Minerales de plata*.

El peso del boton de plata obtenido, es superior á la que el mineral contiene, pues el litargirio, siempre es algo argentífero. Para obtener el exacto, se funden diez gramos del mismo litargirio con su peso de carbonato de sosa y un gramo de carbon en polvo, siguiendo la misma marcha anterior, y se copela el plomo reducido. El peso del pequeño boton de plata que se obtenga, se deduce del que arroge el del mineral.

XIII.

Minerales de Mercurio.

Solo en el cinabrio ó sea el sulfuro de mercurio,

debemos fijar nuestra atencion, por ser el único mineral que realmente tiene importancia bajo el punto de vista técnico. Y con efecto; las otras especies minerales del mercurio, tales como el cloruro, ioduro, seleniuro etc., tienen más bien importancia científica, si se atiende á la pequeñísima cantidad que de las mismas se encuentra en la naturaleza, que verdadero interés industrial. Por tanto, nos ocuparemos primero del análisis del cinabrio, y despues de su ensayo industrial.

Análisis del cinabrio. Generalmente contiene otros sulfuros metálicos, tales como las piritas de hierro y de cobre, la blenda, y á veces un poco de cuarzo y de arcilla. Para efectuar el análisis, se ataca y disuelve un gramo de mineral reducido á polvo fino, por el agua régia concentrada é hirviendo. Se diluye y filtra, y despues y en la disolucion filtrada, se añade cloruro de bario, que precipita el ácido sulfúrico producido por la oxidacion del azufre del mineral. Se recoge en un filtro, lava y deseca á 100 grados. Despues de seco, se separa del filtro lo mejor posible, incinera éste á parte, y cenizas y precipitado, despues de una ligera calcinacion en crisol de platino, se pesa. Si del aumento de peso del crisol, se deduce la cantidad de cenizas del filtro, se tiene el peso del sulfato de bari-
ta, y si éste peso lo representamos por P, como un equivalente de dicho compuesto pesa 116 y tiene otro de azufre representado por 16, se deduce la del mineral por la proporcion

$$116 : 16 :: P : x; \text{ de donde } x = \frac{16P}{116}$$

No siempre basta un solo ataque por el agua regia concentrada é hirviendo para conseguir la completa

disolucion del azufre del mineral. Cuando éste caso se presenta, lo que se conoce fácilmente puesto que se vé sobrenadar azufre con su color amarillo característico, se debe despues de filtrar, tratar nuevamente el residuo insoluble por la misma agua régia concentrada é hirviendo, filtrar, reunir los dos líquidos procedentes de ambos tratamientos, y en ellos precipitar el ácido sulfúrico formado al estado de sulfato de barita, tal y como acabamos de indicar.

Puesto que en la disolucion se ha introducido una sal de barita, y además la arcilla haya sido atacada más ó menos enérgicamente por el agua concentrada é hirviendo, conviene, para continuar el análisis, atacar otro gramo de mineral por el agua régia ordinaria. Se calienta, y cuando la disolucion es completa, se diluye con agua destilada y se filtra. El residuo insoluble, contiene el cuarzo, arcilla y un poco de azufre. Se deseca á 100 grados, se incinera el filtro y calcina el precipitado al rojo, en un crisol de porcelana. El azufre, durante ésta operacion, se volatiliza, y no queda más que el cuarzo y arcilla. Se pesa el crisol despues de frio, y su aumento de peso, deducidas las cenizas del filtro, puede considerarse como debido al cuarzo y arcilla del mineral.

No debe olvidarse, que conteniendo el residuo insoluble un poco de azufre, si se calcina en un crisol de platino, podria éste ser atacado, por lo cual, es indispensable hacer esta calcinacion en crisol de porcelana.

En la disolucion filtrada, se hace pasar una corriente de gas hidrógeno sulfurado. Se precipitan de este modo los metales cobre y mercurio al estado de sulfuro, los cuales se recogen en un filtro y lavan con agua que contenga hidrógeno sulfurado en disolucion,

á fin de evitar la sulfatacion parcial del sulfuro de cobre, que en éste caso, pasaria con las aguas de lavado, comunicándoles un color más ó menos azulado.

Los sulfuros de cobre y de mercurio, se disuelven en ácido clorhídrico que contenga un poco de ácido nítrico. Se filtra y separa el azufre, y se añade á la disolucion una concentrada de ácido fosforoso. Se precipita de este modo el cloruro mercurioso, que por filtracion, se separa del cloruro de cobre. Este último se hace hervir con ácido nítrico, se añade un exceso de amoniaco, y se determina el cobre por el método de Parkes, ó sea con una disolucion normal de cianuro de potasio.

En el precipitado de cloruro mercurioso, se determina el mercurio por el método siguiente: Se toma un tubo de vidrio de unos sesenta centímetros de longitud próximamente, análogo á los que se usan en el análisis orgánico. Se cierra á la lámpara por una de sus estremidades, y se pone en él, bicarbonato de sosa, en la estension de unos cinco centímetros, y á continuacion cal pura en la estension de diez centímetros. Despues se mezcla íntimamente la combinacion mercurial, desecada á 100 grados, con doble de su peso de cal anhidra en polvo, y se coloca en el tubo, y despues se añade otra capa de cal sóla. Se estira la estremidad abierta del tubo y se encorva en un ángulo de 100 grados próximamente. El tubo así preparado, se coloca en una regilla de combustion para el análisis orgánico, y se sumerge el tubo encorvado en un balon que contenga una poca de agua. Así las cosas, se calienta primero con unos carbones la parte anterior del tubo que contiene solo cal, despues la en que está colocada la combinacion del mer-

curio, la cual se lleva hasta el rojo oscuro. Descompuesta dicha combinacion, el mercurio libre se volatiliza, destila y va á condensarse en el agua del balon, y cuando cesa, se calienta la otra parte del tubo que contiene la cal hidratada y bicarbonato de sosa hasta el rojo. El ácido carbónico procedente de la descomposicion del bicarbonato, se desprende y arrastra los últimos vapores de mercurio que llenan el aparato. Cuando se juzga que todo el metal está condensado, se separa el balon, deja enfriar el tubo, se rompe por la parte encorvada, y con ayuda del frasco lavador, se hacen caer en el balon los pequeños glóbulos de mercurio adheridos al vidrio.

Es preciso tener mucho cuidado de no hacer descender la temperatura del tubo, interin no se separe el balon con el agua, pues de lo contrario, podria ocurrir una absorcion. Otra precaucion que debe tomarse, es que la última capa de cal no llene el tubo por completo, sino que deje un espacio que por otra parte, no es preciso sea grande, para el desprendimiento fácil de los gases.

El mercurio se reúne en un glóbulo, se separa el agua y lava por decantaciones, y despues se trasvasa á un pequeño crisol de porcelana, tarado, donde se deseca, primero con un papel de filtro, y en seguida colocándolo bajo una campana de cristal, cerca de una cápsula que contenga ácido sulfúrico monohidratado. Seco el mercurio, se pesa el crisol, y su aumento de peso indica el del metal contenido en el mineral que se examina.

Separados de la disolucion primitiva, los sulfuros de cobre y de mercurio, quedan en la misma los cloruros de hierro y de zinc. Para separarlos y dosarlos, se hace hervir aquella con ácido nítrico, que peroxida

el hierro reducido por el hidrógeno sulfurado. Se filtra, caso necesario, y se añade un exceso de amoníaco. El peróxido de hierro se precipita, el cual, recogido en un filtro, se deseca á 100 grados, incinera el filtro y calcina todo al calor rojo de una lámpara de doble corriente. Despues de frio, se pesa, y del peso del peróxido se deduce el de hierro, pues 80 de aquel, contienen 56 de éste.

En la disolucion que contiene el zinc, se vierte un exceso de sulfuro de amonio. Se espera 24 horas á fin de que todo el sulfuro de zinc se deposite, y el liquido que sobrenada esté completamente claro, condicion indispensable para que no pase por los poros del filtro. Se filtra despues, disuelve de nuevo en ácido clorhídrico, y precipita por el carbonato de sosa con las precauciones indicadas en el artículo *Minerales de zinc*. Se calcina fuertemente despues el carbonato de zinc, y se pesa el óxido formado. De su cantidad se deduce la de zinc, pues 41 de óxido, contienen 33 de zinc metálico.

Ensayo industrial. Los métodos volumétricos propuestos hasta el dia para la determinacion cuantitativa del mercurio, dejan mucho que desear, tanto en exactitud, como en la rapidez de las operaciones. Por esta razon, la industria continúa con los ensayos por vía seca, que bien conducidos, dan siempre un resultado bastante oproximado para las necesidades industriales. El método que generalmente se adopta y que mejores resultados produce, es el siguiente:

Se mezclan cinco gramos de cinabrio reducido á polvo fino, con el doble de su peso de cal en polvo, y todo ello se coloca en una pequeña retorta de vidrio. Es indispensable introducir la mezcla con ayuda de un largo embudo de cristal, á fin de evitar que parte

de ella adhiera al cuello de la retorta. Despues se coloca ésta en un hornillo de reverbero circular, y sumerge la mitad de la abertura en una cápsula de porcelana con agua, rodeándose despues toda ella con un papel de filtro humedecido. De este modo se consigue la condensacion completa del mercurio, y evita una absorcion, caso de que bajase la temperatura. Dispuestas así las cosas, se introducen en el horno algunos carbones encendidos, y paulatinamente otros, hasta que se llene todo el hornillo y la temperatura se eleve hasta el rojo. El cinabrio es bien pronto descompuesto; el mercurio puesto en libertad, destila y cae en la cápsula de porcelana. Se continúa la operacion elevando progresivamente la temperatura, hasta que el vidrio de la retorta, fundido, caiga en el cenicero del hornillo, en cuyo caso, la operacion está terminada. Se corta el cuello de la retorta, para lo cual, basta tocarlo con un cuerpo frio, y así que se enfria, se hace caer el mercurio adherido á él á la cápsula donde la mayor parte está condensada.

Resta hora reunir todo el mercurio en un glóbulo y pesarlo. A este efecto, se le lava por decantaciones sucesivas, y despues se traslada á un crisol de porcelana, tarado, donde se continúa lavándolo y moviéndolo en varios sentidos, hasta que se consigue reunirlo todo en un glóbulo. Se deseca éste, primero con papel de filtro, y despues, colocándolo cerca de una cápsula de porcelana que contenga ácido sulfúrico monohidratado, bajo una campana de vidrio. Conseguida la desecacion, se pesa, y el aumento de peso del crisol, se debe al mercurio metálico. Si éste aumento de peso es de 2,87, el tanto por ciento del mineral, se deduce de la proporcion

5 : 2,87 :: 100 : x; de donde $x = \frac{2,87}{5} \times 100 = 57,40$

La exactitud y aproximacion con que debe contarse en el método de ensayo que acabamos de describir, depende exclusivamente de la habilidad del operador. En nada influye la mayor ó menor riqueza del mineral, pues si la operacion se conduce con cuidado y el que opera está habituado á ésta clase de ensayos, se obtiene una cantidad de mercurio sensiblemente igual á la que el mineral contiene. La condensacion del metal es la que debe hacerse con mayores precauciones, y esto se consigue por completo, rodeando como hemos dicho, el cuello de la retorta, parcialmente sumergido en el agua, bien con un pedazo de lino, ó bien con un papel de filtro humedecidos.

Una precaucion indispensable, que debe tomarse siempre, consiste en elevar gradualmente la temperatura, á fin de que, antes que la retorta funda, todo el interior de la mezcla de mineral y de cal, esté al rojo, condicion indispensable para la total descomposicion del cinabrio y volatilizacion completa del mercurio; pero esto es más fácil de conseguir con alguna práctica, que la condensacion completa de los vapores mercuriales, causa de error la más considerable en esta clase de operaciones.

Si el ensayo debe practicarse sobre un mineral pobre, es preciso tomar, en vez de cinco gramos, veinte y cinco y mezclarlos con la mitad de su peso de cal en polvo. La operacion se conduce de la misma manera; pero es preciso tener más cuidado con el fuego á fin de que el calor penetre toda la mezcla, lo suficiente para la descomposicion del mineral, antes de que la retorta funda.

El consumo considerable de retortas, toda la vez que cada ensayo necesita una, ha hecho emplear las de barro, porcelana ó hierro. Las de barro deben proscribirse, pues quedan en el cuello, que siempre es algo rugoso, glóbulos de mercurio que es difícil hacer caer en la cápsula condensadora. Las de porcelana é hierro, no presentan éste inconveniente y en todas ellas no es posible determinar exactamente el momento en que el ensayo está terminado, como sucede con el uso de retortas de vidrio.

XIV.

Minerales de Plata.

Los minerales de plata propiamente dichos son bastante numerosos; pero sean cualesquiera las sustancias que los acompañan, el valor del mineral depende única y exclusivamente de la cantidad de plata que contiene. Por ésta razón, industrialmente hablando, basta determinar con exactitud la plata, en las transacciones mercantiles. Esta determinacion se hace concentrando toda la plata del mineral en un boton de plomo, que despues pasa á la copelacion. Cuando el mineral es fácilmente soluble en el ácido nítrico, (plata nativa, sulfuros diversos etc.) se determina el metal útil por vía volumétrica, siguiendo el método de Gay-Lussac, ó sea precipitacion por una disolucion normal de cloruro de sódio.

Aun cuando como hemos dicho, bajo el punto de vista comercial, basta en la generalidad de los casos determinar únicamente la cantidad de plata que un mineral contenga, creemos sin embargo, conveniente indicar la marcha que debe seguirse en el análisis de

los minerales de plata; y á este efecto, consideramos el caso más difícil, cual es el análisis de una mezcla de sulfuros, arseniuros y antimoniuros de plata, cobre, plomo é hierro; pues con las indicaciones que se dan, se puede fácilmente analizar otros minerales que se presentan.

Análisis de los minerales complejos. Se ataca un gramo de mineral finamente pulverizado, por el agua régia concentrada é hirviendo. Se transforma de este modo el azufre en ácido sulfúrico; y cuando el ataque es completo, se añade un poco de ácido tártrico, se filtra y precipita en el líquido filtrado el ácido sulfúrico con el cloruro de bario. Se recoge el sulfato de barita en un filtro, se deseca á 100 grados, separa despues del filtro, incinera éste á parte, y cenizas y precipitado se calcinan ligeramente á la llama de una lámpara de doble corriente en un crisol de platino. Despues de frio se pesa, y deduciendo el peso del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el correspondiente al sulfato de barita, y por tanto el del azufre del mineral, toda la vez que 116 de sulfato, corresponden 16 de azufre.

Como la precipitacion haya sido hecha en presencia del ácido tártrico, es preciso no olvidar, que pudiera haberse precipitado tambien un poco de tartrato de barita, por cuya razon, despues de calcinado el sulfato, conviene tratarlo por el ácido clorhídrico, filtrar nuevamente, desecar, calcinar y pesar. Solo por éste medio se puede estar seguro de que se pesa únicamente sulfato de barita.

Si por el ataque del agua régia concentrada é hirviendo no se consigue acidificar y disolver todo el azufre, es indispensable despues de la filtracion, atacar nuevamente y de la misma manera el residuo in-

soluble, filtrar y reunir ambos líquidos antes de la precipitación del cloruro de bario.

Para la determinación de los metales, se ataca un gramo de mineral por el ácido clorhídrico con unas gotas de ácido nítrico; cuando la disolución es completa, se añade ácido tártrico, diluye y filtra. La disolución contiene los metales cobre, hierro, la mayor parte del plomo, el arsénico y antimonio. En el residuo insoluble que queda sobre el filtro, se encuentra toda la plata al estado de cloruro, parte del plomo al del cloruro también, y el azufre que no ha sido atacado. Se trata éste residuo por el amoníaco, que disuelve todo el cloruro de plata y se separa por filtración del resto insoluble. En la disolución amoniacal, se precipita de nuevo el cloruro de plata neutralizando el disolvente con ácido nítrico diluido. El cloruro de plata precipitado, se recoge en un filtro de peso conocido, se deseca á 100 grados y se pesa. El aumento de peso del filtro, corresponde al cloruro de plata, y si éste peso lo representamos por P, como quiera que los equivalentes del cloruro de plata y de la plata sean respectivamente 143,50 y 108, se deduce la cantidad de plata del mineral por la proporción

$$143,50 : 108 :: P : x; \text{ de donde } x = \frac{108 P}{143,50}$$

En la determinación de la plata es indispensable tener en cuenta, que el cloruro de plata, como todos los compuestos de éste metal, se alteran fácilmente por la acción de la luz, por cuya razón deben efectuarse todas éstas operaciones en un lugar oscuro. Es de notar sin embargo, que cuando el color del cloruro de plata es ligeramente violado, no hay temor de causa de error, pues solo tiene éste lugar en el caso

de que su aspecto sea muy oscuro, casi negro. Si éste caso se presenta, basta rociarlo con agua de cloro para restituirle su composición primitiva, desecarlo á 100 grados y pesarlo.

La disolución que contiene los demás metales, se trata por una corriente de gas hidrógeno sulfurado. Se precipita de este modo los sulfuros de antimonio, arsénico, cobre y plomo. Recogidos en un filtro, se hace actuar sobre ellos el sulfuro de amonio, que disuelve los dos primeros y deja á los otros dos insolubles. Separados por filtración, se precipitan de nuevo descomponiendo el disolvente por el ácido clorhídrico diluido, se vuelven á recoger en un filtro, y se disuelven en el agua régia muy clorhídrica. Se filtra previa la adición de ácido tártrico, y en el líquido se procede á la separación del antimonio y del arsénico. A este efecto, se añade amoníaco y cloruro de amonio y después sulfato de magnesia. El arsénico, se precipita al estado de arseniato magnésico-amónico, que recogido sobre un filtro de peso conocido, se deseca á 100 grados y se pesa. El aumento de peso del filtro se debe á dicho compuesto, del que se deduce el arsénico del mineral; pues se sabe, que 173 de arseniato magnésico-amónico, contienen 75 de arsénico.

La disolución que contiene el antimonio, se trata por el hidrógeno sulfurado. Se recoge en un filtro el sulfuro de antimonio precipitado, y se deseca á 100 grados. Después de seco, se separa del filtro, se incinera éste, y cenizas y precipitado, se humedecen en un crisol de porcelana con unas gotas de ácido nítrico diluido. Se le añade después ácido nítrico humeante, se evapora hasta sequedad en baño de arena, y después se calcina fuertemente. Se transforma de este

modo el sulfuro de antimonio en antimoniato de óxido de antimonio, á cuyo estado se pesa. De su peso se deduce el antimonio metálico, puesto que á 398 de antimoniato, corresponden 366 de antimonio.

En el filtro de donde se separaron los sulfuros de arsénico y antimonio, quedan los de plomo y de cobre. Se les disuelve en ácido nítrico, se añade un poco de ácido sulfúrico que precipita el plomo al estado de sulfato, despues amoniaco en exceso y carbonato de amoniaco. Se filtra, y en la disolucion azul que resulta, se determina el cobre por via volumétrica, siguiendo el procedimiento de Parkes, descrito en el artículo *Minerales de cobre*.

Solo queda en la disolucion primitiva del hierro, reducido al mínimo de oxidacion por el gas hidrógeno sulfurado. Se peroxida hirviéndola con unas gotas de ácido nítrico, y se precipita por el amoniaco. Se recoge en un filtro el hidrato de peróxido de hierro, se deseca á 100 grados, incinera el filtro y calcina todo en crisol de platino, y despues de frio se pesa. El aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, corresponde al peróxido de hierro, del cual se deduce el hierro metálico, puesto que á 80 de aquel, corresponden 56 de éste.

Por la marcha del análisis que acabamos de indicar, se habrá notado, que el plomo se le encuentra en dos porciones distintas; una, la más pequeña, al estado de cloruro insoluble, del cual hemos separado el cloruro de plata; otra, la más considerable, obtenida al estado de sulfato por su separacion del cobre. Podrian reunirse estas dos partes, transformarlas en sulfato y pesarlas; pero es más sencillo y mucho más exacto, hacer la determinacion del plomo sobre otro gramo de mineral. A este efecto, se ataca en una cápsula de

porcelana por el ácido nítrico y se evapora á sequedad en baño de arena. Se añade despues ácido sulfúrico diluido, se calienta ligeramente y filtra. Todo el plomo, convertido en sulfato, se encuentra en el residuo insoluble, por cuya razon, basta tratar dicho residuo por el tartrato básico de amoniaco y filtrar de nuevo para tener todo el sulfato de plomo disuelto y separado de los demás metales. Se precipita ahora por el ácido sulfúrico, se recoge en un filtro de peso conocido, se deseca á 100 grados y se pesa. El aumento de peso del filtro, corresponde al sulfato de plomo, del cual se deduce la cantidad de metal, pues 151 de sulfato, contienen 103 de plomo metálico.

No insistiremos sobre el análisis de los minerales de plata, pues repetimos, que bajo el punto de vista industrial, es completamente inútil.

Ensayos de los minerales de plata por vía humeda.
Gay-Lussac, ha dado un método para la valuacion volumétrica de la plata; pero su método es más aplicable para determinar la ley de las aleaciones monetarias, que para el ensayo de los minerales. Y con efecto; es indispensable la disolucion del mineral en ácido nítrico, y esto no es posible en ciertos minerales de plata, cual el cloruro, que se encuentra bastante esparcido en la naturaleza. Por otra parte, la cantidad de plata contenida en los minerales, es muy pequeña, lo que conduce á operaciones largas y complicadas, con el fin de tener una disolucion nítrica con la cantidad bastante para efectuar el dosado con exactitud. Por estas razones y por la sencillez con que estos ensayos se hacen por vía seca, el comercio no ha adoptado el método de Gay-Lussac, en uso en muchas fábricas de moneda, y por la misma razon, nos limitaremos á indicar la marcha

que debe seguirse en el ensayo de los minerales solubles en ácido nítrico.

Si á una disolucion de nitrato de plata se añade con una bureta, una de cloruro de sódio, la plata se precipita al estado de cloruro, el cual, muy pesado, se reúne prontamente, sobre todo en caliente, en el fondo del matrás y el líquido queda completamente claro. Despues de precipitada toda la plata, una gota de cloruro de sódio añadida, no produce nuevo enturbiamiento; éste es precisamente el carácter que indica el fin de la operacion.

Para preparar el líquido normal, se pesan 5,^{gr}417 de cloruro de sódio químicamente puro, que se disuelven en un litro de agua destilada. De este modo, cada centímetro cúbico de disolucion á la temperatura de 15 grados centígrados, corresponde á un centígramo de plata, cual puede comprobarse con facilidad por un cálculo de equivalentes. Pero como quiera que la temperatura á que se opera puede ser mayor ó menor de 15 grados, es conveniente graduar directamente la disolucion normal, cada vez que haya de operarse con ella.

A este efecto, se pesan 25 centígramos de plata pura que se disuelven en un matrás de fondo plano con veinte y cinco ó treinta centímetros cúbicos de ácido nítrico completamente puro, sobre todo, libre de ácido clorhídrico. Verificada la disolucion, se diluye con agua destilada hasta el volúmen de un cuarto de litro, y se vierte con la bureta veinte y cuatro centímetros cúbicos de disolucion de cloruro de sódio. Se espera entonces que el líquido que sobrenada al precipitado, esté completamente claro, conseguido lo cual, se va añadiendo más líquido normal por décimas de centímetro cúbico, esperando siempre que el liqui-

do quede trasparente de la adicion de una nueva décima, hasta que una gota añadida, no produzca nuevo enturbiamiento, lo cual conseguido, la operacion está terminada. Se lee en la bureta la cantidad de cloruro de sódio consumida, y si es de 25 centímetros cúbicos, se sabe que cada centímetro cúbico corresponde á un centígramo de plata; pero si es menor de 24,80, por ejemplo, la cantidad de plata precipitada por un centímetro cúbico, es de $\frac{24,80}{25} = 0,992$ solamente.

Para el ensayo de un mineral, que suponemos soluble, se ataca un gramo del mismo por ácido nítrico químicamente puro, se filtra despues de su completa disolución en un matrás de fondo plano y se añade agua hasta el volúmen de un cuarto de litro. Se vierte ahora con la bureta líquido normal de cloruro de sódio con las mismas precauciones indicadas en su graduacion, hasta que una gota no produce precipitado. Si para llegar á éste término se han gastado 13,70 centímetros cúbicos, la cantidad de plata es de $13,70 \cdot 0,992 = 13,59$ por ciento.

Ensayos por vía seca. El ensayo de los minerales argentíferos, consta de dos operaciones completamente distintas: 1.º Reunir toda la plata en un boton de plomo metálico. 2.º Copelacion de éste boton y pesada del ^{plata}plomo obtenido. La primera operacion varia necesariamente con la clase de mineral sobre que se opera y puede además hacerse por fusion ó escori-ficacion. En algunos casos particulares, como con la galena muy pura, es posible copelar directamente, sin necesidad de pasar por la primera operacion.

1.º *Obtencion de un boton de plomo con la plata del mineral que se ensaya.* Distinguiremos tres casos. Minerales de plata propiamente dichos. Minerales de plomo argentíferos. Minerales diversos, piritas, piri-

tas de cobre, minerales antimoniales, blendas, etc., etc.

Minerales de plata propiamente dichos. Como éstos minerales no contienen plomo, se les adiciona de un compuesto capaz de cedérselo, y éste es el litargirio ù óxido de plomo. Se mezcla una cantidad del mineral que se ensaya variable con su riqueza, desde cinco ó diez gramos, con diez gramos del litargirio y doble del fundente para los ensayos de los minerales de plomo, cuya proporcion se indica en el artículo correspondiente y se envuelve en una hoja de papel. Se coloca en un buen horno de tiro, un crisol de barro refractario y cuando su temperatura es del rojo, se introduce el cartucho con el mineral y fundente, cerrando el horno para elevar pronto la temperatura. La materia entra en fusion, se abre el horno, y se cuida de remover la masa fundida con un espeton de hierro, caso de que hinche mucho y amenace proyectarse fuera del crisol. Cuando la fusion es tranquila, se retira el crisol del horno y vierte su contenido en una lingotera de hierro de forma cónica, siguiendo las precauciones indicadas para los ensayos por vía seca de los minerales de plomo. Despues de frio, se separa con un martillo el boton de plomo de la escoria, se aplasta y lava con ácido clorhídrico diluido.

Minerales de plomo. Si son ricos, basta copelar el boton de plomo obtenido en su ensayo por vía seca. Pero cuando son ricos en plata y pobres en plomo (minerales de Sierra Almagrera por ejemplo) no se consigue reunir toda la plata en el boton de plomo. Por esta razon, conviene añadir una cierta cantidad de litargirio, á fin de que el plomo producido, en union del que ya tiene el mineral, arrastra toda la plata. La

obtención del plomo rico, se hace de la misma manera que anteriormente, mezclando con el doble ó triple de su peso de fundente de los ensayos de plomo y fundiéndolo todo en un crisol de barro, con idénticas precauciones.

Minerales piritosos, antimoniales, blendas, etc.
Como la presencia del antimonio, zinc, cobre etc., en el plomo que debe ^{copelarse} emplearse presente inconvenientes en la copelacion, de que nos ocupamos más adelante, debe procederse siempre con esta clase de minerales, por un sistema mixto, que permita privar al plomo rico, de la presencia de aquellos metales. A este efecto, se mezclan diez ó quince gramos del mineral, segun su riqueza probable en plata, con igual cantidad de litargirio, y se ataca todo en un gran matrás de vidrio, por agua régia en que predomine el ácido clorhídrico. Se calienta hasta que el residuo sea completamente blanco, en cuyo caso, prévia adición de ácido tártrico, si se trata de minerales que contienen antimonio, se diluye con agua hasta el volumen de un litro y se deja reposar 24 horas. El plomo disuelto cristaliza y arrastra consigo el cloruro de plata que pudiera estar disuelto á espensas de otros cloruros, y todo ello se reúne con el exceso de litargirio por atacar y residuo insoluble. Se filtra y lava el precipitado con agua destilada, primero por decantaciones sucesivas, y despues sobre el filtro mismo, hasta que una gota de las aguas de lavado se evaporen sin dejar residuo. Se deseca entonces el precipitado, se incinera el filtro á parte y cenizas y precipitado se mezclan con el doble de su peso del fundente ya indicado para los ensayos de los minerales de plomo. Dispuesto ya un buen crisol de barro refractario en un horno de tiro, y á la temperatura del rojo, se

introduce en un cartucho de papel la mezcla de mineral y fundente, se funde con las mismas precauciones indicadas para un ensayo de plomo por vía seca, y despues se retira el crisol, vierte su contenido en una lingotera, se separa el boton metálico resultante, que se lava bien con ácido clorhídrico diluido.

Escorificacion. Se puede reunir toda la plata del mineral que se examina, por otro método distinto de los expuestos, y que practicado con cuidado, proporciona resultados más satisfactorios. Consiste, en escorificar todas las gangas del mineral á la temperatura roja en una corriente de aire enérgica, por medio de bórax y del óxido de plomo.

A este efecto, se mezclan cinco gramos de mineral reducido á polvo fino, con diez de bórax y cincuenta de plomo granulado. El plomo debe estar libre de plata, y si la tuviere, seria preciso determinarla en un ensayo preliminar, para deducirla despues de la que rindiere el ensayo. La mezcla se coloca en una cápsula de barro refractario, llamada escorificadora, la cual á su vez lo es en una mufla calentada al rojo. Se cierra la puerta de ésta algunos minutos, y cuando se juzga que ha tomado la temperatura del rojo, se abre la puerta y deja libre acceso al aire. El plomo que se encuentra en gran cantidad, se apodera de la plata del mineral y el aire empieza la oxidacion del plomo. El óxido de plomo y el bórax en fusion, se apoderan de las gangas, que producen boro-silicatos fusibles, los cuales recubren el exceso de plomo metálico que contiene toda la plata. Cuando la escoria cubre el boton de plomo por completo, se retira la escorificadora de la mufla, se vierte su contenido en una lingotera cónica, y despues de frio, se separa con un martillo el boton de plomo de la escoria, el cual puede pasar á la copelacion.

La escorificacion tiene la ventaja de proporcionar siempre un boton de plomo suficientemente puro para poderse copelar sin dificultad alguna. En el caso de tratarse de minerales antimoniosos, tambien se puede obtener un boton de plomo sensiblemente puro, con tal de aumentar la proporcion de plomo y prolongar el período de oxidacion, lo bastante para que todo el antimonio se oxide. Por ésta razon, cuando se dispone de poco tiempo, es preferible emplear éste método, al que consiste en disolver el mineral con un exceso de litargirio, y fusion del residuo insoluble.

2.º *Copelacion.* Una vez obtenido por cualquiera de los métodos indicados, un boton de plomo conteniendo toda la plata del mineral, se procede á la separacion de ambos metales, por medio de la copelacion. Se funda ésta, en que semejante liga, expuesta á la accion oxidante de una corriente de aire á la temperatura roja, el plomo se oxida, lo que no ocurre con la plata. Si la liga en tales condiciones se encuentra en un vaso poroso, el óxido de plomo ó litargirio fundido, es absorbido por las paredes del vaso á medida que se forma, por consiguiente, no queda en él en definitiva, más que el boton de plata.

El vaso poroso que hemos indicado, se llama copela. Se las fabrica con huesos calcinados, de la manera siguiente:

Se comienza por pulverizar los huesos, lo más finamente posible, pasando el polvo por un tamiz muy tupido. Despues se humedece ligeramente el polvo con una disolucion bastante diluida de carbonato de potasa, de tal manera, que tomando un poco con la mano, toma la forma del puño. En éste estado, se comprime fuertemente en moldes de bronce especia-

les, que afectan la forma de la copela. Una vez ésta fabricada, se le deseca bien antes de hacer uso de ella.

Para hacer la copelacion, se caldea al rojo un horno de mufla. Se introduce en ésta la copela, y cuando tiene la temperatura del horno, se pone sobre ella el plomo, tapándose en seguida la puerta por algunos minutos, á fin de que el plomo funda y tome la temperatura de aquella. Pasado éste tiempo, se abre la puerta. La oxidacion comienza; el litargirio formado toma la fluidez necesaria para ser absorbido por la copela, en cuyo caso, se descubre el baño metálico brillante. A partir de éste punto, la operacion continúa con regularidad; el litargirio va siendo absorbido á medida que se produce, el boton metálico disminuye, y cuando casi todo el plomo está oxidado, gira sobre sí mismo, produce irisaciones cada vez más pronunciadas, hasta que se apaga de pronto. En éste caso, quedan todavía con la plata cantidades pequeñísimas de plomo, y bien pronto el boton de plata emite una luz muy viva, conocida con el nombre de relámpago, la cual, indica que las últimas porciones de plomo han sido oxidadas, y por tanto, que la operacion ha terminado. Se retira entonces despacio y con cuidado, la copela de la mufla, se deja enfriar y procede á pesar el boton de plata, operacion que se hace en una balanza sensible al diezmilígramo.

En el comercio se está en uso pagar la plata de los minerales por las onzas que del metal precioso contengan. Por ello, es preciso reducir el peso obtenido á onzas por quintal de mineral. Supongamos, por ejemplo, que el peso del boton de plata sea de 0,^{gr}0087, y que procede de cinco gramos de mineral. Como un quintal castellano contenga 46 kilogramos ó sean

46000 gramos, se averiguará el número de gramos de plata que tiene el quintal, por la proporción

$$5 : 0,0087 :: 46900 : x;$$

de donde $x = \frac{56000 \times 0,0087}{5} = 80,04$

Ahora bien; como una onza contiene 28,^{gr}75, los 80,04, responden á una cantidad de onzas representada por $\frac{80,04}{28,75} = 2,78$.

En una copelacion bien conducida, el boton de plata es redondeado, brillante, y adhiere ligeramente á la copela. Si contiene cobre, el boton es aplastado y de un aspecto característico. Suele á veces contener cantidades pequeñísimas de plomo; pero se le puede privar de ellas fácilmente, no retirando la copela de la mufla, sino algunos segundos despues de dar el relámpago. Esta refinacion del boton de plata no debe sin embargo aconsejarse, pues siendo sensiblemente volátil, las pérdidas de plata por éste concepto son mayores, que el error en más que pudiera producir la pequeñísima cantidad de plomo que retiene, en una operacion bien hecha.

La copelacion no da la totalidad de la plata contenida en el plomo. Y con efecto la volatilizacion del metal á una temperatura elevada, es causa de una pérdida apreciable, la cual solo puede atenuarse efectuando la operacion á la temperatura más baja posible y copelando cantidades de plomo que no excedan de diez gramos, pues la volatilizacion es proporcional al mayor tiempo empleado en la operacion y á la superficie del baño metálico. Otra causa de pérdida, es debida al arrastre de una cierta cantidad de plata por los litargirios, que la hacen pasar en los poros de la copela. Una prueba evidente de ésta causa de pérdi-

da, se tiene reduciendo el litargirio de que la copela está impregnada y copelando despues el plomo obtenido. Se la puede reducir á un mínimo, haciendo uso de copelas de una porosidad suficiente, solo para la absorcion del litargirio. No obstante cuantas precauciones se toman, las pérdidas siempre son sensibles y es muy difícil que diversos operadores, copelando la misma liga de plomo y de plata, lleguen á resultados rigurosamente concordantes. Se debe, por tanto, comprobar la operacion antes de dar los resultados, los cuales no pueden darse sin tener á lo menos dos copelaciones conformes, ó que no se diferencien á lo más, que en dos céntimos de onza. En el caso de una diferencia tan pequeña, no debe tomarse como ley la media de ambas, sino la más alta, pues repetimos, las pérdidas en plata siempre son bastante sensibles y el resultado más aproximado á la verdad, es el más alto.

Vários accidentes pueden presentarse durante el curso de una copelacion. Si la copela no tiene la conveniente temperatura, los primeros litargirios no adquieren la fluidez necesaria para ser absorbidos por ella. El baño metálico no se descubre, é imposibilita por tanto, el que la operacion continúe. En este caso, se puede colocar sobre el plomo un pedacito de papel de fumar ó un pequeñísimo tronco de carbon de madera, que por una parte reduce el litargirio formado, y por su combustion, eleva la temperatura lo bastante, para que el litargirio que se forma de nuevo, tome la fluidez necesaria. Si á pesar de ésto, el baño no se descubre, debe comenzarse la operacion, pues por lo general, se tienen fuertes pérdidas en plata. Cuando la copela no está completamente seca y retiene agua en su masa, si bien el plomo abre baño y empieza la

copelacion, al evaporarse el agua, atraviesa el metal fundido y proyecta parte de él fuera de la copela. La operacion está perdida en éste caso, y es preciso comenzarla de nuevo, y de aquí la necesidad de usar copelas completamente secas. A veces la copela se abre, y absorbe por tanto, una fuerte cantidad, en ocasiones, la total de la plata. Este accidente proviene, ya de copelas poco secas, ó ya de la presencia de una fuerte cantidad de antimonio en el plomo. Cuando semejante accidente se presenta, es preciso empezar la operacion, procurando usar una copela bien seca, ó de obtener un boton de plomo sin tan fuerte cantidad de antimonio.

La presencia de ciertos metales influye de una manera notable sobre el buen éxito de una copelacion. El hierro por ejemplo, que aunque no se alie directamente con el plomo, puede pasar en él asociado al arsénico y al antimonio, se oxida con preferencia, el plomo forma un anillo escoria^{do} al rededor de los bordes de la copela, y puede retener pequeños glóbulos de plomo, los cuales depositan un pequeñísimo boton de plata invisible, que produce una pérdida de metal precioso. Igual inconveniente presenta el antimonio y el arsénico, más grave aun, pues parte de ellos se volatilizan arrastrando una cantidad de plata nada despreciable. La copela, como hemos dicho en el párrafo anterior, se abre en este caso, si la cantidad de antimonio es algo considerable.

El zinc se oxida en parte, y parte se volatiliza al estado metálico. El óxido de zinc es arrastrado por el litargirio y carece de inconvenientes; pero el zinc que se volatiliza, arrastra consigo una cierta cantidad de metal precioso. El resultado final, es pues erróneo. El cobre se oxida y pasa con el litargirio en

la copela; pero cuando su proporcion es considerable, queda alguno en la plata. El peso de semejante boton, acusa un resultado superior á la verdad; pero se puede purificar envolviéndolo en una hoja de plomo pobre y copelándolo nuevamente. Por otra parte, fácil es apereibirse de que un boton de plata contiene cobre, por su aspecto, su color y forma aplastada.

Como la determinacion de la plata se hace concentrándola en un boton de plomo, que despues pasa á la copelacion, es preciso siempre estar en guardia con la cantidad de plata que contengan los litargirios y plomo granulado que se emplée. Por ello, es conveniente reducir igual cantidad de litargirio á la que se emplée en el ensayo y copelar su boton de plomo. La cantidad de plata que rinda, se sustrae de la que proporcione el ensayo.

Copelacion directa. Los sulfuros de plomo, de cobre y de plata, cuando están suficientemente puros, sin que sus gangas excedan de un cuatro á un cinco por ciento, pueden copelarse directamente sin necesidad de obtener un boton de plomo con toda la plata del mineral. Basta para ello pulverizar finamente la sustancia, envolver cinco gramos de la misma en una lámina de plomo pobre de diez á doce gramos de peso, cuidando que no haya pérdidas de polvo, y colocarlos en una copela en el interior de la mufla enrojecida. Se tapa la mufla con carbones encendidos, y de este modo, la temperatura del mineral se eleva prontamente. Despues de cuatro ó cinco minutos, se retiran los carbones y se deja libre acceso al aire. En la primera parte de la operacion, el plomo se une á casi toda la plata, y por el contacto del aire, los sulfuros de plomo ó de cobre se tuestan, parte se reducen á óxidos con desprendimiento de

ácido sulfúroso, y parte pasan á sulfatos. Tanto los óxidos como los sulfatos, son arrastrados por el litargirio en la copela, el baño metálico se abre y la copelacion se continúa como de ordinario.

Es de notar, que por éste método, la copelacion del sulfuro de cobre se hace de una manera mucho más fácil que la de una liga de cobre y de plata, lo cual fácilmente se concibe, pues la plata se combina desde el primer momento con el plomo y el óxido de cobre producido por la tostacion, no reduciéndose al estado metálico, sino siendo arrastrado por el litargirio, no puede de manera alguna formar una aleacion de cobre y plata.

La copelacion directa de estos sulfuros, da por lo general un rendimiento en plata superior á los que se obtienen, produciendo previamente un boton de plomo con toda la plata del mineral. La razon de esto se concibe; pues la operacion primera siempre trae consigo, no obstante cuantas precauciones se tomen, alguna pérdida en metal precioso.

XV.

Minerales de Oro.

Diversos minerales metálicos conteniendo plata, suelen á veces contener también pequeñas cantidades de oro. Tales son, por ejemplo, los minerales de cobre, las galenas, las piritas de hierro, sulfuro de antimonio, y más raras veces la blenda. En todos éstos minerales, el oro siempre acompaña á la plata; por tanto, basta efectuar el ensayo por plata y buscar en el boton proporcionado por la copelacion, la cantidad de oro que pudiera contener; pero es preciso

tener en cuenta, que cuando se trata de ensayar éstos minerales para buscar el oro, no es posible emplear el sistema mixto de ataque preliminar por el agua régia, antes de la fusion, para obtener el boton de plomo rico en el metal precioso. Con efecto; el oro se disuelve fácilmente en el agua régia, y no quedaria en el residuo insoluble que debe fundirse despues. Por tanto, el método que debe seguirse, es la fusion con litargirio solamente, ó bien la escori-ficacion, si se trata de minerales cuprosos ó antimoniales que darian despues por la simple fusion con el litargirio, un boton de plomo de difícil copelacion.

El verdadero mineral de oro, es el oro nativo. Se le encuentra diseminado en rocas cuarzosas y en aluviones antiguos procedentes de la descomposcion y arrastre de éstas rocas, y en los aluviones modernos de algunos rios. Su análisis es conveniente por lo general, pues contienen plata y pequeñas cantidades de cobre y de hierro. Se le efectúa de la manera siguiente:

Supongamos que la proporcion de plata que contenga el oro no excede del siete al ocho por ciento. Se ataca por el agua régia un gramo de oro, y se calienta al calor de una lámpara de espíritu de vino, hasta que la disolucion de los metales oro, hierro y cobre sea completa, lo que se conoce porque el residuo insoluble, es completamente blanco. En este caso, se diluye con agua destilada, se filtra en uno cuyo peso se conozca, se lava bien, y despues se seca á 100 grados y se pesa. El aumento de peso del filtro se debe al cloruro de plata, del cual se deduce la plata metálica, pues á 143,50 de cloruro, corresponden 108 de metal precioso.

La disolucion que contiene los demás metales, se

neutraliza por el amoníaco y se le añade un exceso de sulfuro de amonio. Los sulfuros de cobre y de hierro son precipitados, y el del oro queda disuelto al estado de sulfosal. Una filtración y un lavado con agua caliente que contenga un poco de sulfuro de amonio, permite la separación completa, y una vez conseguida, se disuelven de nuevo en el agua régia los sulfuros de hierro y de cobre que se encuentran en el filtro. Ambos metales se separan en seguida haciendo pasar hasta saturación una corriente de gas hidrógeno sulfurado, que solamente precipita el cobre. Se filtra, lava con agua que contenga gas hidrógeno sulfurado en disolución, para evitar la oxidación parcial del sulfuro de cobre por el oxígeno del aire, y después se deseca á 100 grados. Ya seco, se separa lo mejor posible del filtro, se incinera éste, y cenizas y precipitado se calcinan con un poco de azufre en un crisol de porcelana, al calor rojo de una lámpara de doble corriente de aire. Después de frío, se pesa, y del aumento de peso del crisol, deducidas las cenizas del filtro, debido al subsulfuro de cobre, se deduce la cantidad de cobre, pues 79,40 de aquel, contienen 63,40 de metal.

El hierro disuelto, se peroxida añadiendo unas gotas de ácido nítrico y haciéndolo hervir, y después se precipita con un exceso de amoníaco. El peróxido de hierro se recoge en un filtro, lava bien, deseca á 100 grados, incinera el filtro, calcina todo en crisol de platino y se pesa. Deduciendo de éste peso el del crisol y el de las cenizas del filtro, se tiene el del peróxido, que si lo designamos por P, como el equivalente del peróxido es 80. y contiene 56 de hierro metálico, se tiene la proporción

$$80 : 56 :: P : x; \text{ de donde } x = \frac{56P}{80}$$

La sulfosal de oro que tenemos en disolucion, se descompone haciéndola hervir con un exceso de agua régia. Se filtra para separar el azufre precipitado y se hace hervir de nuevo añadiendo de vez en cuando unas gotas de ácido clorhídrico, hasta espulsion completa del nítrico, lo que se conoce por cesar de desprenderse vapores nitrosos. Despues se diluye con agua destilada, se le añade un exceso de sulfato ferroso, y se deja reposar veinte y cuatro horas. El oro se precipita al estado metálico bajo la forma de un polvo oscuro, que se recoge sobre un filtro de peso conocido, se deseca á 100 grados y se pesa. Deduciendo el peso del filtro, se tiene el del oro metálico.

Si la plata se encuentra en fuerte proporcion, es difícil conseguir el ataque completo por el agua régia. En este caso, es más conveniente efectuar el análisis sólo bajo el punto de vista del hierro y del cobre, y determinar los metales preciosos por vía seca, siguiendo la marcha que vamos á indicar.

Ensayos por vía seca. Como hemos dicho, los minerales metálicos que contienen pequeñas cantidades de oro, se ensayan fundiéndolos con litargirio, á fin de obtener un boton de plomo que arrastre todo el oro y la plata de los mismos, el cual se copela despues. Si se trata de aluviones que contienen oro, conviene empezar por separar mecánicamente y por medio de lavados, la mayor parte de las materias estériles, salvo referir despues al peso total del oro encontrado, y se funden luego como de ordinario, con un exceso de litargirio. En todos los casos, se obtiene un boton de plomo, con el oro y plata del mineral.

Cuando hay que ensayar una muestra de oro nativo, como la separacion final del oro y de la plata se hace difícilmente si no contiene la liga por lo menos,

cuatro veces más plata que oro, se añade á medio gramo de oro nativo, dos gramos de plata pura, se envuelve todo en una lámina de plomo pobre y se cope-la. En el boton metálico despues de pesado, se procede á la separacion de ambos metales, por el método siguiente:

Se lamina el boton en una cinta por medio de un pequeño laminador. Se arrolla en hélice, se pone en un matrás con un exceso de ácido nítrico y se calienta hasta disolucion completa de la plata. Conseguido esto, se decanta, lava bien el oro que conserva la forma de hélice, por decantaciones sucesivas, se seca despues y se pesa. El peso indicado da el del oro de la liga.

Si del peso del boton de oro y plata se deducen, primero, los dos gramos de plata fina y despues el peso del oro, se tiene el de la plata por diferencia.

En el ensayo para oro de los minerales metálicos que lo contienen, tambien se obtiene por lo general un boton compuesto de oro y de plata. La separacion se hace entonces de la manera que acabamos de indicar.

Por último; tambien en éstos minerales se está en uso en el comercio, de referir su tenor á onzas y céntimos de ozas por quintal de mineral, y el cálculo para conseguirlo, es idéntico al que hemos expuesto en el artículo *Minerales de plata*.

XVI.

Minerales de Platino.

El mineral de platino que se encuentra en la naturaleza, es el platino nativo, mezclado de otros meta-

les, cuales son, el iridio, osmiuro de iridio, paladio, oro, rodio, hierro y cobre, y de una ganga compuesta de hierro titanado, hierro cromado, zircona y cuarzo. El análisis del mineral de platino, el más complicado que puede presentarse, ha sido objeto de investigaciones especiales por parte de vários químicos eminentes, entre los cuales deberemos citar á Berzelius, Claus, y últimamente á Deville y Debray, que han dado el método menos complicado y más exacto, por cuya razon, lo vamos á exponer.

Para determinar la ganga de cuarzo, hierros cromado y titanado y zircona, se comienza por barnizar, fundiendo en él un poco de bórax, un crisol de barro refractario de buena calidad. Conseguido esto, se ponen en el crisol siete ú ocho gramos de plata pura, dos gramos del mineral de platino pesados de la parte que se juzga que representa bien el término medio de la muestra que se ensaya, y finalmente, se cubre con diez gramos de bórax fundido. Así las cosas, se coloca el crisol en un horno de tiro, y se eleva la temperatura á un punto superior al de la fusion de la plata, teniendo cuidado de agitar la masa fundida con un tubo de tierra refractaria. Cuando la fusion es completa, se aparta el crisol, se deja enfriar, y despues de frio se rompe, se separa la ganga del boton metálico, que se lava, deseca, calcina al rojo oscuro y se pesa. El peso del boton representa el de la plata empleada, más el platino y los metales que le acompañan, más el osmiuro de iridio, menos la ganga, cuarzo, zircona, hierro cromado é hierro titanado. Luego, si del peso de la plata y de los dos gramos de mineral se resta el obtenido por la pesada del boton metálico, la diferencia da á conocer el peso de la ganga. Como se han tomado dos gramos, la

mitad de ésta diferencia es el tanto por ciento de gangas que contiene el mineral sobre que se experimenta.

Para determinar los metales, se pesan otros dos gramos de mineral con el mayor cuidado posible, se colocan en un matrás y se atacan por el agua régia á la temperatura de 70 grados centígrados, cuidando sostenerle hasta que se juzgue que la disolución de los metales solubles es completa. Conseguído esto, se decanta la parte líquida con cuidado y se hace digerir la insoluble con una nueva cantidad de agua régia. Si ésta no se colora, se está seguro del ataque completo del mineral. En este caso, se decanta de nuevo, lava por decantaciones sucesivas, se recibe el residuo insoluble en una pequeña cápsula tarada, donde se deseca á 100 grados y se pesa. El aumento de peso de la cápsula, representa la ganga del mineral, más el osmiuro de iridio, y como quiera que por la operación anterior se determinó la cantidad de ganga, es evidente, que la diferencia entre aquella cantidad y el peso actual, es el del osmiuro de iridio, cuya mitad, puesto que se opera sobre dos gramos, representa el tanto por ciento que tiene el mineral del espresado compuesto.

Los líquidos decantados, contienen en disolución todos los demás metales. Se les evapora hasta sequedad á la temperatura de 100 grados centígrados, y despues se disuelve el residuo en la menor cantidad de agua posible. Si la disolución no es completa, es preciso añadir una nueva cantidad de agua régia y evaporar otra vez. Conseguída la disolución en el agua, se adiciona del doble de su volúmen de alcohol puro, se añade un exceso de cloruro de amonio en cristales, se calienta ligeramente para que éstos se

disuelvan, y despues se abandona todo al reposo por espacio de veinte y cuatro horas. Se precipitan de este modo la casi totalidad del platino y del iridio al estado de cloruros dobles de platino y de amonio, y de iridio y de amonio. Se recoge el precipitado sobre un filtro donde se lava con el alcohol á 75 grados, y despues, se deseca; se coloca el filtro con su contenido en un crisol de platino tapado con su cubierta, el cual se calienta lentamente, y cuando el papel se carboniza, se destapa el crisol y calienta más fuertemente hasta incineracion completa del filtro. Las sales dobles se descomponen y quedan como resíduos los metales; pero puesto que puede formarse un poco de óxido de iridio, es conveniente introducir un pequeño trozo de papel impregnado de esencia de trementina y calcinar. De éste modo, el óxido de iridio es reducido al estado metálico y expulsadas trazas de osmio, caso de existir. Por último; se calcinan ambos metales fuertemente al rojo blanco, y se pesan en conjunto. Anotado su peso, se tratan en un matrás por agua régia diluida de cuatro á cinco veces su volúmen de agua, á fin de disolver el platino, y dejar como resíduo el iridio, que no es soluble en el agua régia diluida. Se conoce que la disolucion es completa, decantando, añadiendo nueva cantidad de agua régia diluida y viendo si se colora. Si ésto no tiene lugar, se lava por decantaciones el iridio insoluble, se trasvasa á una cápsula, tarada, y se conserva para determinar despues su peso.

El líquido de que se han separado los cloruros dobles de platino y de amonio, y de iridio y de amonio, se evapora hasta que cristalice la mayor parte del cloruro de amonio. Despues de frio, se filtra. Por lo general, queda en el filtro una pequeña cantidad de una

sal violeta pronunciada, que es el doble cloruro de iridio y de amonio, con mezcla de la sal correspondiente de platino. Se trata este precipitado siguiendo la marcha anterior. Se pesan en conjunto el platino é iridio, cuyo peso se añade al anterior, y despues se separan ambos metales por el agua régia. El iridio resultante se añade al que tenia antes, y se pesa todo. Defalcando del peso del platino é iridio ya determinado, el del iridio que se acaba de determinar, por diferencia se tiene el del platino. El contenido por ciento del mineral, tanto en platino como en iridio, es la mitad de los pesos obtenidos, toda la vez que se opera sobre dos gramos.

Separados de la disolucion el platino y el iridio, se calienta ésta ligeramente para expulsar el alcohol, despues se añade ácido nítrico y se calienta, con objeto de descomponer el cloruro de amonio en ácido clorhídrico y nitrógeno que se desprende, conseguido lo cual, se evapora hasta sequedad. El residuo de la evaporacion, trasportado á un crisol de porcelana, se humedece con unas gotas de sulfuro de amonio y se le añaden dos ó tres gramos de azufre en polvo. El crisol de porcelana se coloca en otro de barro refractario, se introducen entre los dos carbon de madera, se tapa el crisol de barro y se coloca en un horno de tiro que se llena de carbon. Se da fuego á la parte superior con el fin de que la temperatura se eleve paulatinamente y se calienta despues hasta el rojo vivo, conseguido lo cual, se saca el crisol del horno y se deja enfriar.

El residuo de la calcinacion esta compuesto de paladio metálico, de sulfuros de hierro y de cobre, y de oro y de rodio metálico. El paladio, cobre é hierro, se disuelven con ácido nítrico concentrado, cuidando

calentar á 70 grados, y por decantaciones y lavados sucesivos, se les separa del rodio y del oro. Estos últimos se trasladan á un crisol de porcelana, se desecan y pesan. Se trata despues en el mismo crisol por agua régia diluida, que disuelve el oro y deja el rodio insoluble, que separado por decantaciones y lavados sucesivos, se deseca, calcina y pesa de nuevo. Este peso hace conocer la cantidad de rodio, y restado del que se obtuvo para el rodio y oro, la diferencia corresponde á éste último metal. Ambos pesos corresponden á dos gramos de mineral, por consiguiente, su mitad es el tanto por ciento.

La disolucion nítrica que contiene paladio, hierro y cobre, se evapora hasta sequedad y calcina á la temperatura de la fusion del zinc. De este modo, el paladio se reduce al estado metálico, y el hierro y cobre se transforman en óxidos, en cuyo estado, si se trata por el ácido clorhídrico diluido, se consigue la disolucion de dichos óxidos, y queda como residuo el paladio. Separados por decantaciones, se deseca el paladio, calcina y pesa. La mitad del peso obtenido, es el tanto por ciento de paladio que el mineral contiene.

La disolucion de los cloruros de cobre y de hierro, se evoporan hasta sequedad á la temperatura de 100 grados. Se trata despues por el amoniaco que disuelve todo el cloruro de hierro, y deja el hierro, que se separa por filtracion. El filtro que contiene el sesqui-óxido de hierro, se deseca, incinera, calcina y pesa. De su peso se deduce la cantidad de hierro metálico, puesto que á 80 de peróxido, corresponden 56 de hierro, y del peso de hierro obtenido, se toma la mitad para tener el tanto por ciento.

Por último; la disolucion amoniacal de cobre, se evapora hasta sequedad, se añade un poco de ácido

nítrico, se evapora de nuevo y calcina fuertemente al rojo. Queda como residuo el óxido cúprico, que pesado, da la cantidad de cobre, y en efecto; 39,70 de óxido, contienen 31,70 de cobre metálico. Su mitad, es el tanto por ciento correspondiente al mineral que se examina, toda la vez que se ha operado sobre dos gramos.

No se conoce hasta hoy un método rápido y expedito que permita apreciar la cantidad de platino solamente que contiene el platino nativo. Por esta razón, es indispensable, cuando se tenga necesidad de examinar éstos minerales, seguir la marcha que Deville y Debray han trazado, única que permite obtener un resultado satisfactorio en el menor tiempo posible.

mineral, se evaporó de nuevo y en forma de vapor de agua.
Queda como residuo el óxido cúprico, que pesa:
de la cantidad de cobre, y en efecto: 33,70 de
óxido, contiene 31,70 de cobre metálico. Su valor
es el mismo por tanto correspondiente al mineral que
se examinó, toda la vez que se ha operado sobre dos
gramos.

No se conoce hasta hoy un método rápido y exacto
para apreciar la cantidad de platino soluble
que contiene el platino nativo. Por esta razón,
es indispensable, cuando se tenga necesidad de examinar
estos minerales, según la marcha que Deville
y Leprieux han trazado, única que permite obtener un
resultado satisfactorio en el menor tiempo posible.

Se sabe ya que el platino soluble en agua se separa
de los minerales por el ácido nítrico, y que el residuo
insoluble en este ácido, se separa por el ácido clorhídrico.
El ácido nítrico, al ser aplicado a los minerales, los
ataca y los disuelve, y el platino soluble en agua se
separa de ellos. El residuo insoluble en este ácido,
se separa por el ácido clorhídrico.

El ácido nítrico, al ser aplicado a los minerales, los
ataca y los disuelve, y el platino soluble en agua se
separa de ellos. El residuo insoluble en este ácido,
se separa por el ácido clorhídrico. El ácido nítrico,
al ser aplicado a los minerales, los ataca y los disuelve,
y el platino soluble en agua se separa de ellos. El
residuo insoluble en este ácido, se separa por el ácido
clorhídrico. El ácido nítrico, al ser aplicado a los
minerales, los ataca y los disuelve, y el platino soluble
en agua se separa de ellos. El residuo insoluble en
este ácido, se separa por el ácido clorhídrico.

El ácido nítrico, al ser aplicado a los minerales, los
ataca y los disuelve, y el platino soluble en agua se
separa de ellos. El residuo insoluble en este ácido,
se separa por el ácido clorhídrico.

APÉNDICE.

Reactivos empleados en el análisis.

No es posible responder de la exactitud de un análisis químico, si no se emplean reactivos suficientemente puros. El comercio los proporciona ya hoy, sino todos, la mayor parte de los necesarios; pero es preciso siempre, antes de proceder á su empleo, cerciorarse de su pureza. Indicaremos, en su consecuencia, los medios que deben ponerse en juego para conseguirlo, como tambien la preparacion de algunos que dificilmente pueden encontrarse en las fábricas de productos químicos, y á este efecto, los examinaremos todos sucesivamente.

Agua. Se usa el agua destilada, la cual debe evaporarse en una lámina de platino sin dejar residuo. La destilacion se hace en un alambique de cobre con serpentín condensador de zinc y construido de modo que no contenga soldadura alguna en que entre plomo. De lo contrario, el agua pura disolveria una cierta cantidad de óxido de plomo, que se reconoce fácilmente por la adición de un sulfuro alcalino, que daria lugar á la formacion de sulfuro de plomo.

mo negro. Tampoco debe hacerse la destilacion en aparato de vidrio, pues en este caso, puede contener pequeñas cantidades de silicatos alcalinos, que se evidencian, por el residuo fijo que tal agua destilada deja por la evaporacion en una lámina de platino.

Cuando el agua comun que se ha de destilar contiene cloruro de magnesio, el vapor de agua descompone ésta con formacion de magnesia y ácido clorhídrico. Este último pasa con el vapor de agua y lo impurifica. Semejante agua destilada no puede emplearse en muchos casos, sobre todo, si se analizan compuestos de plata, toda la vez que produciria la precipitacion de una cierta cantidad de éste metal, al estado de cloruro. Se consigue tener agua pura, añadiendo en el alambique una poca de cal, que forma con el ácido clorhídrico cloruro de calcio fijo, y regenera el agua descompuesta. Con las aguas de Cartagena debe tomarse ésta precaucion, pues casi todas ellas contienen cloruro de magnesio.

El agua se emplea en el análisis como disolvente, para reconocer ciertas disoluciones metálicas, tales como las de antimonio y bismuto, y finalmente, para diluir disoluciones.

Alcohol. El alcohol del comercio, raramente está puro y suficientemente concentrado. De un color amarillento, debido á la presencia de sustancias orgánicas empireumáticas, contiene siempre una gran cantidad de agua. En este estado, se emplea como combustible para alimentar las lámparas de espíritu de vino; pero para ciertos usos analíticos, es indispensable tenerlo de una pureza y concentracion suficiente. Se consiguen ambas cosas, rectificándolo dos ó tres veces sobre cal cáustica. Para ello, se pone la cal en fragmentos, en un gran balon de vidrio, se aña-

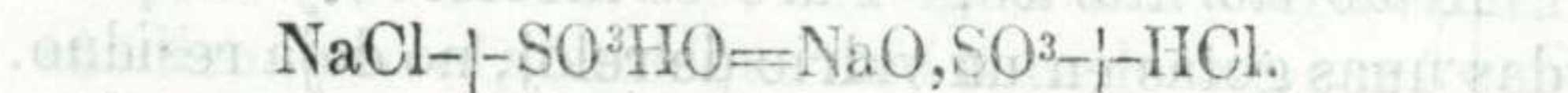
de despues el alcohol, se esperan veinte y cuatro horas y se destila, recibiendo el destilado en un frasco de vidrio. Si una primera destilacion no lo hace subir á 95 grados del alcoholómetro de Gay-Lussac, se rectifica una segunda y tercera vez, hasta conseguir la concentracion indicada. Ya en éste estado, puede emplearse en el análisis mineral, pues el orgánico, exige á veces alcohol anhidro.

Se emplea el alcohol, además de combustible, para la precipitacion de ciertas combinaciones metálicas que son más insolubles en este vehiculo que en el agua, tales como por ejemplo, el sulfato de plomo, cloruro platínico-amónico, etc., etc.

Acido clorhídrico. Puro es incoloro, y evaporadas unas gotas en un vidrio de reloj, no deja residuo. El del comercio puede contener hierro, ácido sulfúrico, cloro libre, un poco de arsénico, si se ha empleado en su preparacion el ácido sulfúrico arsenical, y además, las impurezas del agua comun en que se recoge. Para reconocer la presencia del hierro que les comunica un color amarillo, basta añadir unas gotas de sulfocianuro de potasio, que le comunica un color rojo de sangre por pequeñas cantidades de hierro que tenga en disolucion. Pero como éste reactivo, solo acusa la presencia del hierro al máximo de oxidacion, es conveniente, antes de añadirlo, tratar el ácido sospechoso por unas gotas de ácido nítrico, que lo peroxida. El ácido sulfúrico se reconoce por la adicion de unas gotas de cloruro de bario, que forma un precipitado blanco de sulfato de barita, cuando aquel existe. El arsénico, se pone de manifiesto, empleando el aparato de Marhs. Para reconocer el cloro libre, se añaden unas gotas de engrudo de almidon y de ioduro de potasio, pues en caso de que

lo haya, el cloro pone en libertad una cantidad equivalente de iodo, que colora la masa en azul, por la formación del ioduro de almidón. Por último, si todos estos reactivos no acusan la presencia de los cuerpos citados y la evaporación sin embargo, deja un residuo, es indicio seguro de que se ha recogido en agua común, y contiene por consiguiente, las impurezas del agua, sales alcalinas y de cal y magnesia generalmente.

Cuando en el comercio no se encuentra un ácido clorhídrico puro, es mejor que purificarlo, prepararlo directamente por medio de la sal común y del ácido sulfúrico, pues se tiene, que;



Esta preparación está descrita en todos los tratados de química, por cuya razón, nos dispensamos explicarla ahora; solo debemos advertir, que la sal empleada, debe serlo después de fundida para evitar la presencia de materias orgánicas en el ácido, que á más de comunicarle un color amarillento, imposibilita su empleo en algunos casos.

El ácido clorhídrico sirve en análisis para disolver la mayor parte de los minerales metálicos, acidular las disoluciones y precipitar ciertos metales, como la plata por ejemplo, que da lugar á la formación de cloruro de plata insoluble.

Acido nítrico. Se usa el ácido nítrico ordinario vulgarmente llamado agua fuerte, y el concentrado ó ácido nítrico humeante. El primero se encuentra con facilidad en el comercio, de una pureza completa, lo que se reconoce porque evaporado en un vidrio de reloj, no deja residuo. Cuando en vez de ser in-

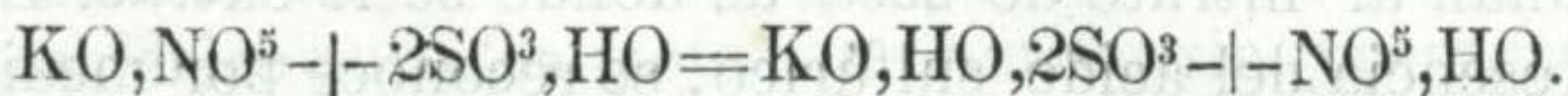
coloro presenta un color amarillo, puede proceder éste ó de la presencia del hierro ó de la de grados inferiores de oxidacion del nitrógeno, diferenciándose ambos casos por el sulfocianuro de potasio, que da una coloracion roja de sangre cuando se añade al ácido diluido con agua, en caso de contener hierro. Cuando el ácido del comercio no está puro, contiene siempre ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, procedente éste de la descomposicion de los cloruros que acompañan al nitrato de sosa de donde se le extrae. La presencia del ácido sulfúrico, se reconoce por medio del nitrato de barita, que produce un precipitado blanco pesado en sulfato de barita, y la del ácido clorhídrico, por el nitrato de plata que da lugar á la formacion de un precipitado blanco grumoso que oscurece por la accion de la luz.

El ácido nítrico impuro del comercio, se purifica fácilmente, destilándolo en una retorta de vidrio, prévia la adicion de un poco de nitrato de barita que retiene el ácido sulfúrico, y de nitrato de plata que fija el ácido clorhídrico. En ambos casos, se pone en libertad una cantidad de ácido nítrico equivalente á los de ácido sulfúrico y ácido clorhídrico combinados respectivamente con la barita y la plata. El uso del nitrato de plomo en vez del de plata, aconsejado por algunos químicos, no lo creemos conveniente, pues siempre pasan en éste caso pequeñas cantidades de ácido clorhídrico, que se reconocen despues por la adicion del nitrato de plata.

La presencia de los vapores nitrosos, no tiene inconveniente alguno en el análisis mineral, y á veces es conveniente, sobre todo, cuando se usa para la dissolution de metales, como el cobre por ejemplo.

El ácido nítrico humeante, es más difícil procu-

rárselo en el comercio, y sobre todo, de una pureza suficiente; por cuya razón, es mejor prepararlo en el laboratorio por medio del nitrato de potasa y ácido sulfúrico concentrado. A este efecto, se mezclan partes iguales de dichos compuestos, y se destilan en una retorta de vidrio, recibiendo los productos de la destilación en un balón de la misma materia convenientemente enfriado. La reacción que tiene lugar, es la siguiente:



No conviene emplear un solo equivalente de ácido sulfúrico, pues en éste caso, para que la descomposición del nitro sea completa, se necesita elevar la temperatura hasta el punto de descomponer el ácido nítrico puesto en libertad. Por último; el ácido nítrico obtenido, se purifica destilándolo nuevamente en presencia de los nitratos de barita y de plata.

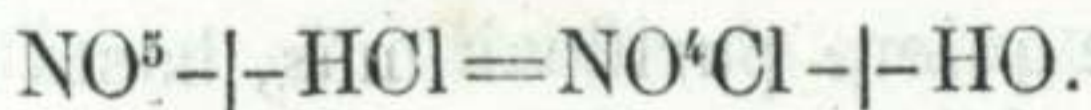
Los detalles de esta preparación, se encuentran en todos los tratados de química.

El ácido nítrico ordinario, sirve como disolvente en el caso de que, por razones especiales, no puede emplearse el ácido clorhídrico. Se usa también como oxidante para peroxidar ciertos compuestos como los del hierro, por ejemplo. El humeante se emplea para oxidar energicamente ciertos compuestos como el sulfuro de antimonio, que por medio de él y de una elevada temperatura, se convierte en antimoniato de óxido de antimonio.

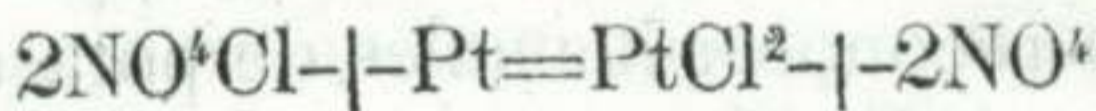
Agua régia. Recibe éste nombre una mezcla de ácido clorhídrico y de ácido nítrico. Sus proporciones varían con el uso á que se le destina; pero por lo general, se forma con dos partes de ácido clorhídrico y

una de ácido nítrico. El agua régia se usa como disolvente y como oxidante enérgico.

Para explicar la acción del agua régia, algunos químicos consideran que en ella existe el cloruro de un radical compuesto llamado nitrilo, y que se forma del modo siguiente:



El cloruro de nitrilo en presencia de un metal, produce un cloruro metálico con desprendimiento del radical nitrilo



Acido sulfúrico. Las impurezas que generalmente contiene, son sulfato de plomo, arsénico, si procede de las piritas y materias orgánicas. Si no se puede procurar puro en el comercio, es preciso purificarlo para que sirva en el análisis. A este efecto, se diluye con cuatro ó cinco veces su peso de agua, y de este modo, el sulfato de plomo que es insoluble en el ácido diluido, se precipita por completo. Después se hace pasar hasta saturación una corriente de gas hidrógeno sulfurado, que precipita el arsénico al estado de sulfuro. Se decanta el ácido claro, se concentra en una cápsula de porcelana hasta que empiecen á desprenderse vapores de ácido sulfúrico, en cuyo caso, se trasvasa á una retorta y se destila en una regilla anular, á fin de que no se caliente el fondo de la retorta. Si esto ocurre, la gran densidad del ácido rompería la retorta, en el movimiento de ebullición del líquido. Esta destilación es preciso hacerla con precauciones, las cuales están consignadas en todos los tratados de química.

El ácido sulfúrico diluido, sirve en el análisis para precipitar ciertos compuestos, como los de plomo y de bario, y tambien aunque más raramente, como disolvente. Se usa para la preparacion del hidrógeno sulfurado, desecacion de ciertos cuerpos, etc.

Acido tártrico. Se le encuentra en el comercio en cristales blancos voluminosos de una pureza suficiente. Si se quiere purificar más, basta disolverlo y cristalizarlo de nuevo. En el análisis se usa en disolucion, la cual debe prepararse en el acto de necesitarla, pues la disolucion de ácido tártrico enmohece si se le conserva largo tiempo.

El ácido tártrico, sirve en análisis, ya como precipitante para reconocer las sales de potasa, por ejemplo, ó ya para evitar la precipitacion de ciertos metales como el antimonio, hierro, etc., etc.

Acido acético. El del comercio, generalmente está impuro por materias orgánicas empireumáticas. Destilaciones fraccionadas y sucesivas, lo purifican y concentran convenientemente.

Se usa en análisis para precipitar ciertos compuestos, que son más insolubles en éste vehículo que en otros, como por ejemplo, el cromato de plomo, y para acidular disoluciones en que se quiere precipitar el zinc por el hidrógeno sulfurado, en presencia de metales del tercer grupo.

Acido oxálico. Se le encuentra sensiblemente puro en el comercio, y se purifica por completo disolviéndolo en agua destilada, filtrando y cristalizándolo de nuevo. Esto es más económico que prepararlo directamente; lo cual se consigue con facilidad tratando azucar por ácido nítrico diluido y calentando. La reaccion es muy enérgica, y cuando termina, se deja enfriar para que cristalice. Despues, basta disol-

ver nuevamente los cristales y volverlos á cristalizar para tenerle puro.

El ácido oxálico sirve para ensayar manganesos por el método de Will y Fresenius, precipitar la cal, etc., etc.

Acido hidro-fluosilícico. No se encuentra de ordinario en el comercio, por cuya razon, es indispensable prepararlo en el laboratorio. Se consigue fácilmente, poniendo en un matrás de vidrio una mezcla en partes iguales de espato fluor y de arena, y añadiendo seis veces su peso de ácido sulfúrico. Se tapa el matrás con un corcho atravesado por un tubo de desprendimiento y otro de seguridad, yendo el primero á sumergirse en una copa que tiene mercurio en el fondo y en el resto agua destilada. Calentando el matrás, se desprende gas fluoruro de silicio, el cual, en presencia del agua se descompone en sílice gelatinosa y en ácido hidrofúosilícico que queda en disolucion.

Se filtra y concentra el líquido, y se tiene de este modo el reactivo, el cual sirve en análisis cualitativo, sobre todo, para distinguir las disoluciones de potasa de las de sosa.

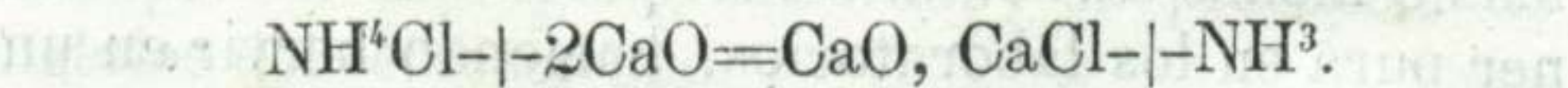
Potasa cáustica. La del comercio, siempre está más ó menos carbonatada. Se puede fácilmente obtener pura en los laboratorios, haciendo hervir en un perol de hierro una disolucion de carbonato de potasa y añadiendo una lechada de cal, hasta tanto, que una porcion del líquido decantada no dé efervescencia con los ácidos, ni precipite el agua de cal. Llegado éste caso, se decanta y evapora la disolucion clara en un perol de hierro. Para purificarla ahora, se disuelve en alcohol, se decanta, destila la disolucion alcohólica hasta sus dos tercios para reco-

ger éste líquido, y el resto se evapora hasta sequedad en una cápsula de plata. Se funde por último en la cápsula misma, y se tiene de este modo la potasa pura, llamada potasa al alcohol.

La disolución de potasa sirve para precipitar óxidos metálicos y hacer algunas separaciones como la del hierro y la alúmina, pues el peróxido de hierro se precipita, mientras que la alúmina queda disuelta.

Sosa cáustica. Se prepara en los laboratorios con el carbonato de sosa del comercio, de la misma manera que la potasa. Su principal uso consiste en la preparación del sulfuro de sodio, reactivo muy empleado hoy para la determinación del zinc por el método de Schaffner.

Amoniaco. El comercio lo presenta hoy bastante puro. Se puede preparar con facilidad, mezclado íntimamente en un mortero de porcelana, cloruro de amonio en polvo, con hidrato de cal, colocando la mezcla en un matrás de vidrio, tapado con su corcho atravesado por un tubo de vidrio encorvado dos veces en ángulo recto, que va á sumergirse en un frasco lavador que está en comunicación con otro frasco que contiene agua destilada, y donde se disuelve el gas. La reacción que tiene lugar es la siguiente:



El amoniaco es de un uso muy frecuente en los laboratorios, ya para neutralizar disoluciones ácidas, ya para la precipitación de óxidos metálicos, ya, finalmente, para ciertas separaciones, como las del hierro y zinc, por ejemplo.

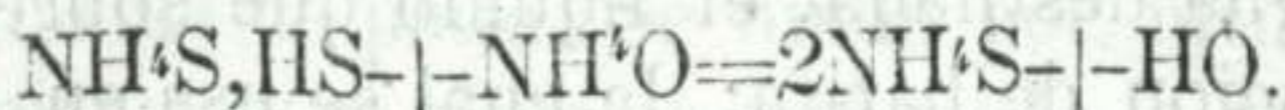
Agua de barita. Si se pone en infusión barita cáustica, que se encuentra bastante pura en el comer-

cio, en agua destilada, el líquido que sobrenada es una disolución de barita; la cual se usa en el análisis, para distinguir y precipitar el ácido sulfúrico y los sulfatos.

Hidrógeno sulfurado. Este gas importantísimo, se usa en disolución, ó en forma de corriente gaseosa. Se prepara, colocando en un frasco bitubulado sulfuro de hierro y agua. La turbuladura central se tapa con un corcho atravesado por un tubo de seguridad, y la lateral por otro, que lleva un tubo de desprendimiento encorvado dos veces en ángulo recto. Se añade ácido sulfúrico por el de seguridad, y la reacción comienza desde luego. El gas sulfhídrico se desprende, y bien se condensa en agua cuando se trata de tener una disolución, ó se hace pasar por las disoluciones metálicas sobre que se quiera hacer reaccionar.

El gas hidrógeno sulfurado, sirve para precipitar y reconocer las disoluciones metálicas, por los colores diferentes de sus sulfuros insolubles. Sirve también para preparar los sulfuros alcalinos.

Sulfuro de amonio. Se prepara, haciendo pasar hasta saturación, una corriente de gas hidrógeno sulfurado, por una disolución de amoniaco. En éste caso, se obtiene el sulfhidrato de sulfuro de amonio, lo cual, no es un inconveniente en la generalidad de los casos; pero cuando se quiere tener un sulfuro puro, tal cual se necesita para no disolver el sulfuro de níquel, es indispensable dividir en dos porciones iguales la disolución de gas amoniaco, hacer actuar sobre una de ellas el gas sulfhídrico hasta saturación, y mezclar ambas despues. Así se consigue tener el sulfuro de amonio neutro, cual se demuestra por la siguiente ecuación:



En el análisis químico, el sulfuro de amonio es uno de los reactivos más esenciales, pues no solo sirve para precipitar disoluciones metálicas y reconocer por el color del sulfuro precipitado, el metal que está en disolución, sino que también con su ayuda, pueden separarse los metales que dan sulfuros solubles en el de amonio, de los que carecen de esta propiedad.

Sulfuro de sodio. Se prepara como el anterior haciendo actuar una corriente de gas hidrógeno sulfurado sobre una disolución de hidrato de sosa, hasta completa saturación. También se obtiene de este modo el sulfhidrato de sulfuro de sodio; pero puede-se á voluntad preparar el sulfuro neutro, siguiendo la marcha indicada para la preparación del sulfuro de amoníaco. Una vez preparada la disolución, basta concentrarla hasta película en una cápsula de porcelana para que cristalice.

La disolución de sulfuro de sodio, se emplea para la determinación cuantitativa del zinc por la vía volumétrica inventada por Schaffner.

Sulfuro de hierro. Sirve para la preparación del hidrógeno sulfurado. Se obtiene fácilmente fundiendo en un crisol de barro refractario, una mezcla de azufre y de limaduras de hierro.

Carbonato de potasa. El del comercio nunca está puro, y contiene por lo general, sulfato de potasa, nitrato de potasa y cloruro de potasio. Para reconocer la presencia del sulfato, se convierte el carbonato en cloruro añadiendo ácido clorhídrico puro hasta que no se produzca efervescencia, y después una sal de ba-

rita, el cloruro de bario por ejemplo. Se produce, caso de existir sulfato de potasa, un precipitado blanco de sulfato de barita. El nitrato de potasa se reconoce, añadiendo una disolucion de sulfato ferroso y calentando; pues caso de existir, se produce una coloracion oscura, pasagera. Por último, si existen cloruros, basta añadir nitrato de plata para evidenciarlo, pues se formaria en este caso un precipitado blanco, grumoso de cloruro de plata, soluble en el amoniaco y que oscurece por la accion de la luz.

Quando se ha hecho constar en el carbonato de potasa la presencia de estos compuestos, no es posible emplear su disolucion en muchos casos, por cuya razon, es mejor prepararlo en el laboratorio, lo que se consigue con facilidad calcinando el bicarbonato de potasa del comercio, que es bastante puro.

Se usa el carbonato de potasa en disolucion, para la precipitacion de los carbonatos térreos y de muchos metálicos, y distinguirlos entre sí. Al estado sólido, sirve para la fusion de las combinaciones insolubles en los ácidos, ya sólo, ya en union con el carbonato de sosa.

Carbonato de sosa. Como el carbonato de potasa, puede contener sulfato de sosa, nitrato de sosa y cloruro de sódio. Se reconocen estas impurezas de la misma manera que sobre el carbonato de potasa. El análisis lo exige puro, y para ello, basta disolver el del comercio y volverlo á cristalizar para tenerlo de una pureza suficiente, ó bien calcinar el bicarbonato de sosa, que se encuentra bastante puro.

La disolucion de carbonato de sosa, se usa para lo mismo que la de carbonato de potasa, y en muchas ocasiones debe preferirse, sobre todo, en la precipitacion de los carbonatos metálicos, pues la disolucion

de carbonato de potasa, contiene casi siempre silicato de potasa, tomado del frasco mismo de vidrio en que se conserva. Este inconveniente se presenta en mucha menor escala en el carbonato de sosa, que raras veces contiene proporciones sensibles de silicato de la misma base.

El carbonato de sosa del comercio, aun cuando no está muy puro, sirve en los ensayos por vía seca, para fundente y escorificar las gangas silíceas de los minerales.

Carbonato de amoniaco. El del comercio, se aproxima á un sesqui-carbonato, y se reconoce su pureza porque calentando un poco sobre una lámina de platino, se evapora sin dejar residuo. Al estado sólido, se usa para restablecer la composición del carbonato de cal cuando se calcina su oxalato con objeto de determinar la cal cuantitativamente; y al de disolución acuosa, para la precipitación de carbonatos térreos ó metálicos.

Cuando el carbonato de amoniaco se disuelve en el agua, se produce una efervescencia debida al desprendimiento de ácido carbónico, pues solo se disuelve el carbonato neutro. Por esta razón, generalmente se añade un poco de amoniaco al agua que ha de disolverlo, con el fin de aprovechar el excedente de ácido carbónico.

Carbonato de barita. Se prepara éste reactivo, precipitando una disolución de cloruro de bario por otra de un carbonato alcalino. Se lava bien el precipitado por decantaciones sucesivas y despues sobre un filtro, hasta que las aguas de lavado se evaporen sin dejar residuo, en cuyo caso, se separa del filtro, deslie en agua destilada, formándose de este modo un líquido lechoso, espeso, que se conserva en un frasco de vidrio para su uso.

El carbonato de barita se emplea en algunos casos, en el análisis cuantitativo, para la separacion de unos óxidos metálicos de otros, como los óxidos de hierro y de manganeso, por ejemplo, etc., etc.

Cloruro de sódio. Para purificar el del comercio, basta disolverlo en agua destilada, filtrar, concentrar la disolucion hasta película, y dejarlo cristalizar. Despues de cristalizado, se funde en un crisol, y vierte en una rielera.

El cloruro de sódio en disolucion, se usa para la precipitacion y dosado de la plata, ya al estado de cloruro, ó ya por la vía volumétrica de Gay-Lussac; sólido, se emplea como fundente, formando parte del flujo fundente y reductor en los ensayos por vía seca, especialmente del plomo.

Cloruro de bario. El del comercio raras veces está puro. Contiene pequeñas cantidades de percloruro de hierro, lo que le comunica un color amarillento, cloruro de calcio y cloruro de estroncio. En su disolucion, se reconoce la presencia del hierro por medio del ferrocianuro de potasio, que produce un precipitado azul, ó del sulfocianuro de potasio, que daría una coloracion roja de sangre; la del cloruro de calcio, disolviendo la sal en una gran cantidad de agua, precipitando la barita por ácido sulfúrico, filtrando y añadiendo amoniaco y oxalato de amoniaco. Si hubiese cloruro de calcio, se formaría un precipitado blanco de oxalato de cal. La presencia del cloruro de estroncio, puede reconocerse, disolviendo un poco de la sal en alcohol concentrado, filtrando é inflamando la disolucion alcohólica; pues caso de haber estroncio, la llama toma, sobre todo, hácia el fin un color rojo característico. De todas estas impurezas se le priva disolviéndolo en agua destilada,

filtrando y evaporando la disolucion hasta película, en cuyo caso, cristaliza por enfriamiento.

El cloruro de bario, se usa en el análisis para el reconocimiento y precipitacion del ácido sulfúrico y de los sulfatos, y adicionado de amoniaco, para la determinacion del ácido carbónico, haciéndolo pasar por la disolucion amoniacal en corriente gaseosa; pues se precipita en este caso una cantidad equivalente de carbonato de barita.

Cloruro de amonio. Se usa el cloruro de amonio para evitar, en ocasiones dadas, la precipitacion de ciertos óxidos metálicos como los de zinc, manganeso, magnesia etc.; pero generalmente, basta tratar con amoniaco las disoluciones hechas ácidas por el ácido clorhídrico, para tener una proporcion bastante del mencionado compuesto.

El cloruro de amonio del comercio, que raras veces está puro, se purifica con facilidad, disolviéndolo en agua destilada y haciéndolo cristalizar.

Nitrato de plata. El precio elevado de éste compuesto, hace que se le falsifique frecuentemente con nitrato de potasa y hasta con clorato de potasa. Por esta razon, antes de usarlo, debe el quimico cerciorarse de su pureza, ó bien preparárselo él mismo, que es lo mejor.

Para preparar el nitrato de plata, se disuelve plata pura preparada de la manera que indicaremos más adelante, en ácido nítrico puro tambien, en una cápsula de porcelana. Conseguida la disolucion, se evapora hasta sequedad y se funde en la misma cápsula, con lo cual se consigue tener la sal néutra, y despues se disuelve de nuevo en agua destilada y se hace cristalizar. Como los compuestos de plata se alteran fácilmente por la accion de la luz, es preciso practicar todas estas operaciones en un lugar oscuro.

La disolucion de nitrato de plata tiene muchas aplicaciones en análisis químico, sobre todo, para reconocer y determinar el cloro en los cloruros, por el precipitado á que da lugar, blanco, grumoso, que oscurece á la accion de la luz y se disuelve en el amoniaco.

Nitrato de potasa. El nitro, ó nitrato de potasa, se emplea principalmente al estado de arenilla no muy gruesa, en los ensayos por vía seca, para producir la oxidacion de sulfuros ó de ciertos metales. El que proporciona el comercio, es de una pureza suficiente para estos casos.

Nitrato de barita. Se prepara, disolviendo carbonato de barita puro en ácido nítrico diluido, filtrando y evaporando hasta película. Por enfriamiento cristaliza.

La disolucion de nitrato de barita, sirve para lo mismo que la de cloruro de bario, empleándose, cuando razones especiales, como la presencia de sales de plata por ejemplo, impide el uso del cloruro.

Oxalato de amoniaco. Se prepara esta sal neutralizando con amoniaco una disolucion de ácido oxálico, evaporando hasta película y haciéndole cristalizar por enfriamiento. Su disolucion en agua destilada se emplea para el reconocimiento de la cal y precipitacion de la misma base en análisis cuantitativo.

Tartrato básico de amoniaco. La disolucion de ésta sal, se prepara, añadiendo un exceso de amoniaco á una de ácido tártrico. Si se añade poco amoniaco, se forma el tartrato ácido de amoniaco, que se precipita con un aspecto cristalino; pero que se disuelve por la adicion de una nueva cantidad de amoniaco.

Se usa como disolvente del sulfato de plomo, para separarlo de los otros cuerpos, que insolubles en el tartrato, estuviesen mezclados con él.

Cloruro de oro. El comercio proporciona generalmente cloruros dobles de oro y de sódio ó de oro y de potasio, por cuya razon, éste reactivo debe prepararse en el laboratorio. A este efecto, se disuelve en agua régia una moneda de oro, y conseguida la disolucion, se añade un exceso de sulfato de protoóxido de hierro. El oro reducido se precipita bajo la forma de un polvo oscuro, el cual, se recoge en un filtro y lava bien en agua destilada. Despues se disuelve nuevamente en agua régia, y se hace hervir la disolucion añadiendo ácido clorhídrico de vez en cuando, á fin de expulsar el ácido nítrico restante. Cuando no se nota el desprendimiento de vapores nitrosos, se diluye con agua destilada, y la operacion ha concluido.

El cloruro de oro sirve en análisis cuantitativo, para descubrir la presencia del estaño al mínimo de oxidacion, en las disoluciones metálicas, pues produce un precipitado característico llamado púrpura de casius.

Bicloruro de platino. Se prepara por la disolucion del platino metálico en el agua régia. Conseguida la disolucion, se hace hervir, cuidando añadir de vez en cuando unas gotas de ácido clorhídrico, á fin de expulsar el ácido nítrico excedente.

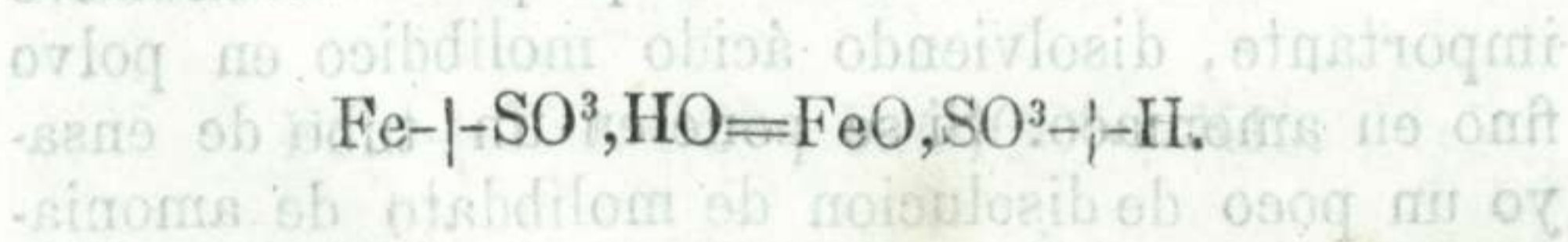
El bicloruro de platino se emplea para reconocer y distinguir las disoluciones de potasio y de amonio de las de sódio, y para precipitar con objeto de determinar las bases, aquellas disoluciones alcalinas.

Protocloruro de estaño. Se emplea en el análisis para caracterizar la presencia del oro en las disoluciones metálicas. Y con efecto; si á una disolucion de oro se añade otra de protocloruro de estaño, se produce un precipitado púrpura, conocido con el nombre de

púrpura de casius, cuya composición no está bien definida.

El protocloruro de estaño, se encuentra en el comercio por lo general bastante puro; pero se puede preparar fácilmente en el laboratorio, disolviendo virutas de estaño metálico en ácido clorhídrico puro. Esta disolución se facilita notablemente, añadiendo unos trozos de platino, acción que hasta hoy no ha recibido una explicación satisfactoria, toda la vez que, el platino, después de la disolución del estaño, se encuentra inalterable.

Sulfato de protoóxido de hierro. Esta sal se encuentra en el comercio, por lo general impura; pero se le purifica, disolviéndola en agua destilada, filtrando, evaporando hasta película, y esperando que por enfriamiento cristalice. Se puede también preparar directamente en el laboratorio, tratando limaduras de hierro en una cápsula de porcelana, por ácido sulfúrico diluido. Y con efecto; el hierro bajo la influencia del ácido, descompone al agua, se apodera de su oxígeno para formar protoóxido de hierro, el cual se combina con el ácido sulfúrico. El hidrógeno en este caso, se desprende. La siguiente ecuación demuestra la exactitud de las reacciones enunciadas.



Una vez hecha la disolución, se filtra y concentra hasta película en una cápsula de porcelana, y por el enfriamiento, la sal cristaliza.

La disolución de sulfato ferroso, se usa en análisis como agente reductor, sobre todo, para la precipitación del oro metálico en sus disoluciones.

Sulfato de magnesia. Esta sal se encuentra bas-

tante pura en el comercio. Se prepara directamente disolviendo carbonato de magnesia ó magnesia calcinada en ácido sulfúrico diluido, filtrando, concentrando la disolución y haciéndola cristalizar.

Se emplea en el análisis para la precipitación de los ácidos fosfórico y arsénico en sus disoluciones, al estado de fosfato ó arseniato magnésico amónico, combinaciones que despues sirven para la determinación cuantitativa de dichos ácidos.

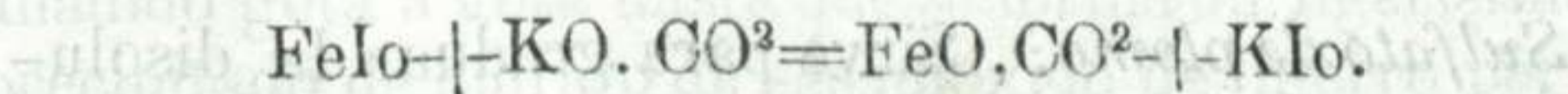
Sulfato de alúmina. El principal uso de éste reactivo, consiste, en caracterizar las disoluciones muy concentradas de potasa, por la formación del precipitado cristalino que se forma, poco soluble, y que constituye el alumbre.

Para precipitar el sulfato de alúmina, se disuelve en agua hirviendo alumbre del comercio, y se añade en seguida un exceso de amoníaco. El hidrato de alúmina que se precipita, se lava muy bien con agua caliente, primero por decantaciones sucesivas y despues sobre un filtro. Basta ahora neutralizar ácido sulfúrico diluido con el espresado hidrato de alúmina todavía húmedo, para tener una disolución de sulfato de la misma base.

Molibdato de amoníaco. Se prepara éste reactivo importante, disolviendo ácido molibdico en polvo fino en amoníaco. Si se pone en un tubo de ensayo un poco de disolución de molibdato de amoníaco, se añade ácido nítrico en cantidad bastante para que el precipitado blanco que se forma se disuelva de nuevo, y despues, unas gotas de disolución de un fosfato, se formará un precipitado amarillo tan luego como se caliente el tubo de ensayo por medio de una lámpara de espíritu de vino. Débiles trazas de ácido fosfórico en disolución, pueden descubrirse por éste reactivo.

Ioduro de potasio. El comercio lo proporciona bastante puro. Si no lo hubiese, se puede preparar de una pureza perfecta, siguiendo la marcha que vamos á indicar.

En un balon de vidrio se ponen limaduras de hierro y una gran cantidad de agua. Se añade un poco de iodo y se agita. La reaccion tiene lugar en este caso, con desprendimiento de mucho calor; el iodo se combina con el hierro formando ioduro de hierro que queda disuelto. Se añade otra porcion de iodo, que se disuelve en seguida en el ioduro formado, y ataca una nueva cantidad de hierro, y se continúa de este modo hasta que todo el hierro se haya disuelto. La disolucion presenta un color oscuro debido á una cierta cantidad de iodo libre que se encuentra disuelto, por cuya razon, se añaden nuevas limaduras de hierro y se calienta. Todo el iodo se combina con el metal; la disolucion se va aclarando, y por último presenta un color verde claro, en cuyo caso, solo tenemos ioduro de hierro en disolucion. Se filtra ahora, y se añade una disolucion de carbonato de potasa, que origina una doble descomposicion, formándose carbonato de hierro que se precipita, y ioduro de potasio que queda disuelto. Se tiene en efecto, que



Una nueva filtracion nos proporciona una disolucion de ioduro de potasio, que basta concentrarla para que cristalice por enfriamiento.

El ioduro de potasio tiene grandes aplicaciones en análisis químico. Caracteriza ciertas disoluciones metálicas por los precipitados que produce, como por ejemplo, los de plomo, que dan por el contacto del

ioduro de potasio, un precipitado amarillo de ioduro de plomo. Se usa hoy mucho para determinar el cloro desprendido en los ensayos de manganeso; pues el cloro poniendo en libertad una cierta cantidad de iodo que queda disuelta en el excedente de ioduro, basta medir esta cantidad para tener la de cloro, y por tanto, la de manganeso que le es equivalente.

Cromato de potasa. Basta disolver el que nos proporciona el comercio, filtrar y cristalizarlo de nuevo, para tenerlo en un estado de pureza suficiente.

El cromato de potasa se emplea en el análisis cuantitativo para la precipitación de varios metales, que dan colores que los distinguen unos de otros. Se usa igualmente para la precipitación del plomo, en análisis cuantitativo, al estado de cromato de plomo, el cual sirve despues para la determinación volumétrica del espresado metal.

Bicromato de potasa. El del comercio está bastante puro, y si acaso se duda de su pureza, basta disolverlo y cristalizarlo nuevamente para estar seguro de ello.

El uso principal del bicromato de potasa consiste, en preparar la disolución normal que sirve para la determinación volumétrica del estaño por el método de Streng.

Sulfato de plomo. Sirve para graduar la disolución normal de hiposulfito de sosa en el ensayo volumétrico de los minerales de plomo. Para prepararlo, se precipita una disolución de nitrato de plomo por medio del ácido sulfúrico diluido, se filtra, lava con agua destilada hasta que las aguas de lavado no dejen residuo por la evaporación de unas gotas, y despues se separa del filtro, deseca á 100 grados y conserva en un frasco bien tapado.

este reactivo.

Nitrato de plomo. Basta disolver el plomo metálico en ácido nítrico diluido, filtrar y concentrar la disolucion hasta película, para que por enfriamiento el nitrato de plomo cristalice. Su disolucion se emplea en análisis para reconocer la presencia del hidrógeno sulfurado y de los sulfuros, por el precipitado pardo oscuro que proporciona, de sulfuro de plomo.

Acetato de plomo. La disolucion de esta sal se emplea frecuentemente para reconocer la presencia del hidrógeno sulfurado y de los sulfuros solubles, y tambien, para evidenciar la del ácido sulfúrico y de los sulfatos, pues forma con ellos un precipitado blanco de sulfato de plomo.

El comercio proporciona el acetato de plomo á un estado de pureza suficiente; pero que puede purificarse con facilidad, disolviéndolo en agua destilada filtrando y cristalizándolo de nuevo. Se puede preparar tambien en el laboratorio, saturando el ácido acético por el óxido de plomo, filtrando y haciendo cristalizar la sal, prévia evaporacion hasta película.

Acetato de sosa. La principal aplicacion del acetato de sosa, consiste en la separacion del hierro y del manganeso. Y con efecto; si la disolucion clorhídrica de ambos metales se neutraliza con el amoniaco, añadido gota á gota hasta que se forma un ligerísimo precipitado de hidrato de sesquióxido de hierro persistente, y se añade despues acetato de sosa, por la ebullicion, se separa todo el hierro, quedando disuelto el manganeso.

El acetato de sosa se prepara directamente, saturando el ácido acético por el hidrato de sosa, y purificando la sal por cristalizaciones sucesivas. El comercio lo proporciona tambien bastante puro.

Fosfato de sosa. Esta sal se encuentra casi pura en el comercio. Para purificarla por completo, basta disolverla en agua destilada, filtrar, concentrar la disolución hasta película y esperar á que cristalice por enfriamiento. Si no se encuentra en el comercio, es preciso prepararla en el laboratorio, lo cual se consigue con facilidad, de la manera siguiente:

Se pulverizan finamente huesos calcinados, compuestos en su mayor parte de fosfato tribásico de cal y de carbonato de cal, y se trata por ácido sulfúrico en una cápsula de porcelana. De este modo, el carbonato de cal se descompone con formación de sulfato de cal insoluble y ácido carbónico que se desprende, y el fosfato tribásico de cal se descompone también con producción de sulfato de cal y fosfato ácido de la misma base que queda disuelto. Se filtra, y el líquido filtrado se trata por una disolución de carbonato de sosa que da lugar á la formación de carbonato de cal y fosfato de sosa. Separado el precipitado por filtración, resta solo concentrar y hacer cristalizar el fosfato, que se purifica en seguida por disoluciones y cristalizaciones sucesivas.

Como la generalidad de los minerales metálicos contengan cal y magnesia, el fosfato de sosa es un reactivo importante; pues el análisis lo emplea para la separación de aquellas bases.

Nitrito de potasa. Stromeyer ha dado el siguiente método para la preparación de este reactivo, que difícilmente se encuentra en el comercio.

Se funde en una cápsula de hierro una parte de nitrato de potasa y se añade dos partes de plomo metálico y se agita continuamente con una espátula de hierro. Así que la masa adquiere la temperatura del rojo oscuro, el plomo adquiere un tinte amarillo,

debido á la oxidacion parcial del mismo metal, y cuando la temperatura es del rojo claro, la oxidacion total del plomo tiene lugar. En esta parte de la operacion se presenta ordinariamente un fenómeno de incandescencia, que no presenta ningun peligro, sobre todo, si el peso del nitrato de potasa empleado no excede de medio kilógramo. La masa despues de fria se trata por el agua, se filtra y hace pasar una corriente de gas ácido carbónico que precipita la casi totalidad del plomo disuelto, precipitándose despues la pequeñísima que queda por la adiccion de unas gotas de sulfuro de amonio. Se filtra, evapora hasta sequedad y funde en el mismo perol de hierro, y se tiene de este modo el nitrito de potasa fundido, con el cual se puede preparar una disolucion concentrada de dicho compuesto.

El nitrito de potasa tiene un uso muy importante en análisis mineral, cual es, la separacion de los metales níquel y cobalto, que casi siempre van juntos.

Ferrocianuro de potasio. Este compuesto, conocido vulgarmente en el comercio con el nombre de prusiato amarillo de potasa, se emplea para reconocer el hierro en sus disoluciones, sobre todo, cuando está al máximo de oxidacion. El ferrocianuro del comercio contiene á veces sulfato de potasa, cuya presencia se reconoce, añadiendo á una disolucion muy diluida de dicho compuesto, una de cloruro de bario. Es de notar, que en disoluciones concentradas de ferrocianuro de potasio, el cloruro de bario origina siempre un precipitado, por cuya razon, debe operarse sobre disoluciones diluidas. Se purifica esta sal disolviendo la del comercio y cristalizándola de nuevo.

Ferricianuro de potasio. La disolucion de ferri-

cianuro de potasio sirve en el análisis cualitativo para el reconocimiento del hierro al mínimo de oxidación, pues sus disoluciones dan con éste reactivo, un precipitado azul de prusia. El comercio lo proporciona con el nombre de prusiato rojo de potasa, y si se disuelve en agua destilada, evapora hasta película y hace cristalizar, se le priva del cloruro de potasio que generalmente lo impurifica.

Sulfocianuro de potasio. No es fácil proporcionarse éste reactivo en el comercio, por cuya razón, es preciso prepararlo en el laboratorio. A este efecto, se funden en un matrás cuatro partes de ferrocianuro de potasio y dos de azufre en flor. Se trata la masa fundida por el agua que disuelve la mayor parte, se filtra, añade una disolución de carbonato de potasa, se vuelve á filtrar y evapora hasta sequedad el líquido filtrado. El residuo de la evaporación, se trata por el alcohol que disuelve el sulfocianuro de potasio formado, el cual se cristaliza por concentración y enfriamiento. El sulfocianuro de potasio se purifica después, disolviéndolo en agua destilada y cristalizándolo de nuevo.

La disolución de éste compuesto, se usa para descubrir la más pequeña cantidad de sesquióxido de hierro en disolución, y también para separar el cobre de algunos metales y determinarlo por el procedimiento de Rivot.

Cianuro de potasio. Aun cuando el del comercio contenga siempre cianato de potasa, la presencia de esta sal no influye en sus usos cualitativos. Sirve para la precipitación y reconocimiento de algunos óxidos metálicos, y sobre todo, para la determinación volumétrica del cobre por el método de Parkes.

Nitroprusianuro de sódio. Para preparar éste

reactivo, que difícilmente se encuentra en el comercio, se tratan dos equivalentes de ferrocianuro de potasio en polvo por cinco equivalentes de ácido nítrico del comercio, diluido de su volúmen de agua. La mezcla se pone lechosa, y despues oscurece con desprendimiento de gran cantidad de gases, y se tiene el ferricianuro de potasio. Se calienta entonces á baño de María hasta que el líquido deje de precipitar en azul de prusia una disolucion de sulfato de protoóxido de hierro, y el precipitado que se forme presente un color verde. Por enfriamiento, se separa nitrato de potasa que cristaliza, y las aguas madres, se separan y saturan con carbonato de sosa y se hace hervir. Se forma de este modo un precipitado verdoso ú oscuro, el cual, separado por filtracion, proporciona un líquido rojo rubí, que no contiene más que nitrato de sosa y nitroprusianuro de sódio, los cuales se separan fácilmente por cristalización.

El nitroprusianuro de sódio, sirve para reconocer débiles cantidades de sulfuros alcalinos en disolucion, por la coloracion rojo púrpura pasagera que produce con aquellos, y sirve tambien para reconocer el término de la operacion en la determinacion volumétrica del zinc por medio del sulfuro de sódio.

Cloruro de níquel. Se prepara ésta sal disolviendo carbonato de níquel en ácido clorhídrico, evaporando hasta película y dejando que por el enfriamiento cristalice.

Se ha propuesto emplear la disolucion de ésta sal, para averiguar el término de la precipitacion del zinc por el sulfuro de sódio, en el método volumétrico de Schaffner.

Sesqui-cloruro de hierro. Se emplea para averiguar el término de la operacion en la determinacion

volumétrica del zinc por el método de Schaffner. El comercio lo proporciona puro; pero es fácil procurárselo disolviendo hierro en ácido clorhídrico que proporciona el protocloruro de hierro, el cual se hace pasar á sesqui-cloruro, añadiendo unas gotas de ácido nítrico y calentando algunos minutos. Operando de esta manera, contiene siempre ácido libre; pero su presencia no es un inconveniente cuando la cantidad de aquel no es considerable. Se puede tener, sin embargo, completamente néutro, precipitando el hierro por amoniaco, recogiendo el precipitado de hidrato de peróxido de hierro, y poniéndolo en digestion con una cantidad de ácido clorhídrico insuficiente para su disolucion completa. El percloruro de hierro, aunque esté bien néutro, siempre acusa reaccion ácida.

Hiposulfito de sosa. El comercio lo proporciona puro y barato. Se prepara haciendo pasar hasta saturacion una corriente de gas ácido sulfuroso en una disolucion de hidrato de sosa. El sulfito de sosa formado de este modo, se transforma despues en hiposulfito, hirviéndolo con azufre en polvo. No queda ya más que filtrar, concentrar la disolucion y hacerla cristalizar.

El hiposulfito de sosa, se usa para la determinacion volumétrica del manganeso, del plomo, etc., etc.

Acido arsenioso. El del comercio, rara vez está puro; por cuya razon, es preciso purificarlo en el laboratorio. La purificacion es sensible, y se consigue disolviéndolo en ácido clorhídrico diluido puro, y concentrando la disolucion. Por enfriamiento cristaliza, con la particularidad, que si se observa la cristalizacion en la oscuridad, la formacion de cada cristal va acompañada de una emision de luz.

Se usa el ácido arsenioso como agente reductor, y para la preparacion de la disolucion normal de éste ácido, empleada en los ensayos de los manganesos por el método de Gay-Lussac.

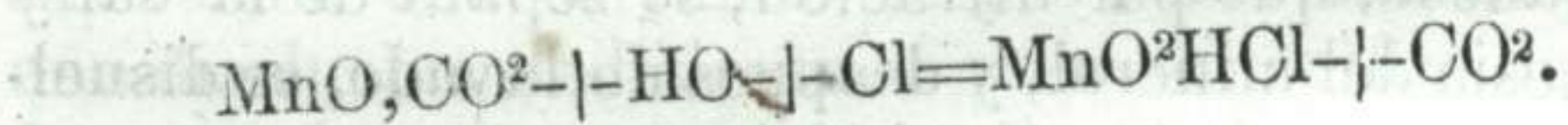
Oxido manganeso-mangánico. Este compuesto se usa hoy en análisis cuantitativo, por la determinacion volumétrica del manganeso metálico, en los hierros manganesíferos. Es muy difícil encontrarlo todavía en el comercio, por cuya razón, se prepara siempre en el laboratorio. A este efecto, se disuelve el peróxido de manganeso natural en ácido clorhídrico, y cuando está hirviendo y presenta el color amarillo claro de las de percloruro de hierro, se añade amoníaco. El hierro y una parte del manganeso se precipitan, los cuales se separan por filtracion, y en el líquido filtrado que contiene la mayor parte del manganeso, libre de hierro, se añade un sulfuro alcalino, el de amonio por ejemplo. Se precipita sulfuro de manganeso, que por filtracion, se separa de la cal y magnesia del mineral, y despues de lavado, se disuelve de nuevo en ácido clorhídrico.

Una vez obtenida una disolucion pura de cloruro de manganeso, se añade carbonato de sosa que precipita el hidro-carbonato de manganeso, el cual se lava con agua destilada, primero por decantaciones sucesivas, y despues sobre un filtro, hasta que las aguas de lavado dejen de actuar sobre el papel rojo de tornasol y se evaporen en lámina de platino sin dejar residuo. Resta solo desecarlo á 100 grados, separarlo del filtro y calcinarlo en una cápsula de porcelana al contacto del aire y calor rojo oscuro. El hidro-carbonato se descompone de este modo, desprende su agua y ácido carbónico, y queda el óxido manganeso, que en contacto con el aire, absorve el

oxígeno de éste y se transforma en óxido manganeso-mangánico.

Antes de usar éste compuesto, es indispensable calcinarlo, pues siendo muy higrométrico, siempre absorbe una cantidad más ó menos considerable de agua.

Peróxido de manganeso. Se prepara el hidro-carbonato de manganeso siguiendo la marcha tratada anteriormente, para obtener el hidro-carbonato puro. Una vez conseguido esto, se le pone en suspensión en el agua, y se hace pasar una corriente de cloro, en cuyo caso, se descompone el hidro-carbonato, el ácido carbónico se desprende, y el cloro provoca la descomposición del agua, apoderándose de su hidrógeno para formar ácido clorhídrico, y el oxígeno excedente se une al óxido manganeso para formar peróxido de manganeso. La reacción que tiene lugar, se espresa por la ecuación siguiente:



Conseguida la transformación completa del carbonato en peróxido de manganeso, se filtra, lava bien y deseca á 100 grados.

El peróxido de manganeso obtenido por este método, es un hidrato de la fórmula MnO^2, HO ; pero la presencia del equivalente de agua, no es un inconveniente para su uso, pues en vez de pesar 25 centigramos de peróxido puro, se pesan 30,1 centigramos, cantidad equivalente á los 25 centigramos de peróxido de manganeso puro.

El peróxido de manganeso puro se usa para graduar el hiposulfito de sosa, cuando se emplea para la determinación del peróxido de manganeso natural.

Acido plúmbico. Se conoce vulgarmente con el nombre de óxido pulga de plomo, y sirve en el análisis como oxidante, especialmente para reconocer con su ayuda y la del ácido nítrico diluido, pequeñas cantidades de manganeso en los minerales.

Para prepararlo, se toma el minio, que es un compuesto de ácido plúmbico y óxido de plomo. Se trata por el ácido nítrico diluido que disuelve el óxido de plomo y deja en libertad el ácido plúmbico, el cual, no hay ya más que lavar con agua destilada y desecarlo á 100 grados.

Litargirio. El litargirio ú óxido de plomo, sirve para el ensayo de los minerales de plata. Se encuentra fácilmente en el comercio; pero siempre contiene plata en más ó menos cantidad, por cuya razón, es indispensable antes de usarlo, determinar la cantidad de plata que contiene, para sustraerla de la que rinda el ensayo de los minerales argentíferos.

Permanganato de potasa. Se encuentra hoy cristalizado en el comercio, á un estado de pureza suficiente. Sirve para la determinacion del hierro por el método volumétrico de Margaritte.

Antimoniato de potasa. El uso de esta sal, se limita al reconocimiento de la sosa en sus disoluciones, pues es casi el único reactivo que las precipita. Raras veces se encuentra en el comercio, por cuya razón, es indispensable prepararlo en el laboratorio, lo que se consigue del modo siguiente:

Se mezclan cuatro partes de antimonio metálico con nueve de nitro y se funde la mezcla en un crisol de barro. Conseguida la fusion, se deja enfriar y trata por el agua que disuelve sus impurezas, y despues, mezcladas 50 partes de la sustancia con 24 de carbonato de potasa, se funden en un crisol de porcelana,

manteniendo la mezcla en fusion por espacio de media hora al rojo vivo. Basta disolver luego el antimoniato formado en 16 ó 20 partes de agua destilada, para tener el reactivo en disposicion de poderse usar.

Bórax. El bórax ó biborato de sosa, se encuentra en el comercio cristalizado y bastante puro. Sirve en los ensayos por vía seca, especialmente, del cobre y del plomo, y para éste uso, es conveniente fundirlo para quitarle el agua de combinacion.

Disolucion de añil. Basta disolver el añil del comercio en ácido sulfúrico monohidratado, para tener la disolucion, que se usa para averiguar el fin de la operacion en el ensayo volumétrico del peróxido de manganeso por el método de Gay-Lussac.

Clorato de potasa. Es un agente oxidante muy enérgico, y como tal, se emplea en el análisis. El comercio lo proporciona cristalizado y bastante puro; pero se puede tambien preparar fácilmente en los laboratorios, haciendo pasar una corriente de gas cloro en una disolucion de hidrato de potasa á la temperatura de 60 á 70 grados centígrados. Se forma cloruro de potasio y clorato de potasa; pero éste último poco soluble, cristaliza, mientras que el primero queda en disolucion. Si despues se disuelve en agua destilada é hirviendo, por el enfriamiento cristaliza de nuevo en perfecto estado de pureza.

Tártaro. Es el tartrato ácido de potasa impuro, que se deposita en los toneles donde se conserva el vino. Impuro, tal cual lo presenta el comercio, se usa como agente reductor y fundente, en el ensayo de los minerales de plomo, siendo de notar, que el poder reductor de éste compuesto impuro, es más considerable, que el del mismo perfectamente puro ó sea el crémor de tártaro.

Engrudo de almidon. Se prepara hirviendo un poco de almidon con gran cantidad de agua. Sirve para reconocer el iodo libre, y averiguar el término de la operacion en el ensayo volumétrico del estaño, por medio de la disolucion de iodo.

Iodo. El comercio lo proporciona sublimado y puro. Puede averiguarse su pureza con facilidad, calentando un poco en una cápsula de porcelena, pues caso de ser puro, se volatiliza sin dejar residuo.

Su uso en el análisis consiste principalmente, en la formacion de la disolucion de iodo en ioduro de potasio, que se emplea en la determinacion volumétrica del estaño.

Zinc. El del comercio nunca está puro. Le acompañan frecuentemente pequeñas cantidades de hierro, plomo y manganeso. Se descubre la presencia del hierro, disolviendo un poco en ácido clorhídrico, añadiendo una gota de ácido nítrico que peroxida al hierro, y despues sulfocianuro de potasio. Caso de existir hierro, se produce una coloracion roja de sangre. El plomo se evidencia añadiendo amoniaco á la disolucion de zinc, filtrando y tratándolo por un sulfuro alcalino. Si el zinc está puro, se precipita sulfuro de zinc enteramente blanco; pero por pequeñas cantidades de plomo que contenga, el precipitado será oscuro. Por último; la presencia del manganeso se averigua añadiendo ácido plúmbico, ácido nítrico y agua y haciéndolo hervir. Si existe manganeso, se producirá una coloracion rosa.

Si el zinc no está completamente puro, no es posible su uso, sobre todo, en la graduacion de la disolucion normal de sulfuro de sódio empleada en la determinacion volumétrica del zinc por el método de Schaffner. Para purificarlo se introduce en una retorta

de barro, la cual, colocada en un hornillo de reverbero circular, se eleva la temperatura hasta el rojo blanco. El zinc destila y se recibe en una cápsula de porcelana que contenga agua. Es preciso que el cuello de la retorta se sostenga á la temperatura del rojo oscuro, pues de lo contrario, se solidifica el zinc en el cuello mismo y lo obstruye. En este caso, es preciso fundirlo con una varilla de hierro enrojecida.

Si con una destilacion no se consigue obtener el zinc suficientemente puro, se le somete á una segunda y aun á una tercera.

Hierro. Planchitas de hierro muy limpias, sirven para reconocer y distinguir las disoluciones de cobre de las de níquel, que ambas proporcionan una azul por la adicion de amoniaco. Efectivamente; las de cobre se cementan, lo que no tiene lugar con las de níquel.

Cobre. Se necesita puro para la graduacion del cianuro de potasio aconsejado por Parkes en la determinacion del cobre por vía volumétrica. Se encuentra en el comercio en virutas de una pureza perfecta; pero si no lo hubiere, se prepara en el laboratorio. A este efecto, se sumergen planchas de hierro en una disolucion ácida de sulfato de cobre. El cobre cementado se precipita, el cual, lavado por decantaciones, se deseca á 100 grados y se funde en un crisol de barro refractario. Despues de fundido se vierte en una lingotera.

Plata. La plata pura sirve para la graduacion de la disolucion normal de cloruro de sódio propuesta por Gay-Lussac, para la determinacion volumétrica de la plata. El comercio la proporciona; pero casi nunca de una pureza perfecta, por cuya razon, es mejor prepararla en el laboratorio, de la manera siguiente:

Se disuelven en ácido nítrico monedas de plata, que como sabemos, contienen una cierta cantidad de cobre. Terminada la disolucion, se añade ácido clorhídrico en cantidad suficiente para precipitar la totalidad de la plata al estado de cloruro, el cual se lava con agua destilada hasta que las aguas de lavado no azulen por la adición de amoniaco, prueba cierta de que ya no existe cobre. Conseguido esto, se mezcla todavía humedo con la mitad de su peso de carbonato de sosa seco, se deseca en una cápsula de porcelana, y se reduce á polvo en un mortero, incorporándole la sexta parte de su peso de nitro.

Por otra parte, se calienta hasta el rojo un buen crisol de barro refractario y se añade con una cuchara de plata un poco de la mezcla. La reaccion es muy viva al pronto y despues funde y se queda tranquila, en cuyo caso, se añade otra porcion de la mezcla y así sucesivamente; pero esperando á que la reaccion viva termine. La mezcla entra en fusion que se sostiene un cuarto de hora, pasada la cual, se retira del fuego y vierte en una terrina que contenga agua. Queda solo ahora, recoger la plata y lavarla bien con agua acidulada con ácido sulfúrico, para tenerla químicamente pura.

Papeles reactivos. El más generalmente usado es el de tornasol, azul ó rojo. Para preparar el azul se toma tornasol en panes y se pone en digestion en el agua. Cuando ésta está bastante cargada de color azul, se pinta con un pincel un pliego de papel ordinario y se deja secar. El rojo se prepara de la misma manera, enrogeciendo préviamente la tintura de tornasol por unas gotas de un ácido enérgico, el sulfúrico por ejemplo.

El papel azul de tornasol, enrogece por las diso-

luciones ácidas, y el rojo azula por las disoluciones alcalinas.

La índole de ésta obra no nos permite entrar en más pormenores sobre los reactivos. Los lectores que quieran tener más amplios conocimientos sobre esta materia importante, pueden consultar las obras especiales de análisis químico, sobre todo, la de Roze y la publicada en nuestro país por el Ingeniero señor Peñuelas.

FIN.



ÍNDICE.

PARTE CUALITATIVA.

<u>ARTÍCULOS.</u>		<u>PÁGINAS.</u>
I.	Generalidades	7
II	Division de los metales en grupos y marcha general del análisis. .	10
III	Caractéres distintivos de las diso- luciones metálicas.	14
	Disoluciones de platino.	14
	Id. de oro.. . . .	16
	Id. de estaño.. . . .	17
	Id. de antimonio.	20
	Id. de arsénico.	21
	Id. de plomo.	22
	Id. de plata.	24
	Id. de mercurio.	25
	Id. de cobre.	29
	Id. de cadmio.	31
	Id. de bismuto.	32
	Id. de níquel.. . . .	33
	Id. de cobalto.	35
	Id. de hierro.. . . .	36
	Id. de manganeso.	39
	Id. de zinc.	40
	Id. de alúmina.	41
	Id. de cromo.. . . .	42
	Id. de bario.	43
	Id. de estroncio	45
	Id. de calcio.	46

	Id. de magnesio.	47
	Id. de potasio.	48
	Id. de sódio.	49
	Id. de amonio.	49
IV	Reconocimiento cualitativo de los minerales.	50
	Minerales de hierro.	51
	Id. de manganeso.	53
	Id. de níquel.	54
	Id. de cobalto.	55
	Id. de cromo.	56
	Id. de zinc.	57
	Id. de cadmio.	57
	Id. de bismuto.	58
	Id. de antimonio.	58
	Id. de estaño.	59
	Id. de plomo.	59
	Id. de cobre.	60
	Id. de mercurio.	60
	Id. de plata.	61
	Id. de oro.	63
	Id. de platino.	63

PARTE CUANTITATIVA.

I	Minerales de hierro.	65
	Ensayo industrial vía volumétrica	70
	Id. por vía seca.	78
II	Minerales de manganeso.	80
	Método de Gay-Lussac.	81
	Id. de Fresenius	84
	Nuevo método; modificación del de Bunzen.	87

III	Minerales de níquel.	91
	Minerales del primer grupo.	91
	Análisis del segundo grupo.	95
	Id. del tercer grupo.	101
	Ensayo industrial.	102
IV	Minerales de cobalto.	103
	Análisis del primer grupo.	103
	Id. del segundo.	107
	Id. del tercero.	111
	Ensayo industrial.	113
V	Minerales de cromo.	114
	Análisis completo.	115
	Ensayo industrial.	118
VI	Minerales de zinc.	123
	Análisis de las calaminas.	123
	Ensayo industrial.	129
VII	Minerales de cadmio.	139
VIII	Minerales de bismuto.	141
	1.º Bismuto nativo.	142
	2.º Sulfuros múltiples.	144
	Ensayo industrial.	148
IX	Minerales de antimonio.	148
	Análisis del antimoniato de óxido de antimonio.	149
	Id. del sulfuro de antimonio.	155
	Ensayo industrial por vía volumé- trica.	157
	Id. por la vía seca.	160
X	Minerales de estaño.	163
	Análisis completo.	163
	Ensayo por vía volumétrica.	167
	Id. por vía seca.	171
XI	Minerales de plomo.	173

	Primer caso.	173
	Segundo caso.	179
	Ensayo industrial, vía volumétrica	184
	Id. por vía seca.	188
XII	Minerales de cobre.	198
	Primer grupo, minerales oxidados	199
	Segundo id. minerales sulfurados.	203
	Tercero idem, cobres grises. . . .	104
	Ensayo industrial, vía volumétrica	208
	Ensayos por vía seca.	213
XIII	Minerales de mercurio.	242
	Análisis del cinabrio.	243
	Ensayo industrial.	247
XIV	Minerales de plata.	250
	Análisis de los minerales complejos	251
	Ensayo de los minerales de plata	
	por vía húmeda.	255
	Ensayos por vía seca.	257
XV	Minerales de oro.	267
	Ensayos por vía seca.	270
XVI	Minerales de platino.	271

APÉNDICE.

	Reactivos empleados en el análisis.	279
	Agua.	279
	Alcohol.	280
	Acido clorhídrico.	281
	Acido nítrico.	282
	Agua régia.	284
	Acido sulfúrico.	285
	Acido tártrico.	286
	Acido acético.	286

103	Acido oxálico..	286
103	Acido hidrofúosilícico..	287
103	Potasa cáustica.	287
103	Sosa cáustica.	288
103	Amoniaco.	288
103	Agua de barita.	288
103	Hidrógeno sulfurado.	289
103	Súlfuro de amonio.	289
103	Id. de sódio.	290
103	Id. de hierro.	290
103	Carbonato de potasa.	290
103	Id. de sosa.	291
103	Id. de amoniaco..	292
103	Id. de barita.	292
103	Cloruro de sódio..	293
103	Id. de de bario.	293
103	Id. de de amonio.	294
103	Nitrato de plata.	294
103	Id. de potasa..	295
103	Id. de barita.	295
103	Oxalato de amoniaco.	295
103	Tartrato básico de amoniaco.	295
103	Cloruro de oro.	296
103	Bicloruro de platino..	296
103	Protocloruro de estaño..	296
103	Sulfato de protoóxido de hierro.	297
103	Id. de magnesia.	297
103	Id. de alúmina.	298
103	Molibdato de amoniaco..	298
103	Ioduro de potasio.	299
103	Cromato de potasa.	300
103	Bicromato de potasa.	300
103	Sulfato de plomo..	300

285	Nitrato de plomo..	301
287	Acetato de plomo.	301
287	Id. de sosa.	301
288	Fosfato de sosa.	302
288	Nitrato de potasa.	302
289	Ferrocianuro de potasio.	303
289	Ferricianuro de potasio..	303
289	Sulfocianuro de potasio..	304
290	Cianuro de potasio.	304
290	Nitroprusianuro de sódio.	304
290	Cloruro de níquel.	305
291	Sesqui-cloruro de hierro.	305
292	Hiposulfito de sosa.	306
292	Acido arsenioso.	306
292	Oxido manganeso-mangánico.	307
292	Peróxido de manganeso.	308
294	Acido plúmbico.	309
294	Litargirio.	309
295	Permanganato de potasa..	309
295	Antimoniato de potasa.	309
295	Bórax.	310
295	Disolucion de añil.	310
296	Clorato de potasa.	310
296	Tártaro.	310
296	Engrudo de almidon.	311
297	Iodo.	311
297	Zinc.	311
298	Hierro.	312
298	Cobre.	312
298	Plata.	312
300	Papeles reactivos.	313

Bicromato de potasa
Sulfato de plomo

ERRATAS IMPORTANTES.

<u>PÁGINA.</u>	<u>LÍNEA.</u>	<u>DICE.</u>	<u>DEBE DECIR.</u>
10	17	los metales	los de los metales
15	15	ferrocianuro	ferricianuro
19	14	galea	jalea
20	25	su	un
22	7	el	al
34	28	en un	un
42	18	inso	so
53	8	compo	descompo
62	4	antimonio	antimoniuro
70	2	siempre	se determina
75	6	óxido	en óxido
78	22	de mineral	del mineral
79	20	alicia	alisa
90	13	solucion de	solucion amoniacal de
97	16	bisulfuro	subsulfuro
101	30	disolucion de	disolucion amoniacal de
111	27	pasa	pesa
112	18	color	calor
124	30	131	151
179	16	néutra	amoniacal
191	30	cuantas cosas	cuantos casos
107	18	convierta	convierten
225	9	pobres os	piritosos
225	10	tratados	tostados
233	9	sulfúrico	sulfuroso
235	9	temperatura	temperatura elevada
236	5	el	del
241	29	cloro	claro
254	14	del	el
257	25	del plomo obtenido	de la plata obtenida
259	8	emplearse	copelarse
265	18	escoriano	escoriáceo
270	28	del	el