

una cápsula de porcelana, lavándolo con agua y redisolviéndolo en ácido nítrico, para someterlo en seguida al tratamiento volumétrico. La disolución normal de cianuro, debe guardarse en una botella verde, perfectamente tapada y en lugar oscuro.

OBSERVACIONES. — Un ensaye de cobre en una mezcla de piritas dió: por precipitación con hierro 16,6 por ciento; por el sistema volumétrico del cianuro 16,53 y 16,35 por ciento. Otra muestra dió 8,4 y 8,6 por ciento, y una tercera tratada con la batería, dió 1,3 por ciento y por precipitación con zinc también dió 1,3 por ciento de cobre.

ENSAYE ESPECIAL DEL HIERRO.

PROCEDIMIENTO VOLUMÉTRICO. — Se pesa un gramo del mineral reducido á polvo tenue, y se funde en un crisol de platino, ó porcelana, con 4 ó 6 gms. de carbonato de sosa y un gramo de nitrato de sosa, mezclando constantemente estos ingredientes hasta que se tiene una fusión completa; se deja enfriar la masa y se disuelve en una cápsula con agua que se acidulará gradualmente con ácido clorhídrico, hasta que cesa el desprendimiento de gases. La cápsula se debe mantener tapada para evitar cualquiera pérdida. Se vuelve á calentar por un corto rato y después se filtra y lava su contenido.

La disolución que se obtiene, se trata con amoníaco hasta que deja de precipitar; en seguida se hierve, se filtra y se lava por una ó dos veces. El precipitado que se recoge se disuelve en ácido sulfúrico diluido. Esta disolución contendrá el hierro al estado de sulfato, se pone en una botella de seis onzas de capacidad con una tira bien limpia de lámina de platino y un pedacito de zinc amalgamado, que no contenga nada de hierro. Se abandona al

reposo por algunas horas y después se trasvasa á una cápsula grande, en la que se trata con una disolución normal de permanganato de potasa, la cual se prepara como sigue: Se hace una solución de permanganato de potasa en agua, la que se titula por medio de una solución de sulfato de hierro de fuerza conocida. Esta última se obtiene disolviendo 0,2 gms. de alambre de hierro, del que se usa para pianos, bien limpio, en un frasco de cuatro onzas con ácido sulfúrico diluido: este frasco estará tapado de tal manera, que el gas que se desprenda pueda tener salida y el aire no pueda entrar; para conseguir esto, se tapa el frasco con un corcho en el que se encuentra ajustado un tubo de vidrio, como de dos pulgadas de largo, en cuya extremidad hay un pedazo de caucho vulcanizado tapado con un pedazo de barilla de cristal y rajado en un ladito. De esta manera se forma una válvula, que permite la salida del gas. El frasco se calienta únicamente lo necesario para efectuar la disolución del alambre; cuando ya se ha conseguido esto, se decanta el líquido en un vaso de regular tamaño; el frasco se lava en seguida y las aguas del lavado se añaden á la solución que se tiene en el vaso, (el agua que se use debe ser fría); después se añaden de 5 á 10 c. c. de ácido sulfúrico diluido y se procede á titular la solución de permanganato, dejándola correr de centímetro en centímetro cúbico, por medio de una bureta graduada.

El peso del hierro que se disolvió, multiplicado por 0,997, será igual al peso del hierro metálico puro á que equivalen los centímetros cúbicos del permanganato gastado. Todo lo que se necesita es conocer la fuerza de 1 c. c. de la disolución de permanganato, y al hacer un ensaye se multiplica por el número de centímetros cúbicos que se han empleado. El producto equivaldrá al hierro metálico en el mineral.

La presencia del titanio interviene desfavorablemente en este procedimiento. Si tal fuere el caso, la solución aparecerá de un tinte rosado al abandonar la botella al reposo. Para efectuar la separación del hierro y el ácido titánico, se deseca y quema el precipitado amoniacal en un tubo de vidrio que se pueda calentar fuertemente sobre un quemador, por este tubo se debe hacer pasar una corriente de hidrógeno (gas del alumbrado), en seguida se disuelve el hierro y se termina la operación como se ha dicho. Las mismas precauciones que se usan para guardar la disolución normal de cianuro, deberán tenerse con la de permanganato. Véase el ensaye especial del cobre.

OBSERVACIONES. — Una muestra de magnetita y hematita, dió por este método haciendo el ensaye por duplicado, los siguientes resultados.

| | | |
|-----------|--------|-----------------------|
| Nº 1..... | 52,304 | por ciento de hierro. |
| Nº 2..... | 52,416 | » » |

Este mineral no contenía nada de ácido titánico.

ENSAYE ESPECIAL DEL MANGANESO.

El manganeso ocurre en la forma oxidada y sus principales minerales son :

| | |
|--|--|
| Pyrolusita (MnO_2)..... | Puede dar de oxígeno el 18 por ciento. |
| Braunita ($2Mn_3O_4 + MnSiO_4$)..... | » 10 » |
| Manganita ó Acerdesa ($H_2Mn_2O_4$)..... | » 9 » |
| Psilomelana ($MnO + 4MnO_2$)..... | » 9 » |
| Huasmanita (Mn_3O_4)..... | » 6,8 » |
| Wad ($H_2Mn_2O_5$)..... | » Variable. |

La cantidad de oxígeno que pueda rendir un mineral de manganeso, es lo que en la mayor parte de los casos determina su importancia, desde el punto de vista comer-

cial; de donde únicamente es necesario determinar por el ensaye, la cantidad que contenga el bióxido, lo cual se puede averiguar fácilmente, por el método que sigue y que se recomienda por ser á la vez exacto y sencillo.

ENSAYE. — Se pesan de 1 á 2 gms. del mineral pulverizado, que se colocan en un matraz chico, y se le añaden de 5 á 7 gms. de oxalato neutro de potasa reducido á polvo y una poca de agua. Se tapa el matraz con un botón de algodón y se pesa. Después se le añaden paulatinamente como unos 30 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico. Este ácido deberá pesarse en un pequeño frasco, que se vuelve á pesar cuando está vacío, para saber exactamente la cantidad de ácido que se agregó al mineral. Cuando ya ha cesado la efervescencia, se calienta ligeramente el matraz que contiene el mineral hasta que desaparece completamente el polvo negro. Se deja enfriar y se vuelve á pesar. La cantidad de peróxido de manganeso, puede estimarse por el ácido carbónico que se haya desprendido en la operación, haciendo el siguiente cálculo. De la suma del peso original del matraz y los ingredientes, más el ácido sulfúrico que se añadió, se deduce el peso del propio matraz, más el residuo que haya quedado, y la diferencia que resulte se multiplica por 0,9887; el producto dará la cantidad de bióxido de manganeso contenido en el mineral.

OBSERVACIONES. — Cuando el mineral contenga algunos carbonatos (lo que se puede saber poniéndole un poco de ácido nítrico), después de pesar la muestra, se trata con una solución de una parte de ácido sulfúrico en cinco de agua, hasta descomponer todos los carbonatos. Se reconoce el peso en que haya quedado, y después se le añaden también pesado, el oxalato de amoníaco y un poco más de ácido sulfúrico.

El método que acabamos de describir para que fuera

del todo exacto, debería ejecutarse en un aparato especial con exclusión total de aire y con el mayor cuidado para no dejar escapar sino al ácido carbónico, sin que entrase aire húmedo. Véase el análisis cuantitativo por Fresenius, pág. 615 de la edición inglesa.

Una muestra de mineral manganesífero, tratada por este procedimiento dió 64 por ciento de bióxido. La misma muestra dió 63,9 por ciento de bióxido, determinando la cantidad de manganeso metálico y calculando el peróxido que éste formaría. El ensaye se ejecutó, sin embargo, en un aparato á propósito y por consiguiente más perfecto, que el que hemos descrito, pero el principio en que se basa es exactamente el mismo.

DETERMINACIÓN DEL NÍKEL.

Se pesan uno ó dos gramos del mineral y se reverberan con mucho cuidado, añadiendo un poco de carbón y carbonato de amoníaco, cuando la reverberación se está terminando. El mineral reverberado se trata con ácido clorhídrico y nítrico como en el ensaye del cobre. Se deja enfriar y se le añade agua y ácido muriático. Se hace pasar una corriente de hidrógeno sulfurado por la disolución, la cual se calienta, se filtra y se lava. La disolución filtrada se hierve con uno ó dos cristales de clorato de potasa; para expeler el exceso de hidrógeno sulfurado, y para convertir el hierro que pudiera haber en una sesquisal. Se agrega amoníaco en exceso; se hierve, se filtra y se lava. La disolución contendrá el níkel al estado de cloruro. Se deja en reposo por tres ó cuatro horas y se separa el precipitado que se haya reunido, filtrando el líquido; se evapora hasta sequedad, se le agrega ácido sulfúrico y amoníaco en exceso, y se coloca la disolución en una cápsula de pla-

tino, para tratarla en seguida con la batería, como en la determinación del cobre; teniendo particular cuidado en mantener la solución amoniacal y no ácida.

OBSERVACIONES. — La cantidad más pequeña de níkel que se ha determinado por este procedimiento, es de 0,12 por ciento. Para los usos prácticos se encontrará este sistema bastante exacto, pero hay riesgo de incurrir en un error al hacer la separación del hierro, porque parte del níkel se pudiera detener en el precipitado que se forma; esto se puede impedir hasta cierto punto, disolviendo nuevamente y repitiendo la precipitación.

ENSAYE ESPECIAL DEL AZUFRE.

FUENTES. — El azufre nativo y los sulfuros metálicos más ó menos puros. El bisulfuro de hierro (piritas) (FeS_2) es el más común.

ENSAYE. — El ensaye del azufre se hace por destilación y por la vía húmeda; este segundo sistema es el más eficaz.

Para hacer el ensaye del azufre por destilación, se pesa una porción del mineral pulverizado, y se calienta en una retorta, que deberá estar provista de un refrigerante para recoger la flor de azufre. La retorta puede ser de vidrio si el mineral es una tierra sulfurosa, pero es indispensable que sea de hierro al tratarse de piritas. Éstas deberán también mezclarse con arena, para impedir que se fundan en pelotas. La temperatura para las piritas es preciso que sea muy elevada.

El producto de la destilación se pesa y habrá que examinarlo por la vía húmeda, para determinar su pureza; por lo que casi siempre es mejor emplear desde luego este método de ensaye, para lo cual se pesa un gramo del

mineral reducido á polvo, y se funde con cantidades iguales de carbonato de sosa y nitro usando en esta operación un crisol de platino, y poniendo la mezcla en pequeñas porciones. El crisol se debe mantener tapado. La masa que resulta se disuelve en agua y se filtra. Si el residuo aun contiene algo de azufre, habrá que repetir la operación. Á la disolución se le añade ácido clorhídrico y cloruro de bario en ligero exceso; después se calienta por algunos minutos, y se deja que se asiente el precipitado. El líquido se separa por filtración, y el residuo se lava primero con ácido clorhídrico diluido, y después con agua caliente; á continuación se procede á secar y quemar el propio residuo, en una cápsula de porcelana tarada. El peso del precipitado menos el de la ceniza del filtro se multiplica por $\frac{16}{116,5}$ y el producto equivaldrá al peso del azufre en la muestra que se ensaya.

OBSERVACIONES. — Una muestra ensayada por el último procedimiento, dió 32,52 y 32,55 por ciento de azufre; habiéndose tomado dos porciones separadamente, para hacer el análisis y examinado escrupulosamente los precipitados para clasificar su pureza.



CUARTA PARTE.

TABLAS Y PROBLEMAS.