

ponderable de este gas contenido en 100 partes de la materia.

$$\frac{0.0441 \text{ gramo.}}{0.2305 \text{ gramo.}} = 6.14$$

La determinación del ázoe en forma de amoníaco es más sencilla y espeditiva. Débese este procedimiento á *Monwell* y *Warrentrapp*. Fué simplificado ulteriormente por *Bineau* y aun más adelante por *Peligot*. La describiremos tal como este último químico la practicó.

Digamos ante todo en qué consiste.

Calientase hasta el rojo oscuro en un tubo de combustion la materia azoada mezclada con cal sódica: (1) el ázoe se trasforma en amoníaco, que es absorbido por el ácido sulfúrico normal; la porción de este ácido que queda libre, indica la cantidad de amoníaco producida, y por tanto, la cantidad de ázoe contenida en la materia. Se barre el tubo de combustion por medio del hidrógeno. Este gas se desprende por el ácido oxálico descompuesto bajo la doble influencia de los álcalis y del calor.

Hé aquí cómo se opera.

En el fondo de un tubo de cristal poco fusible, de medio metro de longitud á lo más, se pone un gramo de ácido oxálico próximamente y de esa misma cal. El resto del tubo se llena con cal sódica hasta 3 ó 4 centímetros del extremo. Para evitar la proyección de un poco de álcali en el aparato que debe cerrar el tubo, se termina la llanura con asbesto ó amianto.

El aparato por donde deben pasar los gases al salir del tubo, consiste en una especie de condensador de tres globos, representado por la figura 98 (ABONOS AGRÍCOLAS).

A, extremo metido en un tapon de corcho que debe cerrar el tubo de combustion; B, extremo más ancho por el que se introduce el

líquido; C C, globos asaz espaciosos para que cada uno pueda contener todo el líquido del condensador.

Ese aparato debe contener bastante ácido sulfúrico para saturar 0.2125 gramo de amoníaco, cantidad que corresponde á 0.175 gramo de ázoe. En otros términos, la cantidad real de ácido sulfúrico ( $\text{SO}^4\text{H}^2$ ) que debe contener el condensador, será igual á 0.6125 gramo. La combustion se hace de la misma manera que en un análisis ordinario.

Falta decir cómo se prepara el ácido sulfúrico normal y cómo se determina la porción de ese ácido que ha quedado libre después de la combustion.

Se añade á 61.250 gramos de ácido sulfúrico concentrado bastante agua para formar un volumen de un litro. Luego, 10 centímetros de este licor contienen 0.6125 gramo de ácido real. No se ha de tomar con una pipeta graduada más que esa cantidad de líquido é introducirla en el condensador por el extremo B: añádase enseguida un poco de agua destilada ya sea para lavar la pipeta, ya para aumentar la masa del líquido, á fin de que los gases que deben atravesarlo, hayan de vencer cierta presión.

Conócese la proporción de ácido sulfúrico que reste libre, por medio del sacarato de cal, (1) operando poco más ó menos como para un ensayo alcalimétrico.

Al efecto se comienza por determinar con una bureta el volumen de sacarato de cal necesario para saturar 10 c. c. de ácido sulfúrico normal (= 0.6125 gr. ( $\text{SO}^4\text{H}^2$ )). Se conoce la saturación por el cambio de color que experimenta el ácido previamente enrojado con la tintura de tornasol. Así que se ha efectuado esa determinación no se tiene que hacer otra cosa sino saturar, con el mis-

(1) Se prepara el sacarato de cal poniendo cal apagada en contacto con una disolución de azúcar de caña, y después de algunas horas se echa la mezcla en un filtro. El licor que pasa limpio é incoloro, es una disolución de sacarato de cal, que se guarda al abrigo del contacto del aire.

(2) Se prepara la cal sólida apagando 2 partes de cal viva con agua que tenga en disolución 1 de sosa cáustica: esta mezcla se calienta luego en un crisol de barro, y luego se guarda en frascos herméticamente cerrados.

$$\frac{1076}{0.541} = 16.20$$

Todo lo que se ha dicho referente al análisis elemental orgánico atañe á los casos más sencillos. Siempre se han supuesto materias en estado sólido que no contenían más que los cuatro elementos principales: carbono, hidrógeno, oxígeno y ázoe. Es decir, las sustancias vegetales orgánicas de los vegetales.

En cuanto á las materias minerales, como pueden depender indiferentemente de las plantas y del suelo, lo que vamos á decir entrará en el análisis elemental inorgánico.

3. ANÁLISIS DE LAS MATERIAS MINERALES INORGÁNICAS. § 168. Esas materias pueden clasificarse en 7 categorías.

- 1.º La sílice.
- 2.º La alúmina.
- 3.º La cal.
- 4.º La magnesia.
- 5.º El fósforo y los fosfatos.
- 6.º El azufre y los sulfatos.
- 7.º La potasa y la sosa.

4. SÍLICE. § 169. Para separar la sílice después de calcinar la masa se disuelve en el ácido hidroclórico diluido; lo cual se logra fácilmente sacando del crisol la masa. Cuando se emplea el carbonato de potasa no hay ninguna dificultad. Se vierte el crisol en un vaso de vidrio de tamaño conveniente, se comprime un poco y repetidas veces la abertura del crisol, de manera, sin embargo, que la compresión no exceda de la elasticidad del metal: entonces se desprende la masa y cae en el vaso. Lo que resta en el crisol, se saca por medio del ácido hidroclórico diluido y se añade á la masa salina que está en el vaso de vidrio. Se echa enseguida agua y se cubre la cápsula con un disco de vidrio encorvado hácia el interior á guisa de un vidrio de reloj. Se añade ácido hidroclórico mientras quede algo no disuelto, y cuando ha cesado toda efervescencia se calienta despacio para desalojar todo el ácido carbónico, porque este

mo reactivo y con las mismas precauciones, el ácido que se ha encontrado en el condensador durante el análisis. En este último caso el volumen de sacarato de cal empleado debe ser menor que el volumen necesario para saturar todo el ácido en el ensayo previo.

La diferencia que existe entre las dos determinaciones sirve para dar á conocer la cantidad de amoníaco, y por consiguiente la cantidad de ázoe contenida en la materia analizada.

Supongamos que los 10 c. c. de ácido sulfúrico normal hayan exigido para neutralizarse 40 divisiones de sacarato de cal, y que la misma cantidad de ácido que ha servido al análisis haya exigido 10: es evidente que los  $\frac{3}{4}$  de este último se han saturado con el amoníaco procedente de la materia azoada, y por tanto el ázoe de esa materia ha debido ser igual á tres veces el cociente de 0.175 gramo, dividido por 4.

Probémoslo con un ejemplo:

Materia azoada sometida á la combustion. . . . .	= 0.541 gramo.
Sacarato de cal empleado para saturar el ácido sulfúrico del condensador. . . . .	= 15 divisiones.
Sacarato de cal empleado para saturar 10 c. c. de ácido sulfúrico normal. . . . .	= 39 —

La diferencia entre los dos volúmenes de sacarato es de 24 divisiones; pero esas 24 sirven al ázoe que se ha exhalado en forma de amoníaco, durante el análisis, como las 39 divisiones son para el ázoe (0.175 gr.) equivalentes al ácido contenido en los 10 centímetros cúbicos de licor normal:

$$\text{Así } 24 : x :: 39 : 0.175 \\ \text{de donde } \frac{0.175 \times 24}{39} = 1076$$

Sólo faltaba dividir 1076 por el peso de la materia analizada para conocer la porción de ázoe que esa misma materia encierra y por consiguiente:

gas al exhalarse durante la evaporacion, produciría una ebullicion que daría una pérdida. Si la descomposicion ha sido total, la disolucion es trasparente y nada queda no disuelto, á menos que sean leves copos semejantes á una materia recién precipitada. Cuando en cambio no se ha descompuesto una parte de la masa, queda en el fondo del vaso, y al removerla con un tubo de vidrio produce al tacto igual efecto que finísima arena; siendo entonces preciso repetir la operacion con otra cantidad de materia. Esto suele suceder cuando no se ha triturado bastante; ó bien cuando al tratarla con agua, no se ha tenido bastante cuidado para que quedasen en el polvo fino decantado partes menos pulverizadas.

Vaporízase enseguida la disolucion hidroclicórica á calor lento hasta secarla. Para ello suelen emplearse cápsulas de platino ó en su defecto, de porcelana; debiendo emplearse éstas solamente cuando la disolucion se ha hecho en el agua régia, ó cuando encierra un cuerpo que podría despedir cloro. Conviene no servirse del vidrio, porque su calidad jamás es bastante buena para no ser atacada al final de la evaporacion. Debe la cápsula cubrirse con un papel, y nunca el color ha de ser bastante vivo para que arda el líquido, pues las partes proyectadas al papel se perderian. Al final de la operacion se remueve la masa que comienza á solidificarse, hasta que se ponga perfectamente seca y no despida olor de ácido hidroclicórico; y sin esta precaucion el agua disolvería una parte de la sílice. Cuando la masa está perfectamente seca, el hierro, la alúmina y la magnesia han perdido á veces su ácido y no se disolverian en el agua. Por esto se humedece la masa con ácido hidroclicórico concentrado, se tapa el vaso con un disco de vidrio y se deja en reposo por algunas horas. Trátase enseguida por el agua y se filtra la disolucion. Lo que resta en el filtro es sílice. Cuando se ha tenido necesidad de calci-

nar potasa cáustica en un crisol de plata, la sílice que se ha obtenido encierra cloruro de plata; y cuando el precipitado se lava con agua destilada, se quita el cloruro de plata con lavados de amoníaco.

Lo restante es sílice que se conoce por las siguientes propiedades: es blanca y se vuelve más blanca aun con la calcinacion, formando una masa ligera, terrosa; no debe disolverse por digestion en el ácido hidroclicórico ni éste debe colocarse con ella. Fundida al carbon ó al soplete con igual peso de sosa, debe dar un vidrio trasparente é incoloro. Hirviéndola con una cantidad suficiente de carbonato de sosa debe formar un líquido incoloro y trasparente que se vuelve gelatinoso con el enfrió.

Para sacarle toda la humedad es preciso calcinarla antes de pesarla. La calcinacion hasta el rojo oscuro se opera en crisoles pequeños de platino, que de antemano se pesan y que se calientan con una lámpara de alcohol, de mecha circular, dotada de una pequeña chimenea. Puede operarse esta calcinacion quemando el filtro ó pesándolo con la masa, y luego pesando una parte para la calcinacion. En el primer caso se usa un papel que deje pocas cenizas y dé, segun ensayos practicados repetidas veces, sobre cantidades de papel mayores y tomadas de hojas diferentes, residuos iguales para cantidades de papel idénticas.

En cuanto á la sílice debe secarse mucho antes de la calcinacion: se saca con cuidado del filtro para meterla en el crisol y se pone el filtro encima. Si no estuviese perfectamente seca ó si cubriese el filtro, una parte quedaria excluida por los gases que se exhalan durante la calcinacion, puesto que la sílice obtenida de esa manera suele presentarse en forma de polvo muy fino y ligero.

5. ALÚMINA § 170. Después de separada la sílice por via de filtracion, el licor ácido que ha pasado y al cual se reunen las aguas de lavado, contiene la alúmina, la cal, la

magnesia y el óxido de hierro en estado de solucion. Se le añade á porciones pequeñas una disolucion de bicarbonato de potasa y de amoníaco, produciéndose una viva eferescencia que podría proyectar una parte del licor, si no se tapase el vaso, aun durante la adiccion del bicarbonato. Esta sal precipita la alúmina y el peróxido de hierro; pero la cal y la magnesia quedan en estado de bicarbonato en el licor.

Sigamos el precipitado:

Se lava bien: mas cuando se ha usado el bicarbonato de potasa, es imposible secarlo en tal estado y calcinarlo para conocer el peso de la alúmina deduciendo el del peróxido de hierro, porque la alúmina así precipitada encierra carbonato de potasa en el estado de una combinacion insoluble. Se quita, pues, el precipitado de encima del filtro (quitándose por medio de un ácido lo que resta en el papel), y se hace digerir la masa con potasa cáustica que no disuelve el peróxido de hierro. Se vuelve á lavar, se seca, se calcina y se pesa. El licor alcalino está saturado por el ácido hidroclicórico en exceso, de modo que vuelve á disolver la alúmina; y se precipita enseguida con carbonato de amoníaco, lavando el precipitado con agua hirviendo para luego secarlo y calcinarlo.

6. CAL Y MAGNESIA. § 171. Trátase entonces de separar la cal y la magnesia que han quedado en el estado de bicarbonato en el licor, del cual se han precipitado la alúmina y el óxido de hierro.

Satúrase la disolucion con ácido hidroclicórico, se desaloja el ácido carbónico y se echa un corto exceso de amoníaco en el licor. Enseguida se le añade oxalato de amoníaco mientras se forme un precipitado, y después se deja en reposo el licor para que la separacion sea total. El precipitado de oxalato de cal se filtra y trata conforme hemos dicho.

El licor filtrado junto con las aguas de lavado se evapora elevándolo á la ebullicion en un matraz de vidrio y precipitándolo con

carbonato de potasa. Una vez decantado el licor se lava el precipitado con un poco de agua; el licor filtrado se evapora hasta la sequedad, y la masa se trata por agua hirviendo dejando una nueva porcion de magnesia no disuelta. Conviene que el licor se reaccione después de volverse á disolver la masa, á la manera de los álcalis; ó de lo contrario, es preciso añadir otra porcion de álcali y evaporar otra vez hasta la sequedad. Las dos porciones de magnesia se lavan en un mismo filtro con agua hirviendo. Estos lavados se hacen pronto y no deben continuarse mucho tiempo, porque la magnesia es un poco soluble en las aguas de lavado.

Se calcina la magnesia y se pesa en estado cáustico; se vuelve á disolver luego en el ácido hidroclicórico; se evapora el licor hasta la sequedad, y se vuelve á disolver enseguida en el agua que contenga un poco de ácido hidroclicórico. Siempre queda una cantidad considerable de sílice. La magnesia, el protóxido de magnesio y el óxido de zinc tienen más que los otros cuerpos.

Puede aun saturarse el licor con carbonato de potasa y evaporarlo hasta la sequedad. Trátase la masa salina con agua, que no disuelve el carbonato de cal ni el de magnesia; y cuando está bien lavada, se satura con ácido sulfúrico puro y se calienta hasta comenzar á ser roja. Se pesa la masa y después se trata con una disolucion saturada de sulfato de cal, que no disuelve más que el sulfato de magnesia. Lo restante es el sulfato de cal que se calcina y pesa, y deduciendo su peso del de ambos sulfatos, se tiene el peso del sulfato de magnesia. La cantidad de las dos bases se calcula en vista de la composicion de sus sulfatos, que se encuentra en las tablas atómicas.

7. FÓSFORO Y FOSFATO DE CAL. § 172. La presencia del fosfato de cal está señalada por el fósforo que se encuentra en el mineral ó mena de este nombre, en estado soluble, fundiendo con ácido bórico esta sal en