

Las coloraciones obtenidas con otros polifenoles serán el asunto de una *Nota* próxima.

Al final se publicará una lámina cromolitográfica.

(Laboratorio de Química general de la Universidad Central.)

---

**D**ETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL **FLUOR** POR PÉRDIDA DE PESO. SU APLICACIÓN Á LAS AGUAS MINERALES Y DEMÁS PRODUCTOS NATURALES É INDUSTRIALES (*Nota 2.<sup>a</sup>*), por **Ramón Lord y Gamboa.**

IV

RESULTADOS OBTENIDOS

Era de todo punto necesario saber los *límites de sensibilidad* del aparato, especialmente el límite inferior, puesto que estábamos necesitados de un procedimiento susceptible de apreciar con rapidez y seguridad pequeñas cantidades de *fluor*, contenidas tan comúnmente en numerosos productos naturales é industriales.

Para determinar experimentalmente el grado de sensibilidad del aparato, era preciso manejar un producto puro, y ninguno mejor que el *espato fluor* ó *fluorina incolora*, cristalizada, procedente de *Sallent* (Huesca), en los Pirineos, que fué la elegida para estos delicados trabajos. Esta *fluorina* es muy pura y está compuesta en 100 partes, y como término medio, de 48 y media de *fluor* y de 51 y media de *calcio* (1).

Pulverizada y finamente tamizada, se calentó breves instantes cierta porción de ella para expulsar la humedad posible de sus partículas, se pesaron con cuidado 100 miligramos, se mezclaron íntimamente con 1.200 miligramos (aproximado) de *silice pura*, recién calcinada, se introdujo la mezcla en el matraz, como ya sabemos, se añadió el *ácido sulfúrico* concentrado y puro (12 gramos, aproximado), se cerró y pesó el aparato, se practicó la operación en la forma descrita, se volvió á cerrar y

---

(1) Cifras medias de numerosos análisis que tengo á la vista. Téngase en cuenta que 48,50 de fluor son miligramos en análisis, y que el error de la primera cifra decimal sería de 0,0002 diezmiligramos á lo sumo, error despreciable.

pesar y se obtuvo el siguiente resultado, que copio de mis notas de laboratorio:

Peso del aparato antes de la operación.....	45,0196
Idem del íd. después de la misma.....	44,9578
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0,0618</u>

cuya pérdida representa el  $\text{Si F}_4$  desprendido, que multiplicada por el factor 0,73, da para el *fluor* el valor = 0,045114, cuya cifra se diferencia de la cantidad de *fluor* contenido en la *fluorina*, suponiendo á ésta completamente pura, en lo siguiente:

<i>Fluor</i> de la fluorina.....	0,048500
<i>Fluor</i> obtenido de la misma.....	0,045114
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,003386</u>

2.<sup>a</sup> *determinación*.—Para comprobar el resultado anterior, se repitió todo exactamente, obteniendo lo que copio á continuación:

Peso del aparato antes de la operación.....	44,7041
Idem del íd. después de la misma.....	44,6410
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0,0631</u>

cuya cifra  $\times 0,73$  da para el *fluor* el número 0,046063.—Comparado con la cantidad introducida de *fluorina*, resulta:

<i>Fluor</i> de la fluorina.....	0,048500
<i>Fluor</i> obtenido de la misma.....	0,046063
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,002437</u>

Comparando, por último, las cantidades halladas de *fluor* en las dos operaciones, vemos lo siguiente:

<i>Fluor</i> obtenido en la 1. <sup>a</sup> .....	0,045114
<i>Fluor</i> ídem en la 2. <sup>a</sup> .....	0,046063
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000949</u>

Media de las dos operaciones = 0,0455885.

3.<sup>a</sup> *determinación*.—Con 50 miligramos de fluorina + 600 miligramos de *silice* + 6 gramos de *sulfúrico*, se obtuvo lo siguiente:

Peso del aparato antes de la operación...	39,2202
Idem del íd. después de la misma.....	39,1886
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0,0316</u>

que  $\times 0,73$  da de *fluor* = 0,023068.

Siendo la cantidad introducida, en este caso, de 0,02425, resulta la siguiente diferencia:

<i>Fluor</i> de la fluorina.....	0,024250
<i>Fluor</i> obtenido de la misma.....	0,023068
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,001182</u>

Aquí la diferencia es menor que en las operaciones anteriores, lo que aumenta el valor del procedimiento para las pequeñas cantidades de *fluor*, manifestando una gran sensibilidad que seguiremos viendo en las restantes operaciones.

4.<sup>a</sup> *determinación*.—Con 40 miligramos de *fluorina* + 480 miligramos de *silice* + 5 gramos de *sulfúrico*, se obtuvo lo siguiente:

Peso del aparato antes de la operación...	38,1676
Idem del íd. después de la misma.....	38,1424
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0,0252</u>

Que  $\times 0,73$  da de *fluor* = 0,018396.

Como la cantidad introducida en este caso es de 0,01940, resulta la siguiente diferencia:

<i>Fluor</i> de la <i>fluorina</i> .....	0,019400
<i>Fluor</i> obtenido de la misma.....	0,018396
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,001004</u>

5.<sup>a</sup> *determinación*.—Con 30 miligramos de *fluorina* + 360 miligramos de *silice* + 4 gramos de *sulfúrico*, se registró el resultado siguiente:

Peso del aparato antes de la operación.....	37,1912
Idem del íd. después de la misma.....	37,1716
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0,0196</u>

Que  $\times 0,73$  da de *fluor* = 0,014308.

La cantidad introducida fué.....	0,014550
La cantidad hallada fué.....	0,014308
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000242</u>

6.<sup>a</sup> *determinación*.—Con otros 30 miligramos de *fluorina* + 360 miligramos de *silice* + 4 gramos de *sulfúrico*, se obtuvieron los siguientes números:

Peso del aparato antes de la operación...	37,2640
Idem del íd. después de la misma.....	37,2454
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0,0186</u>

Que  $\times 0,73$  da de *fluor* = 0,013578.

La cantidad introducida fué....	0,014550
La cantidad hallada fué.....	0,013578
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000972</u>

Comparando los resultados de las operaciones 5.<sup>a</sup> y 6.<sup>a</sup>, resulta:

<i>Fluor</i> obtenido en la 5. <sup>a</sup> .....	0,014308
<i>Fluor</i> obtenido en la 6. <sup>a</sup> .....	0,013578
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000730</u>

Media de las dos operaciones = 0,013943.

7.<sup>a</sup> *determinación*.—Con 20 miligramos de *fluorina* + 250 miligramos de *silice* + 4 gramos de  $SO_4 H_2$ , se obtuvo la siguiente:

Peso del aparato antes de la operación.....	36,9350
Idem del íd. después de la misma.....	36,9222
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0 0128</u>

Que  $\times 0,73$  dará de *fluor* = 0,009344.

La cantidad introducida fué.....	0,009700
La cantidad hallada fué.....	0,009344
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000356</u>

8.<sup>a</sup> *determinación*.—Con otros 20 miligramos de *fluorina* + 250 miligramos de *silice* + 4 gramos de  $SO_4 H_2$ :

Peso del aparato antes de la operación.....	36,8892
Idem del íd. después de la misma.....	36,8760
<i>Pérdida de peso</i> .....	<u>0,0132</u>

Que  $\times 0,73$  dará de *fluor* = 0,009636.

La cantidad introducida fué.....	0,009700
La cantidad hallada fué.....	0,009636
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000064</u>

Comparando los resultados de las operaciones 7.<sup>a</sup> y 8.<sup>a</sup>, resulta:

<i>Fluor</i> obtenido en la 7. <sup>a</sup> ..	0,009344
<i>Fluor</i> obtenido en la 8. <sup>a</sup> .....	0,009636
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000292</u>

Media de las dos operaciones = 0,009490.

Comparando, por último, las cifras medias de las 8 operaciones anteriores con la cantidad de *fluor* introducida en el aparato, resultarán los números siguientes:

<i>Fluor</i> introducido (media de las 8 operaciones).....	0,023643
<i>Fluor</i> obtenido (ídem de íd. íd.).....	0,022438
<i>Pérdida media en las 8 operaciones</i> .....	<u>0,001205</u>

Cuya pérdida media representa un 5 por 100 muy aproximadamente, fijando hasta hoy el *límite de sensibilidad* del procedimiento. Bastan, á mi juicio, los datos experimentales consignados para comprender toda su importancia.

El procedimiento descrito, permite, en efecto, reconocer y dosificar cantidades de *fluor* contenidas en 10 y aun en 5 miligramos de un *fluoruro* directamente atacable por el *ácido sulfúrico*, en presencia de la *silice*, cuyos límites prácticos de sensibilidad permiten figurar á esta determinación entre las más exactas y rigurosas de las dosificaciones *directas* de *fluor*, que puede llamarse así al obtener directamente el *fluoruro silícico*, de cuyos caracteres no se puede dudar, al señalarse bien claros y evidentes en el *indicador*, de lo que resulta la determinación *cualitativa y cuantitativa* á la vez.

Es importante advertir que pueden efectuarse varias deter-

minaciones seguidas con el aparato, *sin renovar el cloruro cálcico ni la pómez del tubo horizontal E*, lo cual permite una rapidez relativa en las operaciones, habiendo ejecutado dos de éstas muchas veces en una mañana. Basta separar el matraz del tapón, con las precauciones apuntadas, lavarle, secarle, calentarlo, volver á introducir la materia de ensayo con la sílice, verter el sulfúrico, cerrar el matraz con el tapón y sus tubos, pesarlo y abrir la corriente de aire, etc., etc., no olvidándose de limpiar también el *indicador* después de cada operación y secarlo bien sus tubitos, calentándolos suavemente en el mechero Bunsen y aspirando el aire con la boca, quedando así secos, vertiendo otra vez un poquito de agua en dicho *indicador*, cerrándole y colocándole en su sitio. Todo ello invierte unos minutos.

Vamos á ver ya las aplicaciones múltiples del procedimiento descrito, en los casos frecuentes en que la naturaleza y la industria nos exigen la resolución del problema siempre delicado de dosificación del *fluor* en cantidades pequeñas ó pequeñísimas, aspecto del problema en que precisamente creo tiene más aplicación el procedimiento por pérdida de peso.

## V

## APLICACIONES Á LAS AGUAS MINERALES

Uno de los más hermosos capítulos de la Química geológica es sin disputa el relativo á la *termalidad* y *mineralización* de las aguas llamadas minerales, manantiales de salud ofrecidos pródigamente por la naturaleza para el alivio y curación de las numerosas dolencias crónicas sufridas por la humanidad.

Uno de los más difíciles puntos de Química hidrológica es el de la dosificación del *fluor*, no sólo por ser muy escaso relativamente este metaloide en las aguas que le contienen, sino por la falta de seguridad ó la dificultad de la dosificación. Así se comprende que autores como *Fresenius* y otros muchos no se ocupen más que de *reconocer*, pero no de *dosificar* el *fluor* de las aguas.

No puedo hacer aquí consideraciones que alargarían este artículo y que han de formar parte de otra publicación. Muy en resumen expondré los resultados obtenidos en las nueve determinaciones efectuadas hasta hoy, suficientes para demostrar la

importancia práctica del procedimiento, que es lo único que ahora me propongo demostrar.

Para dosificar el *fluor* en las aguas minerales se sigue la marcha general siguiente, indicada por *Fresenius* para el reconocimiento de aquel cuerpo.

Se evapora á sequedad (1) desde 6 hasta 10 ó 12 litros del agua, vertiendo en ella, si no es alcalina, un poco de *carbonato sódico*, hasta producir débil reacción alcalina, debiendo terminar *siempre* la evaporación en cápsula de *plata* ó de *platino*. El residuo seco se calienta al rojo incipiente para destruir la *materia orgánica*.

Se vierte agua pura sobre el residuo y se calienta, añadiendo poco á poco una disolución de *cloruro de calcio*, hasta que éste no produzca precipitado; se deja reposar y se filtra, recogiendo con cuidado todo el precipitado, compuesto en su mayoría de *carbonatos de cal y magnesia*, debiendo hallarse con ellos todo el *fluor* en estado de *fluoruro de calcio*. Se lava el precipitado hasta que el agua de lavado apenas dé *cloro*. Se seca el precipitado, se calienta al rojo moderadamente en cápsula ó crisol de platino, se le traslada á una capsulita de porcelana, se añade agua y un exceso de *ácido acético*, se evapora á sequedad en baño-maría hasta desaparición completa de olor acético, se vierte agua, se calienta, se filtra la disolución de los acetatos alcalino-térreos, se lava el residuo insoluble hasta completa desaparición del *cloro* y de la *cal* en el agua de lavado, se le calcina después de seco en cápsula ó crisol de platino y ya está en condiciones de determinar en él lo que se busca.

Según la riqueza del agua mineral en *silice y silicatos*, se mezclará el residuo con más ó menos de la primera, debiendo añadir de cuatro á diez veces el peso del residuo preparado como se ha dicho, por término medio.

El residuo preparado está exento de toda substancia perjudicial al resultado del análisis, pues de él se han eliminado las *materias orgánicas*: por el calor, el *cloro* constante, y el *bromo* y *iodo* posibles por los lavados del precipitado; el *ácido carbónico* de los carbonatos, por el *ácido acético*, y los *acetatos* resultantes, también por el lavado; no quedando, finalmente, más cuerpos que los que han de intervenir en la reacción originaria

(1) En cápsula de plata ó níquel mejor que de porcelana, según mis trabajos comparativos.

del *fluoruro silícico*, único cuerpo volátil de la misma, ó bien cuerpos indiferentes, como el *titano* alguna vez, el *hierro*, frecuente con el *manganeso*, etc.

Los resultados obtenidos con el aparato descrito en las aguas minerales hasta hoy analizadas han sido tan concordantes, tan exactos, como voy á escribir á continuación, consignando solamente las cifras obtenidas en nueve análisis hechos en dos aguas minerales distintas.

1. *Aguas de Céltigos* (Lugo).—Bicarbonatadas sódicas, silicatadas, frías, accidental y muy débilmente sulfídricas.

Residuo fijo total á  $+ 180^{\circ} C = 0,3722$ .

El residuo de evaporación de 10 litros, preparado como se ha dicho, se dividió en dos partes iguales, se mezclaron con la cantidad precisa de *silice* y se analizaron sucesivamente, con 10 gramos de *ácido sulfúrico*.

1.<sup>a</sup> *determinación*.—Residuo de 5 litros:

<i>Fluor</i> obtenido.....	0,028762
En estado de <i>fluoruro de sodio</i> —La cantidad de <i>sodio</i> necesaria al <i>fluor</i> hallado es de ..	0,034817
<i>Fluoruro de sodio</i> contenido en 5 litros.....	0,063579
Idem de íd. íd. en 1 litro.....	0,012716

2.<sup>a</sup> *determinación*.—Residuo de 5 litros.

Repetido exactamente todo lo anterior con la otra mitad del residuo, se obtuvo lo siguiente:

<i>Fluor</i> obtenido. . . . .	0,027740
Que necesita de <i>sodio</i> . . . . .	0,033580
<i>Fluoruro de sodio</i> contenido en 5 litros.....	0,061320
Idem de íd. íd. en 1 litro.....	0,012264

De la comparación de las dos operaciones, resulta:

<i>Fluoruro sódico</i> por litro en la primera.....	0,012716
Idem íd. por íd. en la segunda . . . . .	0,012264
<i>Diferencia</i> .....	0,000452

Media de las dos operaciones = 0,012490.

Creo imposible obtener mayor aproximación entre dos operaciones analíticas de la índole de las que me ocupan. Consecuencia importante del rigor operatorio apuntado es la posibilidad

de dosificar el *fluor* en un par de litros de agua rica en *fluor* y quizás en un solo litro.

3.<sup>a</sup> *determinación*.—Residuo de 6 litros de las mismas aguas. Se dividió en dos partes iguales, se mezclaron con la *silice* y se analizaron sucesivamente con 6 gramos de *sulfúrico*. El primer residuo de 3 litros dió lo siguiente:

<i>Fluor</i> obtenido.....	0,013926
Que necesita de <i>sodio</i> .....	0,016858
<i>Fluoruro sódico</i> en los 3 litros.....	0,030784
Idem íd. en un litro.....	<u>0,010261</u>

4.<sup>a</sup> *determinación*.—Repetido lo anterior con el residuo de los otros 3 litros:

<i>Fluor</i> obtenido.....	0,013870
Que necesita de <i>sodio</i> .....	0,016790
<i>Fluoruro sódico</i> en los 3 litros.....	0,030660
Idem íd. en un litro.....	<u>0,010220</u>

De la comparación de las operaciones 3.<sup>a</sup> y 4.<sup>a</sup> resulta:

<i>Fluoruro de sodio</i> obtenido en la 3. <sup>a</sup> .....	0,010261
Idem de íd. íd. en la 4. <sup>a</sup> .....	0,010220
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,000041</u>

Lo que da una concordancia *absoluta* desde el punto de vista experimental entre ambas operaciones.

Comparando las cifras medias de la 1.<sup>a</sup> y 2.<sup>a</sup> operación y de las 3.<sup>a</sup> y 4.<sup>a</sup>, resulta:

<i>Fluoruro de sodio</i> por litro (media de la 1. <sup>a</sup> y 2. <sup>a</sup> )....	0,012490
Idem de íd. por íd. (íd. de 3. <sup>a</sup> y 4. <sup>a</sup> ).....	0,010240
<i>Diferencia</i> .....	<u>0,002250</u>

Cuya diferencia es debida á la menor cantidad de residuo obtenido en la 3.<sup>a</sup> y 4.<sup>a</sup>, por ser el agua de garrafones distintos, en cuya agua habia notado ya diferencias análogas en los residuos salinos totales.

2. *Aguas de Caldelas de Tuy* (Pontevedra).—Cloruradas sódicas, sulfhídricas, termales.

El residuo de evaporación de 8.500 gramos, preparado como hemos indicado, se dividió en dos partes iguales, se mezclaron

éstas con la sílice necesaria y se analizaron sucesivamente con 12 gramos de *sulfúrico*.

1.<sup>a</sup> *determinación*.—Residuo de 4.250 gramos:

<i>Fluor obtenido</i> .....	0,024966
Que necesita de <i>sodio</i> .....	0,030222
<i>Fluoruro sódico</i> contenido en 4.250 gramos.....	0,055188
Idem íd. íd. en un litro.....	0,0130

2.<sup>a</sup> *determinación*.—Residuo de 4.250 gramos.

Repetida exactamente la operación anterior con la otra mitad del residuo, se obtuvo lo siguiente:

<i>Fluor hallado</i> .....	0,024236
Que necesita de <i>sodio</i> .....	0,029338
<i>Fluoruro sódico</i> contenido en 4.250 gramos.....	0,053574
Idem íd. íd. en un litro.....	0,0126

La comparación de los resultados de la 1.<sup>a</sup> y 2.<sup>a</sup> operación da el siguiente:

<i>Fluoruro de sodio</i> en la 1. <sup>a</sup> .....	0,0130
Idem de íd. en la 2. <sup>a</sup> .....	0,0126
<i>Diferencia</i> .....	0,0004
Media de las dos operaciones.....	0,0128

3.<sup>a</sup> *determinación*.—Residuo de 7.800 gramos de las mismas aguas, preparado en la forma dicha, mezclado con la sílice y dividido en dos partes iguales; fueron éstas analizadas sucesivamente con 12 gramos de *sulfúrico*. Introducida la primera mitad en el aparato, dió lo siguiente:

<i>Fluor obtenido</i> .....	0,029346
Que necesita de <i>sodio</i> .....	0,035524
<i>Fluoruro de sodio</i> contenido en 3.900 gramos.....	0,064870
Idem de íd. íd. en un litro.....	0,01663

4.<sup>a</sup> *determinación*.—Residuo de 3.900 gramos.

Repetido exactamente lo anterior con la otra mitad del residuo, dió los números siguientes:

<i>Fluor obtenido</i> .....	0,028908
Que necesita de <i>sodio</i> .....	0,034994
<i>Fluoruro de sodio</i> contenido en 3.900 gramos.....	0,063902
Idem de íd. íd. en un litro.....	0,01639

De la comparación de las cifras de la 3.<sup>a</sup> y 4.<sup>a</sup> operación, resulta:

<i>Fluoruro sódico</i> por litro en la 3. <sup>a</sup> .....	0,01663
Idem íd. por íd. en la 4. <sup>a</sup> .....	0,01639
<i>Diferencia</i> .....	0,00024
Media de las dos operaciones.....	<u>0,01651</u>

La concordancia no puede ser mayor entre las operaciones 1.<sup>a</sup> y 2.<sup>a</sup> por un lado y las 3.<sup>a</sup> y 4.<sup>a</sup> por otro, debiéndose la diferencia hallada entre las cifras medias á que en las dos primeras operaciones se hizo la evaporación en cápsula de porcelana y en las dos últimas se efectuó en cápsula de níquel.

Según mis observaciones, no debe evaporarse en la porcelana cuando hay que determinar *fluor*, pues la *silice* del agua se adhiere con fuerza á la cápsula en los puntos que van quedando secos, formando círculos que no pueden hacerse desaparecer por completo, y esto constituye una causa de pérdida que no es indiferente pues se eleva á 0,00371 de *fluoruro sódico* por litro, según vemos por la comparación de las cantidades medias.

Bastan los datos apuntados para comprender la importancia práctica del procedimiento en determinaciones tan delicadas como las expuestas. Para concluir haré brevísimas consideraciones acerca de la aplicación del método á otros productos naturales é industriales.

## VI

### OTRAS APLICACIONES

En efecto, sea con un objeto de investigación científica ó con objeto industrial, la dosificación del *fluor* es un problema tan frecuente como necesario en los laboratorios, creyendo, en mi humilde juicio, que el nuevo procedimiento por pérdida de peso ha de facilitar y vulgarizar mucho esta determinación por su sencillez, su sensibilidad y rapidez relativas, comparado con los demás procedimientos.

Sabido es el número no escaso de minerales y rocas que contienen *fluor* más ó menos esencial á su constitución molecular. El *topacio*, la *criolita*, la *chiolita*, la *pachnolita*, la *fluorina*, é *ytrocerita*, la *prosopita*, *thomsenolita*, *tysonita* (*fluocerita* é

*hidro-fluocerita*), *fluclita*, *wagnerita*, *ambligonita* (1), *triplita*, *parisita*, *bastnaesita*, etc., entre los primeros, y las *miccas*, la *fluorapatita*, el *pirocloro*, la *seybertita*, la *humita*, *hornablenda*, *carfolita*, etc., y ciertas *escorias* de altos hornos, etc., entre los segundos prueban lo afirmado. De todos estos cuerpos se puede siempre conducir al *fluor* al estado de *fluoruro cálcico ó bórico*, cómodos ambos para su reconocimiento en el aparato, evitándose muchas veces separaciones enojosas, siempre que sean indiferentes en la reacción los cuerpos presentes en la misma, según hemos dicho. La *silice* y los *silitos*, tan comunes compañeros del *fluor*, no sólo no estorban, sino que, como sabemos, es necesaria su presencia en la reacción característica. En esto el procedimiento por pérdida de peso está en igualdad de circunstancias que los demás fundados en la dosificación del *fluoruro silícico*.

## CONCLUSIONES

Como resumen de todo lo expuesto, formularé las siguientes conclusiones que se desprenden de lo hecho hasta hoy en el método descrito:

1.<sup>a</sup> El procedimiento de dosificación del *fluor* por pérdida de peso, perfeccionado del antiguo, dado á conocer por *Woehler*, constituye un método riguroso de análisis, dotado de las condiciones precisas y exigibles á todo método analítico, cuales son: *sensibilidad*, *precisión* y *relativa rapidez*.

2.<sup>a</sup> La perfección relativa del procedimiento es debida á la posibilidad de arrastrar por completo fuera del aparato, y sin alteración alguna, al *fluoruro silícico*, formado en su interior por medio de una corriente de aire seco.

3.<sup>a</sup> La realización de lo anterior en un aparato reducido á su mayor sencillez, pequeño y de poco peso, independiente á voluntad y cerrado durante las pesadas, da las condiciones precisas de *exactitud* y *sensibilidad*, demostradas por la experimentación.

4.<sup>a</sup> Por esta *exactitud* y *sensibilidad* rigurosas, el procedimiento por *pérdida de peso* es el obligado en las determinacio-

---

(1) Analizada y determinado el *fluor* de la *ambligonita* con el nuevo aparato, ha dado un resultado muy exacto, comparado con otro análisis: (véase el número de Marzo de estos ANALES.)

nes más delicadas de *fluor*, puesto que permite dosificar hasta el contenido en 10 y en 5 miligramos (límite práctico de sensibilidad) de un *fluoruro*.

5.<sup>a</sup> Es un procedimiento *rápido* que permite verificar varias operaciones en un día, y *cómodo* al ejecutarlas, sin tener que renovar el contenido del tubo *E* colocado sobre el matraz, en el curso de repetidas determinaciones.

6.<sup>a</sup> Es aplicable, bajo todos conceptos, á la dosificación del *fluor* en las aguas minerales.

7.<sup>a</sup> Es igualmente aplicable á los productos minerales é industriales en los que se trate de saber con el mayor rigor su riqueza en aquel metaloide, aun cuando éste figure por las más exiguas proporciones.

8.<sup>a</sup> Evita las separaciones de muchos cuerpos, cuya presencia en la reacción productora del *fluoruro silícico* es indiferente, ventaja que comparte con los demás procedimientos fundados en la obtención del expresado *fluoruro*.

Madrid Mayo de 1904.

(*Del laboratorio particular del autor.*)

### INVESTIGACIÓN Y DETERMINACIÓN DE PEQUEÑAS CANTIDADES DE AZUFRE EN PRESENCIA DE GRANDES CANTIDADES DE HIERRO, *por Enrique Hauser.*

Si á una disolución de cloruro férrico que contiene ácido sulfúrico en pequeña cantidad, por ejemplo, inferior á un centésimo de la de hierro, le añadimos unas gotas de disolución de cloruro bórico (al 10 por 100), el precipitado de sulfato bórico, aun en la ausencia de nitratos, tarda mucho en formarse, arrastrando con frecuencia una cantidad de hierro nada despreciable; es más, no se puede estar seguro de que en esas condiciones la precipitación del sulfato bórico sea completa; pero si antes de añadir el cloruro bórico tenemos la precaución de reducir el hierro, casi por completo, al estado ferroso por medio del zinc puro y el ácido clorhídrico, la formación del precipitado del sulfato bórico es inmediata, completa, y mucho mayor su pureza que sin reducción previa del hierro: antes de añadir el cloruro bórico conviene separar por filtración y lavado el exceso de zinc y los copos de éste que nadan en el líquido ferroso.

(*Laboratorio de la Escuela de Minas.*)