mieux en mélangeant la substance finement pulvérisée avec 4 parties de bisulfate de potassium et 1 partie de fluorure de calcium (Turner). Le mélange humecté avec une goutte d'eau est placé dans la flamme et tenu dans la boucle du fil de platine ; à la fusion, il se forme du fluorure de bore qui colore la flamme en vert pur. Comme cette coloration n'est que momentanée, il faut beaucoup d'attention pour l'apercevoir.

Une autre réaction, très bonne, a été indiquée par Iles. La substance finement pulvérisée et placée sur une feuille de platine est humectée avec de l'acide sulfurique ; l'excès d'acide est chassé en chauffant et on forme une pâte avec la poudre qui reste et de la glycérine. Cette pâte mise sur le fil de platine est chauffée dans la flamme qui se colore alors en vert.

La présence du cuivre masque la réaction donnée par le fluorure, parce qu'il se forme du fluorure de cuivre qui colore la flamme en vert intense. L'essai avec la glycérine peut toutefois être employé dans ce cas particulier, car, si le cuivre se trouve en quantité suffisante pour colorer la flamme en vert avant qu'on n'ait ajouté la glycérine, il suffit d'ajouter à la pâte un peu de carbonate de sodium pour que la coloration jaune, due au sodium, masque la coloration verte produite par le cuivre, sans empêcher celle que donne le bore (Hutchings).

130. — La réaction suivante est des plus sensibles pour caractériser les *borates* alcalins et ceux des métaux alcalino-terreux. L'essai est dissous dans l'acide chlorhydrique étendu et on plonge en partie dans la dissolution un fragment de papier de curcuma ; on sèche ensuite le papier à 100° et la portion de papier qui a été en contact avec le liquide prend alors une coloration rouge brunâtre lorsque l'acide borique s'est trouvé présent. Cette coloration ne doit pas être confondue avec la coloration brun foncé que l'acide chlorhydrique concentré communique au papier de curcuma.

La coloration rouge de ce papier passe au noir verdâtre ou bleuâtre lorsqu'on le mouille avec une dissolution alcaline.

131. — Brome. — La manière dont se comportent les composés du brome en présence du bisulfate de potassium est indiquée paragraphe 64.

Si à une perle de sel de phosphore contenant de l'oxyde de cuivre on ajoute un composé de brome et que l'on chauffe avec la pointe de la partie bleue de la flamme, cette dernière se colore en bleu verdâtre particulièrement sur le bord (n° 31). Après

volatilisation du brome, la coloration verte, due au cuivre, réapparaît. Le chlore donne la même réaction. (Voir § 133.)

132. Cadmium. — Pour les réactions du cadmium et de ses composés, voir les paragraphes 11, 36, 62, 63, 84 et le n° 20 du tableau, page 249.

Oxydes de cadmium et de zinc. — L'essai pulvérisé est mélangé avec du carbonate de sodium et chauffé sur le charbon dans la flamme de réduction. Il se forme d'abord un enduit brun d'oxyde de cadmium, puis un enduit d'oxyde de zinc qui est moins volatil (n° 50).

133. — Chlore. — Les réactions données par les composés du chlore sur le charbon sont indiquées au paragraphe 40 ; celles qu'ils donnent avec le bisulfate de potassium sont données au paragraphe 64.

On commence par dissoudre de l'oxyde de cuivre dans une perle de sel de phosphore sur le fil de platine, et cela jusqu'à ce que la perle devienne presque opaque ; cela fait, on prend un peu de l'essai pulvérisé (n° 33), on le place sur la perle et on amène la pointe de la partie bleue de la flamme un peu au-dessus de la substance. En présence du chlore, la flamme prend une coloration bleue

intense due à la formation du chlorure de cuivre (voir § 42). Des traces de chlore sont décelées par cette réaction. Le brome produit un effet semblable.

134. — Lorsqu'un *chlorure* est doucement chauffé avec du chromate de potassium sec et de l'acide sulfurique concentré, il se dégage des vapeursd'acide chlorochromique de couleur rouge brunâtre foncé, qui se condensent en un liquide de même couleur. L'ammoniaque fait passer ce liquide au jaune.

135. — Chrome. — Pour les réactions du chrome et de ses composés, voir les paragraphes 41, 60, 62, 66, 67, 102 et le n° 22 du tableau, page 252.

Les réactions obtenues avec le borax et le sel de phosphore sont généralement très caractéristiques ; cependant les colorations sont souvent masquées par la présence d'une grande quantité de fer, de cuivre ou d'autres substances donnant une coloration intense. Dans ces cas particuliers, lorsqu'il n'est pas combiné avec la silice, la recherche du chrome peut s'effectuer de la manière suivante : l'essai finement pulvérisé est mélangé avec le double de son volume de carbonate de sodium et d'azotate de potassium pris par parties égales et ensuite fondu dans une cuillère de platine ou dans

une spirale de fil de platine à l'aide d'une forte flamme oxydante. Il se forme un chromate alcalin que l'on dissout dans l'eau et que l'on fait bouillir avec un excès d'acide acétique. Un cristal d'acétate de plomb, jeté dans la dissolution, produit un précipité jaune de chromate de plomb que l'on recueille sur un filtre et que l'on soumet ensuite aux essais avec le borax et le sel de phosphore. Si au lieu d'acétate de plomb, on ajoute de l'azotate d'argent, il se produit un précipité rouge pourpre foncé de chromate d'argent.

136. — Les *silicates* contenant peu de chrome en même temps que du fer ou des oxydes métalliques colorant fortement les perles sont d'abord traités sur le charbon avec une partie de carbonate de sodium et une demi-partie de borax dans la flamme d'oxydation jusqu'à ce qu'une perle transparente soit formée ; cette perle est ensuite pulvérisée et traitée avec de l'acide chlorhydrique dans une capsule de porcelaine et l'on évapore à sec. Les chlorures ainsi formés sont dissous dans l'eau et séparés de la silice formée par filtration ; le fer est oxydé en le faisant bouillir avec quelques gouttes d'acide azotique et l'on précipite par l'ammoniaque l'oxyde basique de chrome en même temps que les autres substances. Le précipité recueilli sur un

filtre et lavé est ensuite traité, comme il a été dit plus haut, avec le carbonate de sodium et l'azotate de potassium.

137. — **Cobalt.** — Les réactions de cobalt et de ses composés sont données dans les paragraphes 41, 62, 63, 89 et dans le n° 20 du tableau page 249. Pour la recherche du cobalt en présence d'autres métaux, voir les paragraphes 145, 148 et 153.

Pour rechercher le cobalt dans les composés métalliques, il est nécessaire que la substance soit finement pulvérisée et grillée sur le charbon, afin de chasser l'arsenic et le soufre. Dans ces conditions, lorsque le plomb et le bismuth se trouvent présents, il se produit des enduits sur le charbon. Le résidu est ensuite chauffé avec du borax dans la flamme d'oxydation. S'il se forme un verre qui ne soit pas d'un bleu absolument pur, cela indique la présence du fer. (Voir § 147.) Dans ce cas, on enlève le verre formé autour de l'essai et on ajoute de nouvelles quantités de borax jusqu'à ce qu'on obtienne une coloration d'un bleu bien net. Le nickel et le cuivre passent dans le flux, lorsque le cobalt présent a été oxydé. Pour la recherche de ces métaux, le verre bleu est séparé de la perle que l'on fond (dans la flamme d'oxydation) avec

de nouvelles portions de borax jusqu'à ce que le verre formé devienne brun sous l'action de l'oxyde de nickel. Après avoir enlevé ce verre, on ajoute du sel de phosphore et l'on chauffe, toujours avec la flamme d'oxydation, et l'on obtient, lorsque la substance contient du cuivre, une perle verte, qui à froid conserve sa couleur et réduite sur le charbon avec un peu d'étain devient rouge et trouble (nos 74 et 75).

138. — Le procédé qui vient d'être indiqué peut être modifié pour permettre de mieux séparer le nickel et le cuivre. Pour cela, on ajoute au borax un peu de plomb pauvre et l'on chauffe dans la flamme de réduction. Le nickel et le cuivre passent dans le globule de plomb ; le verre formé est examiné sur le fil de platine pour la recherche du cobalt, tandis que le globule de plomb, chauffé dans la flamme d'oxydation avec du sel de phosphore, devient vert à froid en présence du nickel et du cuivre. Le nickel seul donne une perle jaune et le cuivre seul une perle bleue qui, par réduction sur le charbon avec de l'étain, donne une perle trouble de couleur rouge.

139. — **Cuivre.** — Pour les réactions du cuivre et de ses composés, voir les paragraphes 24, 41, 56, 62, 63, 97 et le n° 25 du tableau, pages 254 et 255.

Le cuivre est facile à caractériser par la perle brune de borax et la perle rouge de sel de phosphore que l'on obtient lorsque ces perles, produites dans la flamme d'oxydation, sont ensuite chauffées sur le charbon avec de l'étain dans la flamme de réduction. En oxydant et en réduisant à plusieurs reprises, la perle de borax devient rouge rubis, particulièrement lorsque la perle réduite est ensuite oxydée très lentement.

140. — Pour rechercher des traces de cuivre en présence d'autres métaux, l'essai (nos 24, 82 ou 81) est chauffé sur le charbon dans la flamme d'oxydation afin de chasser tous les composés volatils. De l'acide borique, préalablement fondu sous forme de perle, est alors ajouté et le tout est chauffé dans une large flamme de réduction qui doit recouvrir l'essai. Dès que l'essai prend un aspect métallique, on chauffe le verre avec la pointe de la flamme oxydante, mais en ayant soin de ne pas effleurer le globule métallique. En procédant ainsi, le plomb, le fer, le cobalt, une partie du nickel et aussi les composés volatils que le grillage préalable n'aurait pas complètement chassés, tels que le bismuth, l'antimoine et le zinc, sont transformés en oxydes et sont ou volatilisés ou absorbés par le verre formé. Le globule métallique qui reste

est séparé de ce verre, dissous sur le charbon dans le sel de phosphore à l'aide de la flamme d'oxydation et réduit ensuite en présence de l'étain dans la flamme de réduction.

141. — Pour rechercher le cuivre dans des composés contenant beaucoup de nickel, de cobalt, de fer et d'arsenic, on traite d'abord l'essai avec le borax sur le charbon, dans la flamme de réduction, afin de dissoudre la majeure partie du fer et du cobalt. Le globule métallique qui reste est alors chauffé avec du plomb pauvre et de l'acide borique, comme il a été indiqué ci-dessus. L'arsenic est volatilisé et le reste du fer et du cobalt ainsi qu'une partie du nickel sont absorbés par le borax. Le globule métallique, séparé du verre formé, est dissous dans le sel de phosphore avec une flamme oxydante ; dans ces conditions, la présence du cuivre est indiquée par la coloration vert foncé de la perle qui devient vert clair par le refroidissement, coloration due au mélange de la couleur jaune que produit le nickel et de la couleur bleue donnée par le cuivre (n° 78).

Pour la recherche du cuivre en présence de l'étain, voir le paragraphe 145.

142. — Si le cuivre est combiné avec le soufre, l'essai est grillé sur le charbon et l'on examine

ensuite la manière dont il se comporte avec le sel de phosphore. Si la perle est noire ou grise, cela provient de la présence de l'antimoine ou du bismuth, et il faut, après grillage, traiter l'essai avec du carbonate de sodium, du borax et du plomb pauvre sur le charbon dans la flamme de réduction ; le globule métallique séparé est alors fortement chauffé pour chasser l'antimoine, puis on ajoute du borax et l'on continue comme il est indiqué au paragraphe 140 (n° 72).

143. — Les minerais cuprifères donnent souvent une coloration verte à la partie non éclairante de la flamme, ou une coloration bleue lorsque le métal est combiné au chlore. Si cette réaction ne se produit pas immédiatement, on peut, dans la plupart des cas, la faire apparaître en pulvérisant la substance, l'humectant avec une goutte d'acide chlorhydrique concentré, puis évaporant à sec ; on prend la poudre qui reste, on en fait une pâte avec de l'eau et on la place sur la boucle de platine pour la mettre dans la flamme (n° 69).

144. — **Étain.** — Les réactions de l'étain et de ses composés sont données dans les paragraphes 12, 28, 61, 62, 63, 98 et dans le n° 26 du tableau, pages 256 et 257. Si une petite quantité d'un composé de l'étain est ajoutée à une perle

de borax colorée en bleu par l'oxyde de cuivre et qu'on la chauffe dans la flamme de réduction, la perle se colore en brun.

Les substances contenant de l'étain à l'état d'oxyde sont chauffées sur le charbon avec du carbonate de sodium et du borax dans la flamme de réduction. On obtient ainsi un globule métallique d'étain très facile à fondre. Ce globule, séparé du flux et chauffé dans la flamme d'oxydation, se transforme en oxyde blanc, qui se dépose sur le charbon tout auprès de l'essai. Traité par la solution d'azotate de cobalt, cet enduit devient vert bleuâtre. Lorsque l'étain se trouve en présence du zinc, dont les réactions sont analogues, l'étain peut être caractérisé par l'enduit d'iodure qu'il forme. (Voir § 63.) Lorsqu'on a des sulfures, on les grille avant de les soumettre au traitement indiqué ci-dessus.

145. — Dans les alliages métalliques, l'étain est facile à caractériser parce que le globule obtenu n'est jamais brillant ni exempt d'oxyde, même en employant une flamme de réduction très puissante.

Les alliages de cuivre et d'étain (métal à canon, métal de cloche et bronze) sont examinés comme suit : La substance est fondue dans la flamme de réduction avec un flux composé d'une partie de carbonate de sodium, d'une moitié de borax et

d'un tiers de silice ; on chauffe jusqu'à ce que le globule métallique prenne un mouvement de rotation. On chauffe alors avec la flamme d'oxydation, principalement le verre formé, et de manière que le globule métallique soit en contact d'un côté avec le verre, de l'autre avec le charbon. L'étain s'oxyde et l'oxyde formé se dissout dans la perle, tandis que le cuivre reste. On sépare ce dernier pour le traiter par le sel de phosphore, tandis que le verre est pulvérisé et réduit sur le charbon avec du carbonate de sodium ou de potassium (n° 49).

146. — Fer. — Pour les réactions du fer et de ses composés, voir les paragraphes 12, 24, 41, 62, 87 et le n° 27 du tableau, pages 258 et 259. Afin de distinguer le protoxyde du peroxyde, on ajoute un fragment de la substance à une perle de borax contenant du cuivre. En présence du peroxyde, la perle se colore en gris bleuâtre, tandis qu'avec le protoxyde on voit des raies rouges d'oxyde cuivreux.

Pour rechercher le fer en présence de métaux facilement fusibles, tels que le plomb, le bismuth, l'antimoine, l'étain ou le zinc, on chauffe la substance sur le charbon avec du borax et à l'aide de la flamme de réduction. Les métaux facilement réductibles ne s'oxydent pas et ne sont par consé-

quent pas absorbés par le verre. Le verre formé, séparé du globule métallique, est chauffé sur un morceau de charbon neuf dans la flamme de réduction et prend alors la couleur caractéristique vert bouteille donnée par le fer, couleur qui devient vert couperose lorsqu'on ajoute un peu d'étain.

147. — En présence du cobalt, la perle devient bleue au lieu de prendre la couleur verte. Dans ce cas, pour rechercher le fer, on chauffe la perle bleue sur le fil de platine dans la flamme d'oxydation pendant suffisamment de temps pour que tout le fer soit transformé en peroxyde. Lorsqu'il y a très peu de fer, la perle devient verte à chaud et bleue à froid; lorsque le fer est en plus grande quantité, la perle est vert foncé à chaud et vert pur à froid; cette dernière coloration provient du mélange des couleurs jaune et bleue produites respectivement par le fer et le cobalt.

Le résidu métallique restant sur le charbon après que la substance a été traitée par le borax (souvent du nickel et du cuivre) est ensuite examiné d'après la méthode indiquée dans le paragraphe 140.

148. — Lorsque la substance contient du manganèse (nos 80 et 65), la perle de borax obtenue dans la flamme d'oxydation prend une coloration allant du

rouge au rouge sang. Réduite avec l'étain sur le charbon, sa couleur devient vert couperose. Si, en même temps que du manganèse, il y a du cobalt, on obtient dans la flamme extérieure une perle violet foncé qui, portée dans la flamme de réduction, devient verte à chaud et bleue en refroidissant.

149. — Pour rechercherle fer dans les minerais de nickel, on dissout l'essai dans le borax à la flamme d'oxydation et on le chauffe ensuite sur le charbon dans la flamme de réduction. Le nickel métallique se sépare et le fer reste en dissolution dans le verre qu'il colore en vert.

150. — Si la substance contient du fer et du cuivre, la perle de borax obtenue dans la flamme d'oxydation est verte aussi bien à chaud qu'à froid; chauffé ensuite sur le charbon dans la flamme de réduction, le cuivre se sépare de la perle et le verre prend la couleur verte due au fer. Si la substance contient peu de cuivre, l'essai est fondu avec du borax, du carbonate de sodium et du plomb pauvre; le globule métallique obtenu est chauffé ensuite avec de l'acide borique dans la flamme d'oxydation; on recherche le cuivre avec le sel de phosphore et l'étain.

151. — Lorsque le fer se trouve en présence du

chrome, la couleur du verre ne donne aucune indication sur la présence du fer. On fond la substance sur le charbon dans la flamme de réduction après l'avoir mélangée à du carbonate de sodium ; le fer réduit est séparé du flux par lavage et le résidu est alors fondu avec de l'azotate de potassium afin de rechercher le chrome.

152. — Les oxydes de fer et d'uranium ne peuvent être distingués l'un de l'autre par les méthodes de la voie sèche. Pour les séparer, l'essai est fondu avec du bisulfate de potassium, traité ensuite par l'eau, et l'on précipite le fer de la dissolution par du carbonate d'ammonium ; on filtre et le liquide filtré acidifié est porté à l'ébullition afin de chasser l'acide carbonique : l'ammoniaque mise ainsi en liberté produit un précipité jaune d'oxyde d'uranium. Les deux oxydes ainsi séparés sont ensuite examinés (n° 66).

153. — Lorsque la substance contient du fer, du nickel, du cobalt, du manganèse et du cuivre, on la fond avec de l'arsenic métallique ou avec de l'arséniate de potassium et la masse, traitée par le borax dans les différentes parties de la flamme d'oxydation, donne un verre qui est :

d'abord vert jaunâtre.....	*fer*
puis bleu.....	*cobalt*
puis brun.....	*nickel*
enfin vert.....	*cuivre*

Sous l'action de la flamme réductrice, le nickel et le cuivre peuvent être séparés de la perle de borax, tandis que le fer, le cobalt et le manganèse restent en dissolution et ce mélange est ensuite examiné comme il est indiqué au paragraphe 148.

154. — Fluor. — Les composés du fluor, chauffés avec quatre fois leur poids de bisulfate de potassium dans un tube fermé d'un bout, laissent dégager de l'acide fluorhydrique qui fait passer au jaune paille un papier imprégné d'extrait de bois de Fernambouc et qui aussi attaque le verre tout autour de l'essai. Il est préférable de chauffer ce mélange de haut en bas pour éviter les projections de matière hors du tube ; cela permet, en outre, de mieux voir la corrosion du verre après que le tube a été lavé et séché. Les minerais dans lesquels l'acide fluorhydrique est combiné en même temps avec des bases faibles et avec l'eau produisent facilement cette réaction dans le tube fermé.

155. — Pour rechercher de très petites quantités de fluor dans les minerais, etc., on doit employer la méthode suivante. Une petite feuille de platine