[2]. **Fusion** : sels alcalins.

[3]. **Carbonisation** : substances organiques.

[4]. **Phosphorescence** : terres alcalines, oxydes terreux, oxyde de zinc, oxyde d'étain et quelques minéraux.

[5]. **Décrépitation** : chlorures alcalins, galène et quelques minerais.

ESSAI DANS LE TUBE OUVERT

13. — On place dans le tube, à environ 12 millimètres de l'une de ses extrémités, un fragment de la substance à examiner ou, si le corps décrépite, un peu de substance pulvérisée ; on incline légèrement le tube, de manière à produire un courant d'air dans son intérieur lorsqu'on viendra à le chauffer, et on chauffe graduellement de manière à produire le grillage de l'échantillon. Certaines substances, qui dans le tube fermé n'éprouvaient aucun changement, donnent dans le tube ouvert un sublimé ou dégagent des gaz. Il est indispensable de chauffer graduellement, sans quoi certaines substances pourraient se volatiliser avant d'être oxydées.

Le courant d'air qui traverse le tube peut être augmenté ou diminué à volonté en inclinant le tube plus ou moins.

L'essai dans le tube ouvert permet de déceler les substances suivantes :

14. — *Soufre.* Il se dégage de l'acide sulfureux facile à reconnaître à son odeur et à son action sur le papier de tournesol humide (n° 71).

15. — *Arsenic.* Il se forme un sublimé très volatil d'acide arsénieux formé de très petits cristaux octaédriques. En chauffant très légèrement ce sublimé, on peut le faire passer d'une partie du tube sur une autre (n° 73).

16. — *Antimoine.* Il se produit des fumées blanches qui en partie se dégagent et en partie se condensent sur la partie la plus élevée du tube. Ce sublimé est une poudre blanche qui peut être volatilisée par la chaleur si elle est formée d'oxyde d'antimoine. Dans plusieurs cas, toutefois, l'oxydation est plus complète et il se forme du tétroxyde d'antimoine, poudre blanche non volatile (n° 1).

17. — *Bismuth.* Lorsque le bismuth n'est pas combiné avec le soufre, il est transformé en oxyde brun fusible, qui par le refroidissement devient jaune pâle (n° 2).

Mercure et Amalgames. Ces substances produisent un sublimé de mercure métallique en très petits globules (n° 44).

18. — *Tellure et Tellurures.* Le corps est oxydé et il se forme de l'acide tellureux qui se condense dans la partie supérieure du tube sous forme de poudre blanche non volatile. En chauffant ce sublimé, il fond en gouttes incolores, ce qui le distingue du sublimé d'antimoine.

19. — *Sélénium et Séléniures.* Il se produit l'odeur caractéristique de raifort pourri et il se forme tout près de l'échantillon un sublimé gris d'acier qui devient ensuite rouge (n° 83).

ESSAI DE LA SUBSTANCE SUR LE CHARBON OU SUR LA PLAQUE D'ALUMINIUM

20. — La substance à examiner est placée dans une petite cavité pratiquée à une des extrémités du morceau de charbon que l'on tient légèrement incliné de manière que, la flamme du chalumeau étant dirigée sur elle, l'enduit qui peut se former se dépose sur le charbon. Si la substance est en poudre ou si elle décrépite, on l'humecte avec un peu d'eau pour pouvoir la placer dans la cavité. On peut aussi fondre dans la cavité un peu de borax et y placer le fragment de substance ou la poudre pendant que le borax est encore en fusion.

On soumet le corps successivement à l'action de la flamme d'oxydation et de la flamme de réduction et on observe s'il se produit un des phénomènes suivants : fusion, décrépitation, déflagration, boursouflement, odeur, coloration de la flamme et principalement formation d'un enduit ou réduction à l'état métallique.

Si l'on se sert d'une plaque d'aluminium à la place de charbon, l'essai est placé sur le rebord étroit près de l'angle et on le chauffe à la flamme d'oxydation que l'on incline un peu plus que lorsqu'on emploie le charbon, sa pointe se trouvant à 1 ou 2 centimètres de la substance. C'est une précaution essentielle à prendre ; sans cela, certains enduits pourraient être réduits avant qu'on n'ait pu les observer. On commence par souffler doucement et augmente ensuite graduellement le jet jusqu'à ce que l'enduit cesse d'augmenter. Après examen de l'enduit formé, on recommence l'essai en se servant de charbon comme support. Si l'on n'obtient pas d'enduit, on chauffe l'essai à la flamme de réduction, d'abord seul, puis après l'avoir mélangé avec du carbonate de sodium.

Chaque fois qu'on obtient un enduit, on l'essaye d'abord en le chauffant avec une flamme peroxy-

dante, puis avec la flamme de réduction. On obtient une flamme peroxydante en amenant une bonne flamme oxydante à la distance de 3 à 4 centimètres de l'enduit; on a une bonne flamme de réduction en amenant la pointe de la partie bleue de la flamme contre la plaque. La flamme doit être très nette de manière à ne pas déposer de suie qui pourrait produire une action réductrice; on reconnaît facilement les taches de suie à ce qu'elles disparaissent immédiatement dans la flamme d'oxydation.

Les enduits sont obtenus en couches plus épaisses sur la plaque d'aluminium que sur le charbon, d'abord parce que le rebord vertical arrête plus facilement les vapeurs métalliques et ensuite parce que la plaque ne chauffe pas autant que le charbon dans la partie avoisinant l'essai. De plus, par suite de la couleur grise de la plaque, les enduits bruns ou noirs se distinguent facilement, tandis que sur le charbon ils passent inaperçus. Comme la plaque d'aluminium finit par devenir très chaude, il est nécessaire de la tenir à l'aide de pinces ou d'un support spécial.

21. — [1] **Fusion.** — Les sels alcalins fondent facilement ainsi que quelques sels alcalino-terreux. Après avoir chauffé énergiquement, le résidu a une

réaction alcaline. Quelques-uns sont volatils et forment un enduit sur le charbon. (Voir § 40.)

Les substances suivantes sont infusibles et ne colorent pas la flamme : composés terreux et alcalino-terreux, silice et la plupart des silicates. Les sels terreux et alcalino-terreux donnent une lumière blanche lorsqu'on les chauffe et doivent être essayés avec la solution de cobalt (§ 61).

Lorsque la substance est infusible et change de couleur, cela indique les substances suivantes : oxyde de zinc, oxyde d'étain, bioxyde de titane, pentoxyde de niobium, pentoxyde de tantale, acide tungstique. Ces corps prennent temporairement une couleur jaune.

Parmi les métaux, l'antimoine, le plomb, le cadmium, l'indium, le tellure, le thallium, le bismuth, le zinc et l'étain fondent facilement; le cuivre, l'or et l'argent sont plus difficiles à fondre; enfin le fer, l'iridium, le cobalt, le molybdène, le nickel, le platine, l'osmium, le palladium, le rhodium et le tungstène sont infusibles.

[2] **Décrépitation :** Sel marin et autres sels haloïdes; substances contenant de l'eau interposée entre les cristaux et aussi certains minerais.

[3] **Déflagration :** Azotates, chlorates, iodates et bromates.

[4] **Boursouflement :** Indique des substances contenant de l'eau et aussi les borates et l'alun.

[5] **Odeur :** L'odeur d'acide sulfureux indique un sulfure ; une odeur alliacée, l'arsenic, et l'odeur de raifort pourri, le sélénium.

22. — [6] **Coloration de la flamme.** — Quelques substances ont la propriété de donner à la flamme une coloration caractéristique que l'on observe beaucoup mieux avec le fil de platine ou avec les pinces à bouts de platine qu'avec le charbon. (Voir § 42.)

Les principales colorations que l'on observe sont les suivantes :

Jaune :	sels de sodium.	
Rouge :	lithium.....	*rouge carmin.*
	strontium.....	*écarlate.*
	calcium	*rouge jaunâtre*
Vert :	cuivre	*vert émeraude.*
	baryum	*vert jaunâtre.*
	acide borique.....	*vert.*
	acide phosphorique	*vert bleuâtre.*
	acide molybdique..	*vert jaunâtre.*
Bleu :	sélénium.....	*bleu barbeau.*
	arsenic.....	*bleuâtre.*
	plomb.....	*bleu pâle.*
	chlorure de cuivre	*bleu d'azur puis vert*
Violet :	potassium.	

23. — [7] **Réduction du métal et formation d'un enduit.** — Beaucoup d'oxydes métalliques sont réduits lorsqu'on les chauffe sur le charbon ; quelques-uns sont volatilisés partiellement, tandis que d'autres le sont très rapidement sans qu'il reste aucune trace de métal. Ces vapeurs se condensent sur les parties froides du charbon en formant un enduit qui donne des indications très importantes sur la nature de la substance soumise à l'essai. Il faut avoir la précaution de ne pas confondre avec un enduit la cendre produite par le charbon partout où la flamme a agi.

La plupart des oxydes métalliques peuvent être réduits par l'action seule de la flamme réductrice ; quelques-uns, toutefois, ne sont réduits qu'avec la plus grande difficulté ou même pas du tout. A cette dernière catégorie appartiennent les oxydes de cuivre, de cobalt, de nickel et de fer ; si on les mélange avec du carbonate de sodium ou avec du cyanure de potassium ou encore avec de l'oxalate de potassium, et qu'on soumette le mélange à l'action de la flamme réductrice, on réduit facilement ces oxydes. L'emploi de ces réactifs n'a aucune action sur la formation des enduits.

En opérant comme il vient d'être dit, on peut obtenir :

A]. — UNE RÉDUCTION MÉTALLIQUE SANS ENDUIT.

24. — L'or, l'argent et le cuivre donnent un grain métallique malléable et brillant. Le molybdène, le tungstène, le platine, le palladium, l'iridium, le rhodium, le fer, le nickel et le cobalt donnent une poudre grise infusible qui, pour les trois derniers métaux, est magnétique.

Pour séparer le métal réduit, le fragment de charbon où se trouve l'essai est détaché ; on l'humecte avec un peu d'eau et on le broie dans un petit mortier d'agate ; puis on élimine les parcelles de charbon par lévigation. Les métaux malléables restent alors sous forme de paillettes brillantes et les métaux cassants sous forme de poudre métallique. L'argent, l'or et le cuivre se distinguent par leur couleur blanche, jaune ou rouge; les autres métaux se reconnaissent en les traitant par le borax et le sel de phosphore.

B]. — UNE RÉDUCTION MÉTALLIQUE AVEC ENDUIT.

25. — *Antimoine*. Fond facilement et produit sur le charbon un enduit blanc d'oxyde qui se trouve tout près de l'essai. L'enduit peut être amené d'une place à une autre par la flamme d'oxydation, mais il devient noir et, par suite, disparaît entièrement sous l'action de la flamme

réductrice qui prend alors une légère coloration verte. Si on fond l'antimoine métallique et qu'on le chauffe à la température du rouge, il brûle rapidement en donnant naissance à d'épaisses fumées blanches qui se condensent en partie sous forme de grains blancs ayant l'éclat d'une perle. Si on fait tomber cette perle chaude sur une feuille de papier blanc, elle se divise en un grand nombre de petits fragments qui sautillent en formant des séries de lignes pointillées (n° 1).

Quand on opère avec la plaque d'aluminium, l'enduit prend près de l'essai une couleur jaune; un peu plus loin, il devient blanc pour prendre au delà une teinte blanc bleuâtre. La plupart des minerais d'antimoine présentent ces caractères. La flamme peroxydante noircit momentanément la couleur jaune de l'enduit, tandis que la flamme de réduction le blanchit complètement.

26. — *Bismuth*. Fond facilement dans les deux flammes et donne un enduit jaune orangé à chaud qui devient jaune citron lorsqu'il est froid.

L'enduit est souvent entouré d'un anneau blanc jaunâtre de carbonate de bismuth. L'enduit n'est pas aussi près de l'essai qu'avec l'antimoine ; on peut le faire changer de place avec les deux

flammes, mais il se différencie de l'enduit d'antimoine et de plomb par ce fait qu'il ne colore pas la flamme de réduction. Les grains métalliques obtenus sont blanc rougeâtre, brillants et très oxydables (n° 2).

En le chauffant sur la plaque d'aluminium, l'enduit est imperceptible ou même nul, mais en employant le petit support de charbon il est facilement obtenu tout près de l'essai avec une couleur jaune, qui passe à l'orangé et puis au brun. Un enduit jaune se forme également sur le rebord de la plaque. La flamme peroxydante fonce temporairement les parties jaune et orangé (voir le plomb), tandis que la flamme de réduction les blanchit.

27. — *Plomb*. Facilement fusible, forme sur le charbon avec les deux flammes un enduit d'oxyde qui est jaune citron à chaud, devenant jaune soufre à froid et entouré d'une auréole blanche de carbonate de plomb. L'enduit est aussi éloigné de l'essai qu'avec le bismuth, il peut être déplacé par les deux flammes, mais la place qu'il occupait devient bleuâtre sous l'action de la flamme de réduction. Les grains métalliques obtenus sont gris, très malléables et facilement oxydables (n° 3).

Sur la plaque d'aluminium, on ne peut obtenir d'enduit qu'en se servant du petit support de charbon comme pour le bismuth. L'enduit est brun café avec un anneau de couleur jaune pâle dont les bords sont blancs. Les parties jaunes et blanches deviennent brunes dans la flamme peroxydante et conservent cette couleur à froid, tandis qu'avec le bismuth la couleur brune disparaît par le refroidissement. Dans la flamme de réduction toutes les parties de l'enduit deviennent noires.

28. — *Étain*. Fond très facilement ; chauffé dans la flamme oxydante, il s'oxyde et couvre le charbon autour de l'essai d'une sorte d'enduit jaunâtre à chaud, blanc à froid, qui n'est volatilisé par aucune des deux flammes. Dans la flamme de réduction, le métal fondu reprend son éclat et le bouton métallique obtenu est blanc, malléable et très oxydable (n° 4).

Sur la plaque d'aluminium on obtient un faible enduit en chauffant pendant longtemps sur le support en charbon. La réaction sur ce support est la même que sur le charbon.

29. — *Argent*. L'oxyde d'argent se réduit facilement en donnant un bouton métallique brillant. Si ce bouton est ensuite chauffé pendant longtemps dans une forte flamme oxydante, il se pro-

duit un enduit rouge foncé (n° 5). Si l'argent contient du plomb ou de l'antimoine, un enduit jaune ou blanc se forme avant l'enduit rouge foncé; lorsque le plomb et l'antimoine s'y trouvent en même temps, l'enduit a une couleur rose vif.

Sur la plaque d'aluminium, on obtient un enduit brun dont le rebord brillant a une teinte rougeâtre. Au dessous et tout près de la partie incandescente du charbon, il se produit une bande étroite presque blanche avec une faible teinte rose. La flamme peroxydante donne à toutes les parties de l'enduit une teinte plus sombre, tandis que la flamme de réduction produit un cercle blanc présentant l'apparence de l'argent brillant. La manière dont l'argent se comporte sur la plaque d'aluminium n'est pas très caractéristique, car un certain nombre de minerais de ce métal ne donnent lieu à aucune réaction. L'enduit rose vif que l'on obtient lorsque l'argent se trouve en présence de l'antimoine s'obtient cependant très bien sur la plaque d'aluminium; cette réaction est du reste très caractéristique.

30. — *Or*. Fond sur le charbon sans donner d'enduit.

Sur la plaque d'aluminium on obtient un enduit,

mais il faut chauffer pendant longtemps en se servant du support en charbon. L'or est alors volatilisé et tout près du charbon, sur la plaque, on voit une légère pellicule jaune d'or en dehors et tout autour de laquelle se trouvent de petites taches d'or entraînées mécaniquement.

31. — *Thallium*. L'essai fond facilement et donne un enduit d'oxyde blanc qui s'étend sous l'action d'une flamme peu forte; au contact de la flamme, l'enduit prend une coloration verte et l'oxyde disparaît. La perle fondue colore également la flamme en vert et reste fluide assez longtemps après qu'elle a été soustraite à l'action de la flamme; il se produit quelquefois un enduit brun tout autour de l'essai.

Sur la plaque d'aluminium, il se produit d'abord un enduit blanc assez considérable qui, à mesure que la température de la plaque augmente, devient brunâtre. Dans la flamme peroxydante, cet enduit blanc passe immédiatement au rouge brun. Ce changement de couleur est beaucoup plus rapide à obtenir qu'avec le plomb et la coloration obtenue est bien différente. Dans la flamme de réduction toutes les parties deviennent noires et dans les parties les plus épaisses de petites perles noires peuvent être vues à l'aide d'une loupe.

32. — *Indium*. L'essai fond facilement et est entouré d'un enduit qui est jaune foncé à chaud et jaune clair à froid. Cet enduit est chassé avec difficulté par la flamme de réduction qui prend une coloration bleu violette.

33. — *Germanium*. L'essai fond facilement sur le charbon en produisant une perle qui se meut rapidement pendant tout le temps qu'elle reste dans la flamme ; il se dégage des fumées blanches qui donnent un enduit blanc. Si on fait tomber la perle chaude sur une feuille de papier, elle se divise en un grand nombre de petites perles qui sautent comme cela se produit avec l'antimoine ; mais ce phénomène cesse plus tôt, parce que le point de fusion du germanium est beaucoup plus élevé que celui de l'antimoine. L'oxyde de germanium peut être réduit sur le charbon avec la flamme de réduction, mais avec une certaine difficulté, et il se forme en même temps un enduit blanc. On doit éviter l'emploi d'un flux alcalin (Winkler).

C]. — ON OBTIENT UN ENDUIT SEUL.

34. — *Arsenic*. L'arsenic se volatilise sans fusion préalable et en développant l'odeur alliacée qui le caractérise ; à une certaine distance de l'essai, le charbon se recouvre d'un enduit qui

disparaît sous l'action des deux flammes. Cet enduit volatil donne à la flamme une coloration d'un bleu clair (n° 6).

Sur la plaque d'aluminium sans support de charbon, on obtient un enduit blanc et il se produit une tache noire à l'endroit où était déposé l'essai. Avec le support de charbon, lorsque l'essai contient beaucoup d'arsenic, une grande partie de l'enduit est de couleur gris noir et de larges taches noires se produisent autour du support sur la plaque. Sous l'action de la flamme peroxydante, la partie blanche de l'enduit reste sans changement, mais se volatilise rapidement dès que la plaque s'échauffe ; les parties grises et noires blanchissent et se volatilisent partiellement, mais les taches noires restent. La flamme de réduction volatilise rapidement l'enduit et l'odeur caractéristique de l'arsenic se perçoit facilement.

35. — *Zinc*. Le zinc fond facilement et brûle dans la flamme d'oxydation avec une flamme éclatante blanc verdâtre ; d'épaisses vapeurs blanches se dégagent et se condensent en partie sur le charbon. Cet enduit est de l'oxyde de zinc, qui est jaune à chaud et devient blanc lorsqu'il est froid. Cet enduit devient très brillant dans la flamme d'oxydation, mais ne disparaît pas (n° 7).