

7/19-4-1

**Boletín Oficial de Minas, Metalurgia
y Combustibles**



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE



ENSAYOS INDUSTRIALES PARA CARACTERIZACION DE LOS ACEITES Y GRASAS EN SUS PRINCIPALES APLICACIONES INDUSTRIALES. (COMBUSTION Y ENGRASE.)

FOR LOS INGENIEROS DE MINAS

**D. CEFERINO LÓPEZ-SÁNCHEZ AVECILLA
Y D. LAUREANO MENÉNDEZ Y PUGET**

PREMIO EN EL CONCURSO DE 1930 ENTRE INGENIEROS DE MINAS
DE LA ESCUELA DE MADRID

LEMA: *Eihuyar.*

**CONVOCATORIA DEL CONCURSO
(Real orden de julio de 1930.)**

TÉMA 1.º—Ensayos industriales para caracterización de los aceites y grasas en sus principales aplicaciones industriales. (Combustión y engrase.)

Con el programa siguiente:

a) Métodos para determinar sus caracteres organolépticos (color, olor, etc.); caracteres físicos (densidad, fraccionamiento por destilación, punto de fusión y de solidificación, viscosidad, etc.); caracteres fisico-químicos (inflamabilidad, calor de combustión, etc.), y caracteres químicos (acidez, alcalinidad, alquitrán sulfúrico, índice de yodo, etc.)

b) Métodos para reconocimiento o determinación de ciertos componentes (agua, azufre, carbono fijo, sedimento, cenizas, etc.)

c) Caracterización de betunes, breas y asfaltos.

d) Métodos generales de análisis y caracterización de productos de diversas procedencias.

e) Selección de métodos para la comprobación de aceites y grasas comerciales en los laboratorios de industrias varias (centrales eléctricas, automovilismo, navegación, aviación, etc.)

* * *

Los análisis referentes a los aceites y grasas están sujetos a una serie de reglas más o menos empíricas, que varían según los distintos países.

Algunos como los Estados Unidos, tienen sus procedimientos tipos que permiten obtener resultados perfectamente comparables.

En el presente trabajo, en el que procuramos sujetarnos al programa señalado, hemos elegido los procedimientos que juzgamos más recomendables los cuales, en su mayoría, han sido comprobados en el laboratorio, y en su descripción hacemos las observaciones que nos ha sugerido la práctica.

Madrid, noviembre 1930.

O L O R

El olor en los aceites suele ser bastante característico, y las personas experimentadas pueden sacar de su observación consecuencias muy apreciables.

Algunos compuestos de los petróleos, tales como el hidrógeno sulfurado, se aprecian con facilidad y su percepción denota que se trata de productos ricos en azufre. Los fenoles tienen un olor muy acusado que nos permite suponer que se trata de productos de destilación de la hulla. Las esencias procedentes del cracking de los aceites pesados suelen tener mal olor, que pone de manifiesto su procedencia.

Prescindiendo de casos muy definidos como los citados anteriormente, para poder sacar consecuencias ciertas de la apreciación del olor, hace falta tener una experiencia grande y muy ejercitada en la observación y examen de los aceites.

C O L O R

En general, la coloración de los aceites da una idea de su pureza, y aunque su apreciación no tiene una influencia definitiva sobre la calidad del producto, es una cualidad de la que no suele prescindirse en el examen de los mismos.

El examen de la coloración se hace con los colorímetros y tintómetros. Los generalmente empleados son los de Stammer, Wilson, Saybolt, Hellge y el tintómetro de Lovibond.

Los primeros se emplean para las esencias y petróleos lampantes, y el último es el más extendido cuando se trata de aceites de engrase.

Colorímetro de Stammer.—En el colorímetro de Stammer se determina el espesor, bajo el cual el aceite presenta la misma coloración que un vidrio de urano tipo. El aparato consiste (fig. 1.^a) en un cilindro *a*, en cuya parte superior

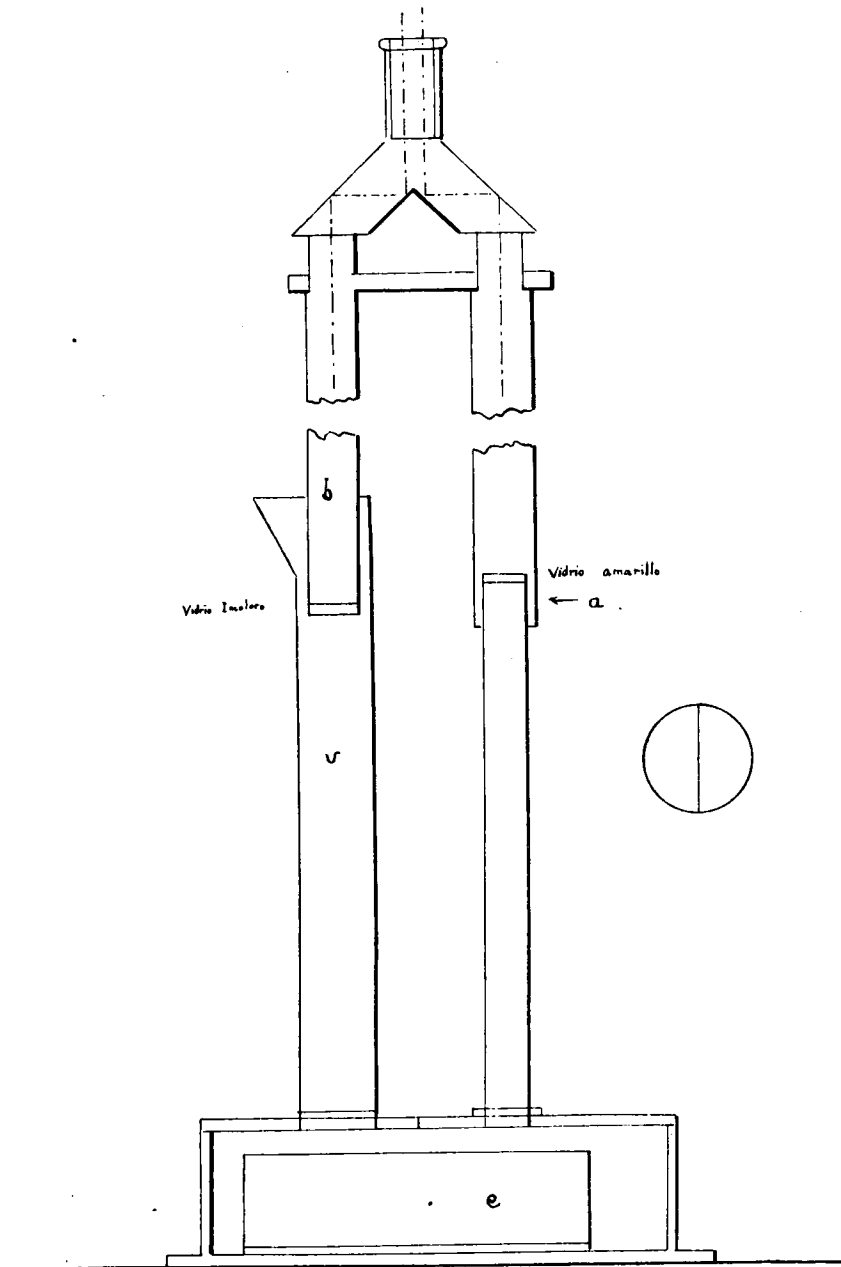


Figura 1.

se coloca el vidrio de urano tipo, y otro *b*, que se sumerge más o menos, mediante una cremallera, en un vaso *v*, que contiene el aceite.

El cilindro *a*, el *b* y *v* tienen el fondo transparente, y los rayos reflejados por el espejo *e* pasan a través del vidrio de urano y la capa de aceite y mediante dos prismas colocados en la parte superior de los tubos son enviados al ocular. Se hace variar la altura del cilindro *b* hasta que sean iguales las coloraciones del cristal de urano y del aceite que ocupan por mitad el campo del ocular. La altura en milímetros nos da la medida de la coloración.

Colorímetro de Wilson.—El colorímetro de Wilson consiste en dos tubos de latón (fig. 2.^a) conteniendo otros dos de vidrio fijos en la tapa de una caja, la cual puede colocarse con la conveniente inclinación para que la luz reflejada en un espejo colocado en su parte inferior pase a través de los tubos, los prismas y el ocular, como en el colorímetro de Stammer. Los tubos de vidrio están destinados a contener el aceite y los cristales tipos. Estos son cuatro y corresponden a los cuatro tipos comerciales: Water White, el vidrio más claro, White superfino, Prime White y Standard White, que corresponde al vidrio más coloreado.

La determinación se efectúa llenando uno de los tubos con el petróleo y colocando en la parte superior del tubo vacío uno de los vidrios tipos, de manera que la coloración de las dos mitades del campo que se aprecia en el ocular tengan aproximadamente el mismo tono.

Por lo general, el color del aceite no coincide con el del cristal tipo, pero al estar comprendido entre dos cristales se toma como graduación la del más obscuro.

En Bakú, para los petróleos lampantes se expresa el color en fracciones de grado (1).

(1) KWAKTOWSKY y RAKUSIN, *Praktische Anleitung zur Verarbeitung der Naphta*, Berlín, 1904.

Esta apreciación se efectúa de la siguiente manera: Si, por ejemplo, para obtener coloraciones iguales en las dos mitades del campo es preciso superponer el vidrio 2 al tubo del petróleo, teniendo el tubo vacío el vidrio 3, diremos que la coloración del petróleo es $2 \frac{1}{4}$. Si fuera en estas

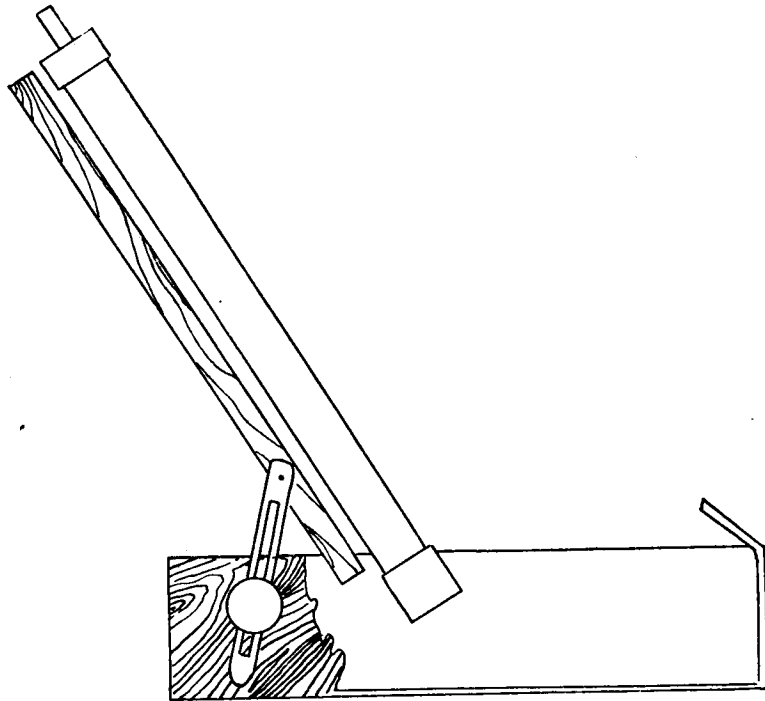


Figura 2.

condiciones más obscuro el tubo del aceite que el vidrio 3, la coloración de aquél será $2 \frac{3}{4}$; si, al contrario, fuera más claro, la coloración sería $2 \frac{1}{4}$.

Este aparato es el más extendido en Rusia e Inglaterra; en cambio el Stammer es más usado en el resto de Europa.

Comparación de las indicaciones de los colorímetros Wilson y Stammer.

| PETRÓLEO | Grado Wilson. | Stammer Milímetros. |
|----------------------|---------------|------------------------|
| Standard White..... | 4 | 50 |
| Idem..... | 3,5 | 68 |
| Prime White..... | 3 | 86,5 |
| Idem..... | 2,75 | 115 |
| Idem..... | 2,5 | 143 |
| Idem..... | 2,25 | 172 |
| Superfine White..... | 2 | 199 |
| Water White..... | 1,5 | 255 |
| Idem..... | 1 | 310 |

Colorímetro de Saybolt.—Este aparato es muy usado en los Estados Unidos y se funda en el mismo principio que el de Stammer, diferenciándose de él en que la altura de la capa de aceite se regula por vaciado del vaso que lo contiene.

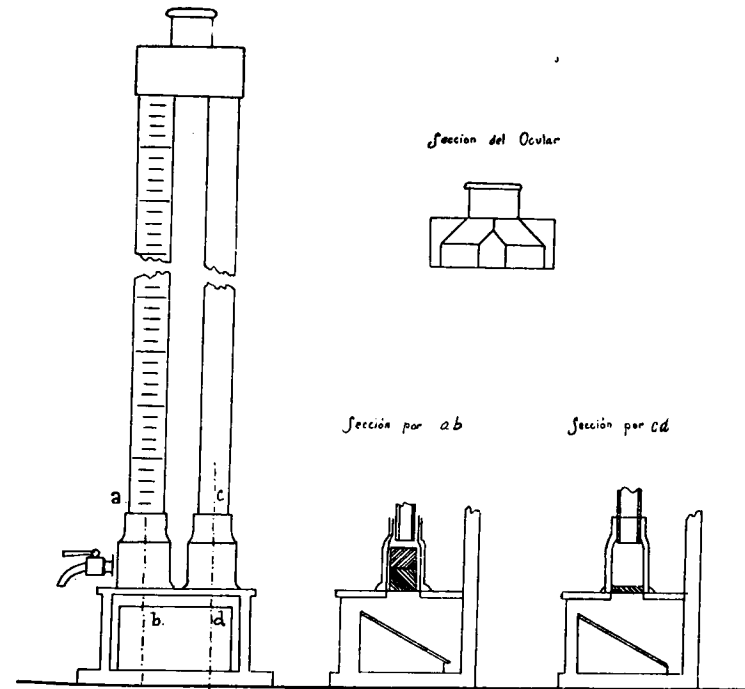


Figura 3.

ne mediante la llave que lleva en su parte inferior (fig. 3.^a). El otro lleva en su extremo los vidrios de urano. La luz reflejada por el espejo pasa a través de los fondos de los cilindros y mediante los prismas es recogida en el ocular.

Los datos de este aparato dependen de la coloración de los cristales y de la altura en pulgadas y fracciones de pulgada del aceite. La escala del colorímetro está comprendida entre - 32 y + 25. y mediante la tabla que damos a continuación las alturas en pulgadas son transformadas en números representativos del color:

Tablas del colorímetro Saybolt.

| Número de cristales. | Altura del aceite en pulgadas. | Color. | |
|----------------------|--------------------------------|--------|------------------|
| 1 | 20 | + 25 | Water White. |
| 1 | 18 | + 24 | |
| 1 | 16 | + 23 | |
| 1 | 14 | + 22 | |
| 1 | 12 | + 21 | |
| 1 | 10,75 | + 20 | |
| 1 | 9,50 | + 19 | |
| 1 | 8,25 | + 18 | |
| 1 | 7,25 | + 17 | |
| 1 | 6,25 | + 16 | |
| 2 | 10,50 | + 15 | Superfine White. |
| 2 | 9,75 | + 14 | |
| 2 | 9 | + 13 | |
| 1 | 8,25 | + 12 | |
| 2 | 7,75 | + 11 | |
| 2 | 7,25 | + 10 | |
| 2 | 6,75 | + 9 | |
| 2 | 6,50 | + 8 | |
| 2 | 6,25 | + 7 | |
| 1 | 6 | + 6 | |
| 2 | 5,75 | + 5 | Standard White. |
| 2 | 5,50 | + 4 | |
| 2 | 5,25 | + 3 | |
| 2 | 5 | + 2 | |
| 2 | 4,75 | + 1 | |
| 2 | 4,50 | 0 | |
| 2 | 4,25 | - 1 | |
| 2 | 4 | - 2 | |

| Número de cristales. | Altura del aceite en pulgadas. | Color. | |
|----------------------|--------------------------------|--------|--------------|
| 2 | 3,75 | - 3 | Sily White. |
| 2 | 3,625 | - 4 | |
| 2 | 3,500 | - 5 | |
| 2 | 3,375 | - 6 | |
| 2 | 3,25 | - 7 | |
| 2 | 3,125 | - 8 | |
| 2 | 3 | - 9 | |
| 2 | 2 875 | - 10 | |
| 2 | 2,75 | - 11 | |
| 2 | 2,625 | - 12 | |
| 2 | 2,500 | - 13 | Cream White. |
| 2 | 2,375 | - 14 | |
| 2 | 2,250 | - 15 | |
| 2 | 2,125 | - 16 | |
| 2 | 1,875 | - 18 | |
| 2 | 1,625 | - 20 | |
| 2 | 1,375 | - 22 | |
| 2 | 1,125 | - 24 | |
| 2 | 0,875 | - 26 | |
| 2 | 0,625 | - 28 | |
| 2 | 0,375 | - 30 | |
| 2 | 0,125 | - 32 | |

Colorímetro Rosenheim-Schuster (fig. 4.^a).—Este colorímetro está fundado en la escala de colores de Lovibond y consiste el procedimiento en la comparación, por transparencia, del aceite que se estudia con una serie de cristales tipos, constituyendo varias series en las que se aprecian decenas, unidades y décimas. Es un procedimiento de gran precisión y que se presta perfectamente al examen de los aceites coloreados, siendo muy fácil, por la conveniente combinación de los cristales, llegar a la misma tonalidad de color que la del aceite que se examina.

El aparato consiste en una caja pintada interiormente de negro y en cuya parte anterior existe un tubo con un pequeño orificio delante del cual hay dos pequeñas ventanas rectangulares; por la superior se ve el aceite colocado

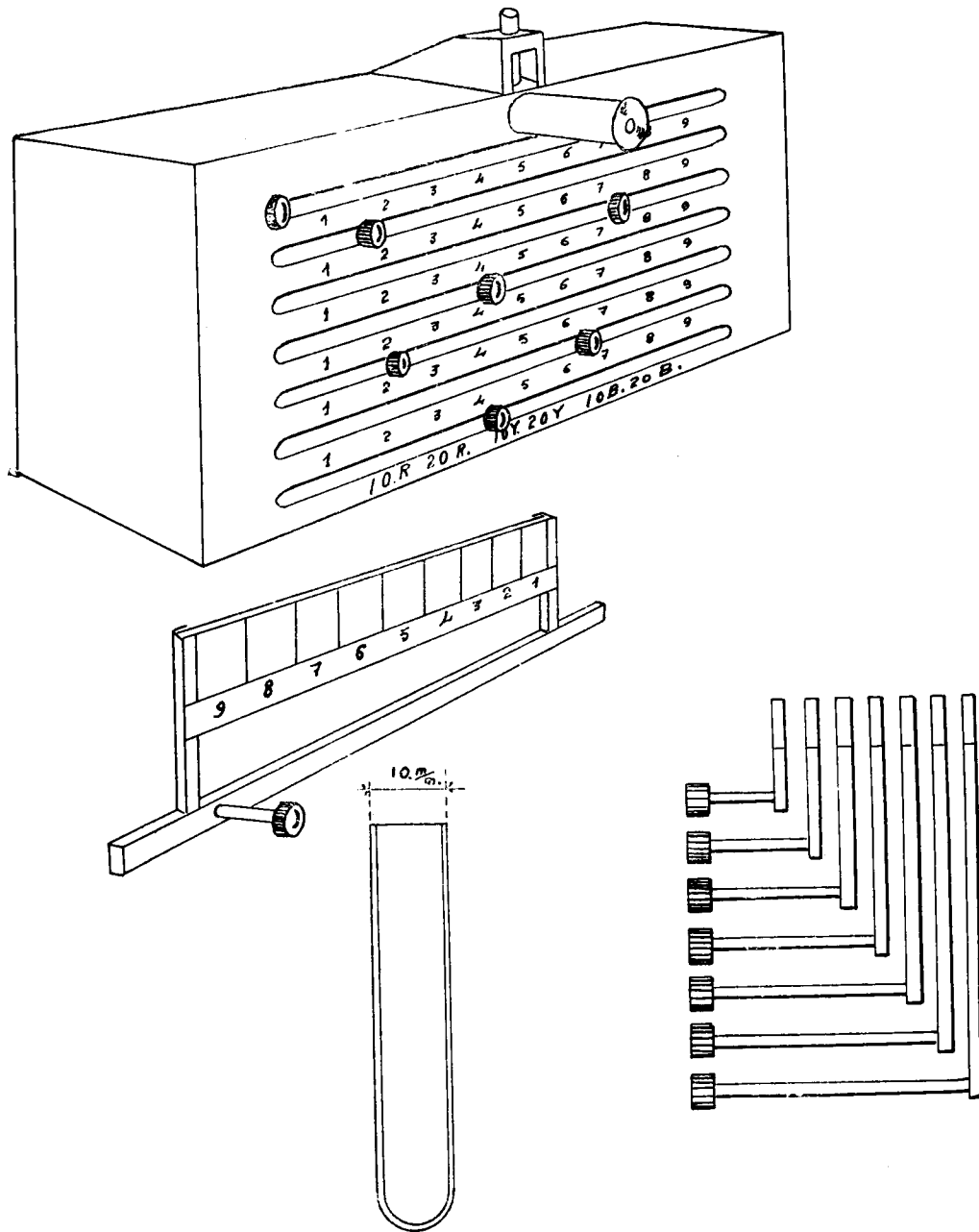


Figura 4.

en un tubo de 9,5 milímetros de diámetro o en una cubeta rectangular de cristal de $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$, 1 ó 2 pulgadas de espesor, y delante de la inferior pueden colocarse los cristales de las tres series roja (200), amarilla (510) y azul (1.180) en sus decenas, unidades y décimas mediante unos registros colocados en la parte anterior. En el registro inferior están los botones de los cristales 10 y 20 de las series roja, amarilla y azul. El registro superior de la serie roja mueve los cristales de 1 a 9 y el inferior los 0,1 a 0,9 e igualmente en las series amarilla y azul. Por consiguiente, en una serie se puede apreciar la coloración desde 0,10 a 29,90; además pueden combinarse las distintas series hasta obtener la coloración deseada. Así, por ejemplo,

S. 510 - 27,0
S. 200 - 1,1

nos indica que para obtener la coloración del aceite ha sido necesario colocar de la serie amarilla el cristal 20 y el 7 y de la serie roja los cristales 1 y 0,1.

Como hemos indicado, los colorímetros del sistema Lovibond son muy empleados en los Estados Unidos para el examen de los aceites de engrase y de colores oscuros, así como los de Wilson, Stammer y Saybolt están indicados para los poco coloreados.

En general en el empleo de todos los colorímetros debe tenerse cuidado de que la luz empleada sea incolora, que los aceites no tengan sustancias en suspensión y que los tubos o recipientes de cristal que los contengan sean también incoloros. Los aceites deben estar bien fluidos (si es preciso han sido previamente, y con moderación, calentados) y se deben eliminar las burbujas de aire que pudieran falsear las coloraciones.

A continuación damos una tabla comparativa de los resultados de los colorímetros Saybolt y Lovibond parangonados con coloraciones de disoluciones de bicromato potásico:

| Saybolt | Célula Pulgadas | Lovibond Series | Valor | Bicromato potásico mg. en litro | | |
|---------|--------------------|--------------------|-------|------------------------------------|-----|------|
| | | | | a | b | c |
| + 25 | 12 | 510 | 0,32 | | | 2,0 |
| + 21 | 12 | 510 | 2,00 | 4,8 | 5,1 | 5,6 |
| + 16 | 12 | 510 | 4,00 | 12,0 | | 10,5 |
| | | 200 | 1,02 | | | |
| + 14 | 12 | 510 | 4,00 | | | 14,5 |
| | | 200 | 1,10 | | | |
| + 12 | 12 | 510 | 5,00 | | | 16,5 |
| | | 200 | 1,10 | | | |
| + 6 | 12 | 510 | 7,0 | | | 23,0 |
| | | 200 | 1,00 | | | |
| + 3 | 12 | 510 | 9,00 | | | 25,3 |
| | | 200 | 1,20 | | | |

PESO ESPECIFICO

El peso específico de un aceite ofrece gran interés, pues permite identificar el producto y juzgar de sus cualidades.

Cuando se trata de investigar la pureza de un aceite, la determinación del peso específico suministra datos de gran valor.

Por otra parte, los aceites minerales de engrase se venden al peso y en su empleo se miden en volumen; de aquí que sea indispensable el conocimiento de su peso específico, no sólo para juzgar de su pureza.

Para esta determinación es preciso que el aceite esté deshidratado, pues de otra manera se llegaría a resultados erróneos.

Si el aceite no contiene esencia de petróleo, esta deshidratación se consigue calentándolo al baño de maría y decantando para separar el agua; después se agita con cloruro cálcico y se filtra en un embudo para filtración en caliente.

Si el aceite contuviera esencia de petróleo, se deshidrata por agitación con cloruro cálcico, filtrando a la temperatura ordinaria.

Teniendo en cuenta el elevado coeficiente de dilatación de los aceites, es preciso referir todas las investigaciones a una temperatura determinada, que suele ser la de 15°.

Cuando el aceite no es muy viscoso y se dispone de cantidad suficiente de él se emplean los areómetros para la determinación del peso específico.

Este aparato, representado en la figura 5, debe tener las divisiones de manera que se pueda apreciar hasta la cuarta cifra decimal.

El aceite cuyo peso específico trata de determinarse se mantiene a la temperatura del laboratorio y se coloca en una probeta de diámetro y altura suficiente para que el areómetro no tropiece en sus paredes. Esta probeta se coloca en una plataforma con tornillos nivelantes que permitan ponerla horizontal. Se introduce el areómetro en el aceite y al cabo de diez minutos se hace la lectura en el termómetro que lleva el aparato o en uno que se introduce en la probeta, si no lo tuviese.

La lectura del peso específico, si el aceite es claro, se efectúa al nivel *a* (fig. 5) y si es oscuro al nivel *b* del vértice del menisco. En este caso hay que añadir 0,001 a la lectura.

La corrección de temperatura para referir como anteriormente hemos indicado todas las determinaciones a 15°, varía con los distintos aceites y con bastante aproximación viene dada por $d \cdot \alpha \cdot t$, en que *d* representa el peso específico a la temperatura de observación, α el coeficiente de dilatación del aceite y *t* la diferencia entre la temperatura de observación y 15°.

A continuación damos tablas con las correcciones para los distintos aceites:

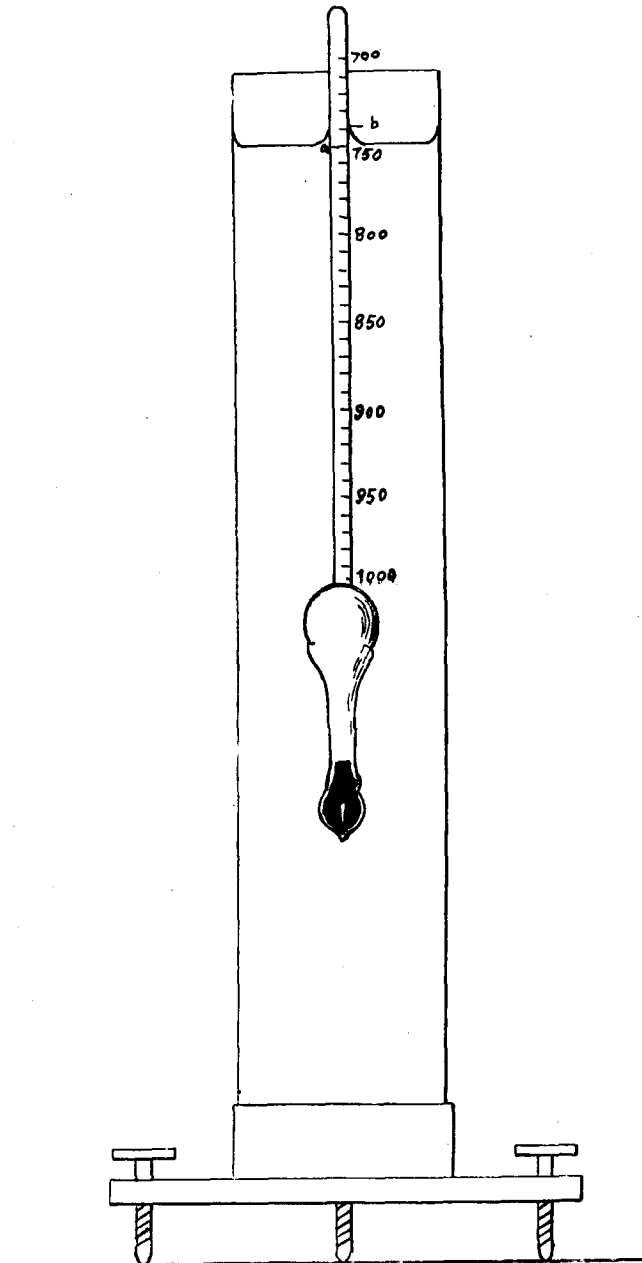


Figura 5.

| (D. Mendelejeff) | | |
|-----------------------------------------------------|----------------|-------------------------|
| Corrección por cada grado superior o inferior a 15° | | |
| d = | Esencias rusas | Esencias de Pensilvania |
| 0,700 - 0,720 | 0,00082 | 0,00086 |
| 0,720 - 0,740 | 0,00081 | 0,00082 |
| 0,740 - 0,760 | 0,00080 | 0,00077 |
| 0,760 - 0,780 | 0,00079 | 0,00072 |
| 0,780 - 0,800 | 0,00078 | 0,00068 |

| Petróleo lampante (D. Mendelejeff) | | |
|-----------------------------------------------------|---------|--|
| Corrección por cada grado superior o inferior a 15° | | |
| d = | | |
| 0,760 - 0,780 | 0,00079 | |
| 0,780 - 0,800 | 0,00078 | |
| 0,800 - 0,810 | 0,00077 | |
| 0,810 - 0,820 | 0,00076 | |
| 0,820 - 0,830 | 0,00075 | |
| 0,830 - 0,840 | 0,00074 | |
| 0,840 - 0,850 | 0,00072 | |
| 0,850 - 0,860 | 0,00071 | |

| Aceites lubricantes (D. Mendelejeff). | | |
|------------------------------------------------------------|----------|--|
| Corrección por cada grado superior o inferior a 15 grados. | | |
| d = | | |
| 0,860 - 0,865 | 0,000700 | |
| 0,865 - 0,870 | 0,000692 | |
| 0,870 - 0,875 | 0,000685 | |
| 0,875 - 0,880 | 0,000677 | |
| 0,880 - 0,885 | 0,000670 | |
| 0,885 - 0,890 | 0,000660 | |
| 0,890 - 0,895 | 0,000650 | |
| 0,895 - 0,900 | 0,000640 | |
| 0,900 - 0,905 | 0,000630 | |
| 0,905 - 0,910 | 0,000620 | |
| 0,910 - 0,920 | 0,000600 | |

Método del picnómetro.— Aunque existen areómetros de pequeño tamaño que exigen poca cantidad de aceite, para hacer la determinación, cuando ésta se desea con más precisión, se emplean los picnómetros. El que representamos en la figura 6.^a tiene 10 centímetros cúbicos de capacidad, y la operación se conduce de la siguiente manera: Se pesa el picnómetro y de su peso se descuenta el del volumen de aire que contiene, es decir, 0,012 gramos.

Se pesa el aparato lleno de agua destilada hervida y a la temperatura del laboratorio, observando lo que marca el termómetro del aparato. Por diferencia de peso tendremos el del agua a la temperatura de observación y mediante la tabla que daremos a continuación lo referimos a la temperatura de cuatro grados. Se llena el picnómetro del aceite teniendo cuidado de que esté a la temperatura de la habitación y observando la que marca el termómetro del aparato para hacer las correcciones que anteriormente hemos indicado. Debe cuidarse de limpiar con bencina el exterior del picnómetro para quitar el aceite que haya podido rebosar por el orificio del tapón del picnómetro.

Teniendo en cuenta el elevado coeficiente de dilatación de los aceites, debe procurarse tomar el aparato con las yemas de los dedos para comunicarle el menor calor posible.

Hay picnómetros de menos capacidad que no llevan termómetro, y en ese caso se toma la temperatura de la habitación en que se opera, a la cual ha de estar el agua y el aceite.

Cuando se trata de aceites muy viscosos o sólidos a la temperatura ordinaria, es preciso calentarlos en un baño de agua templada para poderlos introducir en el picnómetro. Como las burbujas de aire que contiene el aceite pueden conducir a errores graves, es preciso eliminarlas manteniendo el aceite, durante una media hora, a una temperatura de 50 grados en una estufa o en un baño de agua.

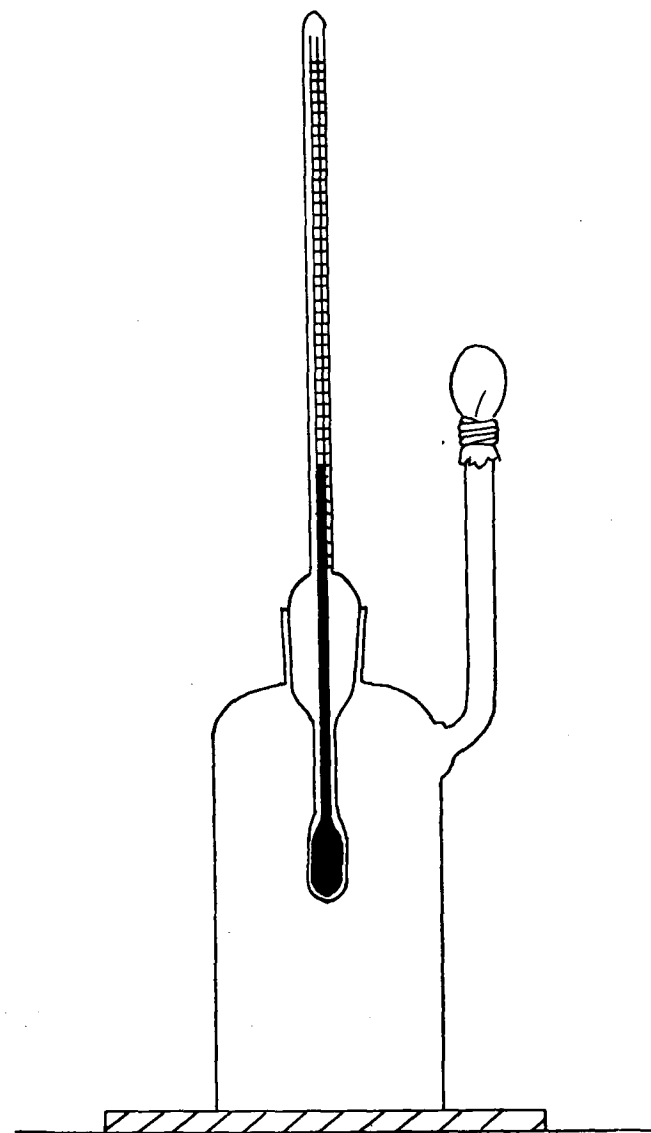


Figura 6.

La temperatura, durante la operación, ha de mantenerse constante para hacer las debidas correcciones, y si es superior a 30 grados, es preciso tener en cuenta la dilatación del recipiente de cristal, cuyo volumen a t' grados vendrá dado por la fórmula

$$v = p_l [1 + \alpha (t' - t)] d_l$$

en que p_l y d_l representan el peso absoluto y el peso espe-

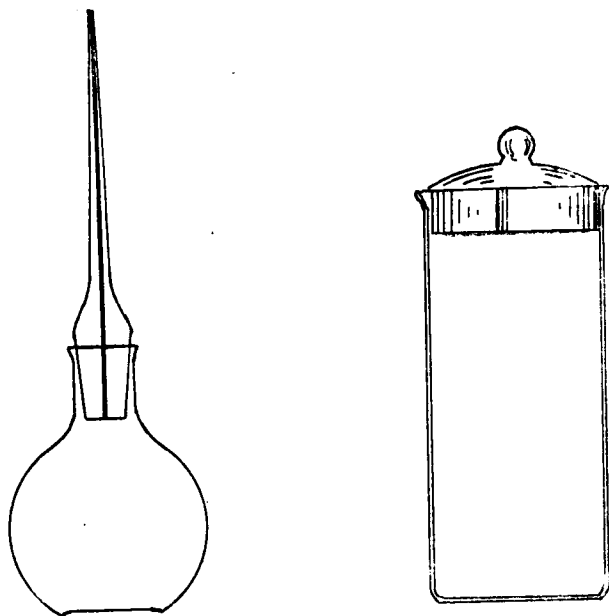


Figura 7.

cífico del agua que llena el aparato a t' grados, y α el coeficiente de dilatación del vidrio, es decir, 0,000025.

Método de Lunge. (Fig. 7.^a)—Sin embargo, cuando el aceite es bastante viscoso, lo que suele ser frecuente, el llenar el picnómetro de aceite ofrece alguna dificultad, y en ese caso hemos empleado con éxito el procedimiento de Lunge (1)¹, usando el recipiente representado en

(1) *Z. angew. Chem.*, 7,449 (1894).

la figura cuya tapa lleva una ranura a lo largo de una de sus generatrices. Operamos en la siguiente forma: Se obtiene el peso del aparato vacío, a , y después se pesa lleno de agua a 15 grados, b ; se llena hasta los dos tercios con el aceite libre de burbujas de aire y se obtiene el peso del frasco más el aceite, c , y en seguida se completa el volumen con agua y se pesa de nuevo, d . El peso específico vendrá dado por

$$p = \frac{c - a}{b + c - a - d}$$

Método para pequeñas cantidades de aceite.—Cuando la cantidad de aceite es tan exigua que no basta a llenar el más pequeño picnómetro, si aquél es de densidad inferior a 1, se llenará éste de agua, sin llegar al cuello, y el resto se completa con el aceite, introduciéndose el tapón y limpiando el que rebase.

Si se descuenta el agua, H, introducida en el picnómetro, de su *valor en agua*, B, se obtendrá la cantidad de agua, A', que ha sido reemplazada por el peso de aceite, A, y el cociente $\frac{A}{A'}$ nos dará el peso específico a la temperatura de la experiencia.

En el caso de un aceite de densidad superior a 1, se introducirá aquél en el picnómetro y se completará con agua, procediéndose en la misma forma anterior.

Balanza de Mohr.—Un procedimiento rápido y exacto de determinar el peso específico cuando se dispone de cantidad suficiente de aceite, es el de la balanza de Mohr, que se representa en la figura 8.^a El flotador lleva un termómetro, y su volumen se determina por la pérdida de peso al sumergirse en el agua destilada. El peso del agua destilada a cuatro grados desalojada dividido por la pérdida de peso al sumergirse el flotador en aceite, nos da el peso específico a la temperatura de observación.

Quando quiere emplearse este procedimiento con aceites sólidos o muy viscosos a la temperatura ordinaria, se dispone el aparato en la forma indicada en la figura 8.^a, en que el flotador se sumerge en el aceite contenido en un tubo colocado en el interior de un matraz que contiene agua calentada por medio del mechero que se indica. La observación se hace cuando el termómetro del flotador marque una temperatura constante.

Como ya anteriormente dijimos, los pesos de agua hay que referirlos a cuatro grados, y para ello podemos utilizar la siguiente tabla:

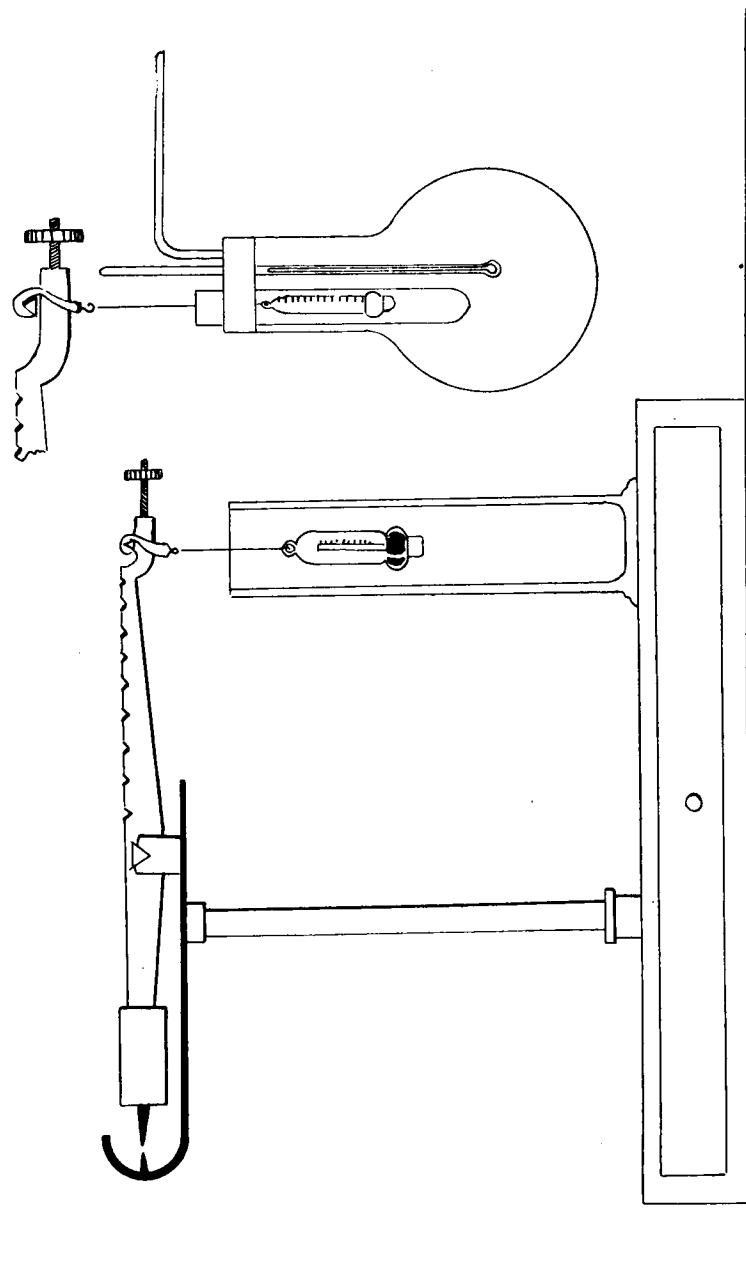


Figura 8.

DENSIDAD DEL AGUA ENTRE 10 Y 25 GRADOS (1)

| Grados | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|--------|----------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| 10 | 0,999727 | 718 | 709 | 700 | 691 | 681 | 672 | 662 | 652 | 642 |
| 11 | 632 | 622 | 612 | 601 | 591 | 580 | 569 | 558 | 547 | 536 |
| 12 | 525 | 513 | 502 | 490 | 478 | 466 | 451 | 442 | 429 | 417 |
| 13 | 404 | 391 | 379 | 366 | 353 | 339 | 326 | 312 | 299 | 285 |
| 14 | 271 | 253 | 243 | 229 | 215 | 200 | 186 | 171 | 156 | 141 |
| 15 | 126 | 111 | 096 | 081 | 065 | 050 | 034 | 018 | 002 | 986 |
| 16 | 0,998970 | 953 | 937 | 920 | 904 | 887 | 870 | 853 | 836 | 819 |
| 17 | 801 | 784 | 766 | 749 | 731 | 713 | 695 | 677 | 659 | 640 |
| 18 | 622 | 603 | 585 | 566 | 547 | 528 | 509 | 490 | 471 | 451 |
| 19 | 432 | 412 | 392 | 372 | 352 | 332 | 312 | 292 | 271 | 251 |
| 20 | 230 | 210 | 189 | 168 | 147 | 126 | 105 | 83 | 62 | 40 |
| 21 | 019 | 997 | 975 | 953 | 931 | 909 | 887 | 864 | 842 | 819 |
| 22 | 0,997797 | 774 | 751 | 728 | 705 | 682 | 659 | 635 | 612 | 588 |
| 23 | 565 | 541 | 517 | 493 | 469 | 445 | 421 | 396 | 372 | 347 |
| 24 | 223 | 298 | 273 | 248 | 223 | 198 | 173 | 147 | 122 | 96 |
| 25 | 071 | 045 | 019 | 994 | 968 | 941 | 915 | 889 | 863 | 836 |

(1) Landoit-Börnstein.

Transformación de grados Twaddell y Baumé en valores del peso específico.— Aunque generalmente las escalas de los areómetros están graduadas en términos que dan a conocer el valor absoluto del peso específico, también existen hidrómetros con escalas Baumé y Twaddell.

Para convertir los grados Twaddell en valores absolutos del peso específico se multiplican por 5 y el producto se resta de 1.000.

Para encontrar el peso específico equivalente a grados Baumé se añade a éstos 130 y se divide 140 por la suma

EQUIVALENCIA ENTRE EL PESO ESPECIFICO Y GRADOS BAUME.

| Baumé | P. E. | Baumé | P. E. | Baumé | P. E. | Baumé | P. E. | Baumé | P. E. |
|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|-------|--------|
| 10 | 1,0000 | 26 | 0,8989 | 42 | 0,8157 | 58 | 0,7470 | 74 | 0,6887 |
| 11 | 0,9930 | 27 | 0,8930 | 43 | 0,8110 | 59 | 0,7432 | 75 | 0,6856 |
| 12 | 0,9861 | 28 | 0,8872 | 44 | 0,8063 | 60 | 0,7394 | 76 | 0,6823 |
| 13 | 0,9791 | 29 | 0,0014 | 45 | 0,8017 | 61 | 0,7357 | 77 | 0,6789 |
| 14 | 0,9722 | 30 | 0,8755 | 46 | 0,7971 | 62 | 0,7319 | 78 | 0,6756 |
| 15 | 0,9658 | 31 | 0,8702 | 47 | 0,7927 | 63 | 0,7281 | 79 | 0,6722 |
| 16 | 0,9594 | 32 | 0,8650 | 48 | 0,7883 | 64 | 0,7243 | 80 | 0,6689 |
| 17 | 0,9530 | 33 | 0,8597 | 49 | 0,7888 | 65 | 0,7205 | 81 | 0,6656 |
| 18 | 0,9466 | 34 | 0,8544 | 50 | 0,7794 | 66 | 0,7168 | 82 | 0,6619 |
| 19 | 0,9402 | 35 | 0,8492 | 51 | 0,7752 | 67 | 0,7133 | 83 | 0,6583 |
| 20 | 0,9339 | 36 | 0,8443 | 52 | 0,7711 | 68 | 0,7097 | 84 | 0,6547 |
| 21 | 0,9280 | 37 | 0,8395 | 53 | 0,7670 | 69 | 0,7061 | 85 | 0,6511 |
| 22 | 0,9222 | 38 | 0,8346 | 54 | 0,7628 | 70 | 0,7025 | 86 | 0,6481 |
| 23 | 0,9163 | 39 | 0,8299 | 55 | 0,7587 | 71 | 0,6990 | 87 | 0,6451 |
| 24 | 0,9105 | 40 | 0,8251 | 56 | 0,7546 | 72 | 0,6956 | 88 | 0,6422 |
| 25 | 0,9047 | 41 | 0,8204 | 57 | 0,7508 | 73 | 0,6923 | 89 | 0,6363 |

Coefficiente de dilatación.—Dijimos que la corrección que había que hacer para referir el peso específico de un aceite a 15 grados venía dada, con una aproximación suficiente, por cada grado de diferencia con respecto a aquella temperatura, por $d\alpha$; por consiguiente, es conveniente el conocimiento del coeficiente de dilatación no solamente para la determinación del peso específico, sino también para el cálculo del espacio necesario para la expansión de los aceites en su almacenaje y transporte.

La determinación de α , que representa el aumento de volumen de un centímetro cúbico de líquido para un calentamiento de un grado, se hace con el dilatómetro.

Este aparato consiste en un tubo de vidrio cerrado por un extremo y cuya capacidad hasta el 0 es de 30 centímetros cúbicos, siendo la del cuello graduado, de dos milímetros de diámetro, de 850 milímetros cúbicos.

El volumen inicial del aceite a la temperatura ordinaria se mide en un baño de agua y después se lleva el dilatómetro a una estufa de vapor de éter, bromuro de etilo o cloroforno, según la temperatura que se desee obtener.

Determinados los volúmenes V y V' del aceite a t y t' grados el coeficiente de dilatación estará dado por la fórmula

$$= \frac{V - V'}{(t - t') V + c}$$

en que $c = 0,000025$ es el coeficiente de dilatación cúbica del vidrio.

Destilación fraccionada.—La destilación fraccionada, cuando se aplica a un producto bruto, permite separar las distintas especies de aceites que lo componen y, por consiguiente, su ejecución es indispensable para enjuiciar acerca del partido que se puede sacar del aceite que se estudia.

Como medio de identificación de los productos refinados,

es indispensable en los laboratorios industriales, en las Aduanas, etc.

Como los diversos aparatos de laboratorio pueden, aun partiendo de los mismos aceites, conducir a resultados diferentes, se ha llegado, para obtener resultados comparables, a la construcción de aparatos tipos adoptados por los laboratorios industriales y de los servicios de Aduanas.

El aparato generalmente empleado es el de destilación ininterrumpida de los aceites; esto es, el Engler-Ubbelhode.

El aparato representado en la figura 9 consta de un balón Engler de 135 a 140 centímetros cúbicos de capacidad y cuyas dimensiones y características están especificadas en la figura antes citada. Este matraz se calienta con un mechero Bunsen con regulación graduada de llama, dentro de una cubierta de chapa tapizada interiormente de cartón de amianto. Esta cubierta tiene las mirillas convenientes para seguir la marcha de la operación. El balón descansa sobre un cartón de amianto con un orificio en el centro.

El termómetro se coloca de tal manera que el depósito de mercurio venga enfrente del orificio del tubo del matraz. El refrigerante de Liebig tiene el tubo de 60 centímetros de longitud y se empalma con otro tubo acodado y ligeramente encorvado con objeto de que su extremidad tropiece con la pared del tubo que ha de recoger los productos de la destilación. Estos tubos, colocados en un soporte giratorio, están divididos en divisiones de $1/5$ de centímetro cúbico.

Se opera sobre 100 centímetros cúbicos de aceite y la operación se conduce de una manera regular, para lo cual el aparato va provisto de un pequeño péndulo (1) que bate segundos.

Como punto inicial de la destilación, se toma la temperatura que marca el termómetro cuando cae la primera gota del extremo del refrigerante.

Como punto final se adopta la temperatura que marque

(1) Para medir el tiempo.

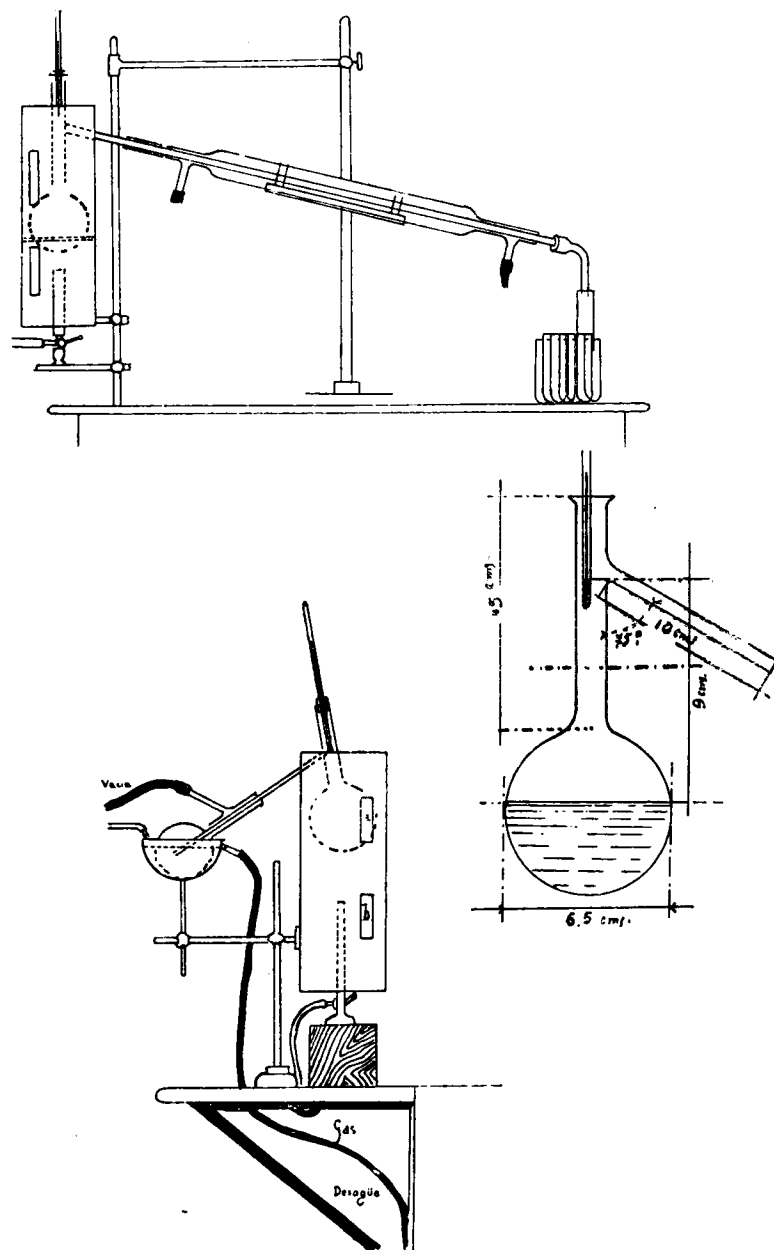


Figura 9.

el termómetro cuando el fondo del balón haya quedado sin líquido o cuando aparecen en el balón vapores blancos que denotan la descomposición de los aceites.

Generalmente, en los ensayos industriales no se hacen correcciones de temperatura, pero en las determinaciones más delicadas es preciso efectuarlas, y a continuación damos una tabla que indica las correcciones que hay que efectuar cuando se quiere determinar la cantidad de líquido que destila a temperatura determinada:

| Temperatura leída en grados centígrados | Corrección en grados centígrados cuando se emplea el balón Engler de vidrio (1). |
|-----------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 60 | » |
| 80 | 0,8 |
| 100 | 1,0 |
| 120 | 1,5 |
| 140 | 2,1 |
| 160 | 2,8 |
| 180 | 3,6 |
| 200 | 4,6 |
| 220 | 5,7 |
| 240 | 6,9 |
| 260 | 8,2 |
| 280 | 9,7 |
| 300 | 11,2 |
| 320 | » |

Estas correcciones se aplican en el caso de emplear un termómetro graduado de -20 a $+360^{\circ}$ y restaran de las indicaciones de éste; así, por ejemplo, si hemos de destilar hasta 280 grados, lo haremos hasta que el termómetro marque $280^{\circ} - 9^{\circ},7 = 270^{\circ},3$.

En los productos que contienen esencias muy volátiles hay que tomar en consideración la corrección de presión.

(1) SCHLUTER, *Mitteilungen*, 33,305 (1915).

La corrección es $\pm 0^{\circ},035$ por cada milímetro de diferencia de la presión a que se opera con la normal de 760 milímetros, siempre que esta diferencia sea mayor de ± 5 milímetros.

La corrección es positiva para presiones superiores a 760 milímetros y negativa en el caso contrario.

Para los ensayos en los servicios de Aduanas se emplea un aparato totalmente metálico, excepto la burleta, en que se recogen los productos de la destilación. Sus dimensiones están perfectamente determinadas, y los resultados que con él se obtienen son comparables, aunque difieren de los obtenidos con el aparato de Engler. Las correcciones de temperatura también son algo distintas de las dadas anteriormente.

Naturalmente, los métodos de destilación en los laboratorios han de ser adecuados a la naturaleza del producto que se estudia y a los procedimientos industriales que han de emplearse para su destilación.

En términos generales, estas destilaciones fraccionadas han de efectuarse sobre aceites libres de agua, cuya presencia produciría sobresaltos y originaría proyecciones durante la destilación. Como ya hemos indicado en otra ocasión, para evitar la presencia del agua se agita el aceite con cloruro de calcio anhidro o, mejor, con una mezcla fundida de una parte, en peso, de cloruro cálcico y cuatro partes de cloruro sódico (1).

Las fracciones pesadas que hierven por encima de 300 grados se destilan con inyección de vapor recalentado o con un vacío de 250 a 300 milímetros, para evitar la descomposición del aceite y evitar la formación de productos ligeros y de mal olor.

Engler ha ideado el aparato representado en la figura 10, que consta de la retorta de cobre *A*, a la que se adapta primeramente la columna *B* (indicada en la figura), que

(1) *Z. angew. Chem.*, 26,1777 (1913).

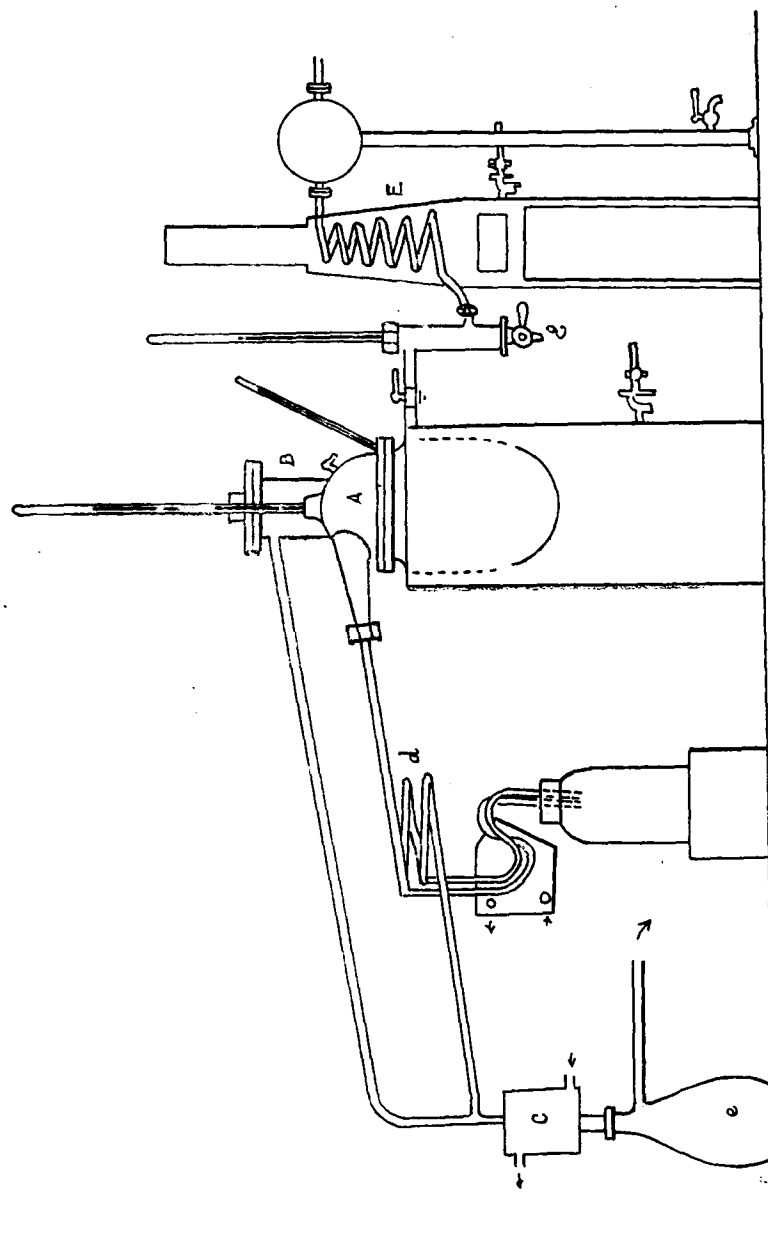


Figura 10.



contiene como desflegmador varias telas metálicas separadas por anillos también metálicos. Los productos que destilan hasta 280 grados se recogen en el matraz, colocado bajo el refrigerante *C*. El recipiente se retira y es substituído por otro cada vez que los productos de la destilación cambian de aspecto y de peso específico. Cuando los vapores adquieren la temperatura indicada de 280 grados se deja enfriar el aparato y se substituye la columna por la caperuzca de la retorta, que está unida al refrigerante *C* por el separador *D*. Elevada nuevamente la temperatura, se inyecta el vapor recalentado en el serpentín de cobre *E*, calentado exteriormente. El vapor se recalienta a 200 grados, y cuando está seco, lo que se comprueba abriendo la llave *g* y observando si es casi invisible, ha llegado el momento de efectuar la inyección. En el colector del separador *d* se obtienen los aceites más pesados; los más ligeros se recogen en los recipientes *e*, colocados en el refrigerante *C*; estos recipientes, así como los colocados debajo del separador, se cambian cada vez que varía el aspecto de los aceites que se condensan.

Si se desea trabajar con vacío se unen los matraces del refrigerante y del separador a una trompa.

Las fracciones del mismo aspecto, peso específico y fluidez se clasifican, según sus límites de ebullición, en esencias, aceites lampantes, *gas oil*, aceites de engrase, etcétera. Estos aceites hay que refinarlos para eliminar los compuestos no saturados, y esto se consigue por un tratamiento con ácido sulfúrico en la proporción de 1 a 8 por 100, según la viscosidad y coloración del aceite.

Esta operación se hace con gran perfección en el aparato de Frank que representa la figura 11, y que consiste en un recipiente cilíndrico con la parte inferior cónica y provista de una llave *A*. La parte cilíndrica es de dobles paredes y el espacio *B* está lleno de agua, que se calienta en el apéndice *h*. La temperatura del agua y de la substan-

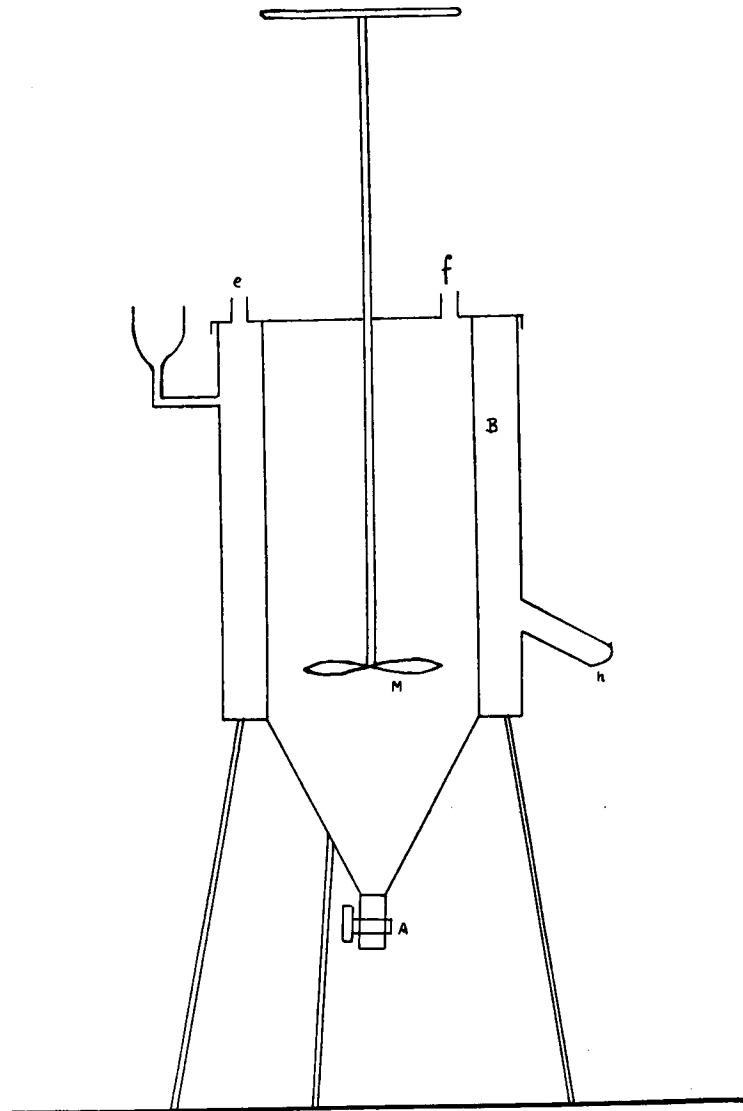


Figura 11.

INDICE ALFABETICO

DE LAS

MATERIAS CONTENIDAS EN EL AÑO 1930

Artículos técnicos.

Páginas

| | | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------|-----|
| <i>Estudio sobre explosiones de polvo de carbón y sobre los medios empleados para evitarlas y limitarlas</i> , por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villegas. Memoria premiada en el concurso de 1929 entre Ingenieros de Minas de la Escuela de Madrid..... | 5, 123, 211, 301 y | 421 |
| <i>Explosivos</i> .—Informe relativo al transporte de las «nitramitas»..... | | 87 |
| <i>Comisión del Grisú</i> .—Informe relativo al resultado de pruebas de mechas y encendedores..... | | 173 |
| Trazado de meridianas en el distrito minero de Baleares, por el Inspector general Ilmo. Sr. D. Adolfo de la Rosa..... | | 187 |
| <i>El titanio. Metalogenia, aplicaciones y yacimientos españoles</i> , por el Ingeniero de Minas D. José Meseguer Pardo..... | | 465 |
| <i>Estudio de criaderos minerales de la provincia de Santander (criaderos de cinc)</i> , por el Ingeniero de Minas D. J. M. Mazarrasa..... | 521, 570, 631, 675 y | 711 |
| Trazado de meridianas en los distritos mineros de Almería e Islas Canarias y de rectificación en el de Murcia, por el Inspector general Ilmo. Sr. D. Adolfo de la Rosa.... | | 601 |
| <i>Aguas mineromedicinales de la provincia de Santander</i> , por el Ingeniero de Minas D. J. M. Mazarrasa... 757 y | | 805 |
| Trazado de meridianas en los distritos mineros de Burgos, Salamanca, Zamora, Valladolid, Zaragoza y Huesca, por el Inspector general Ilmo. Sr. D. Adolfo de la Rosa. | | 775 |
| Aclaración..... | | 827 |

Estadística.

| | <u>Páginas</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de diciembre de 1929..... | 96 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a diciembre de 1929..... | 99 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a diciembre de 1929..... | 99 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de diciembre de 1929..... | 100 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de enero de 1930..... | 192 |
| Producción de combustibles durante el mes de enero de 1930..... | 195 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante el mes de enero de 1930..... | 195 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de enero de 1930..... | 196 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de febrero de 1930..... | 276 |
| Producción de combustibles durante el mes de febrero de 1930..... | 279 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de febrero de 1930..... | 280 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de marzo de 1930..... | 398 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a marzo de 1930..... | 401 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a marzo de 1930..... | 401 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de marzo de 1930..... | 402 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de abril de 1930..... | 502 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a abril de 1930..... | 505 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a abril de 1930..... | 505 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de abril de 1930..... | 506 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de mayo de 1930..... | 552 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a mayo de 1930..... | 555 |

Páginas

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a mayo de 1930..... | 555 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de mayo de 1930..... | 556 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de junio de 1930..... | 608 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a junio de 1930..... | 611 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a junio de 1930..... | 611 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de junio de 1930..... | 612 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de julio de 1930..... | 654 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a julio de 1930..... | 657 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de julio de 1930..... | 658 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de agosto de 1930..... | 694 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a agosto de 1930..... | 697 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a agosto de 1930..... | 697 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de agosto de 1930..... | 698 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de septiembre de 1930..... | 736 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a septiembre de 1930..... | 739 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a septiembre de 1930..... | 739 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de septiembre de 1930..... | 740 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de octubre de 1930..... | 782 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a octubre de 1930..... | 785 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a octubre de 1930..... | 785 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de octubre de 1930..... | 786 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de noviembre de 1930..... | 830 |

| | <u>Páginas</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Producción de combustibles durante los meses de enero a noviembre de 1930..... | 833 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a noviembre de 1930..... | 833 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de noviembre de 1930..... | 834 |

Legislación.

A

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Real decreto disponiendo que los mineros habrán de solicitar la correspondiente autorización del Gobernador civil de la provincia, para poder destinar las aguas a usos distintos de las necesidades del laboreo de su concesión, mediante el alumbramiento de las mismas..... | 665 |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|

C

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Real orden declarando que las entidades consumidoras que exploten por sí mismas minas de carbón y utilicen determinadas clases del combustible producido, podrán aumentar su producción en la cantidad necesaria para cubrir su propio consumo, previa renuncia del cupo libre que les está asignado en igual cuantía o con un margen de expansión de un tanto por ciento que en cada caso habrá de fijarse..... | 114 |
| Real orden que autoriza a D. José María Marchesi y Sociats para instalar una fábrica de cemento portland artificial en Cabezón (Valladolid), para una producción anual de 75.000 toneladas, y a D. José Luis Martínez Abellanosa para establecer otra en Mataporquera (Santander), con producción de 60.000 toneladas anuales.... | 115 |
| Real orden que declara caducada la concesión otorgada a D. Luis de Aranguren y Gallástegui, en nombre de la Sociedad Portland Iberia, S. A., por Real orden de 1.º de julio de 1929, para ampliar en 40.000 toneladas anuales la producción de su fábrica de cemento portland artificial de Castillejo (Toledo)..... | 201 |
| Real orden que autoriza a D. Pedro Omedes Olivillé para substituir dos molinos de piedra por otros dos mecánicos a bolas, sistema Krupp, en su fábrica de Sarriá de Ter (Gerona), de cementos y cales naturales..... | 201 |

| | <u>Páginas</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Real orden declarando que los importadores de hulla inglesa de los grupos A, B y C con derecho a la reducción arancelaria, son los que figuran en la relación que se inserta, en la que también se expresan las cantidades recibidas de hulla inglesa y de carbón nacional..... | 292 |
| Real decreto declarando disuelto el Consejo Nacional de Combustibles y vinculadas en la Dirección general de Minas y Combustibles las atribuciones que a dicho organismo le fueron conferidas por los Reales decretos de las fechas que se indican..... | 293 |
| Real orden que concede a la Compañía Mercantil Cementos y Cales Freixa, S. A., autorización para instalar en su fábrica de Monjos (Barcelona) un molino a bolas, sistema Krupp, de molturas de tierras y piedras calizas para fabricar portland artificial, con la condición expresa de que no podrá rebasar anualmente la producción de cemento portland artificial que dicha fábrica obtuvo en el año 1929..... | 411 |
| Real orden desestimando instancias presentadas por la Federación de Sindicatos Carboneros de España y por los explotadores de minas de carbón, solicitando la supresión del recargo municipal sobre el valor del producto bruto de las explotaciones carboníferas..... | 515 |
| Reales órdenes concediendo una ampliación de tres meses a las autorizaciones que fueron concedidas respectivamente a D. José M. ^a Marchesi y Sociats y a D. José Luis Martínez de Abellanosa, para instalar fábricas de cemento..... | 566 |
| Real orden determinando las funciones que ha de ejercer la dependencia de la Dirección general de Minas y Combustibles, encargada de los servicios de recaudación del gravamen sobre tonelada de carbón, establecido por el Real decreto de 6 de agosto de 1927 y regulado por la Real orden de 1.º de marzo de 1929..... | 619 |
| Real orden anunciando un Concurso para premiar proyectos relativos a las industrias Minera y Metalúrgica, con arreglo a las bases que se indican..... | 620 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Fijando para las Empresas mineras inscritas en el Sindicato Carbonero Asturiano y en el Sindicato Carbonero de España los precios de venta de las hullas por tonelada..... | 623 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Fijando los precios de venta de las hullas para las Empresas mineras de la cuenca de Peñarroya, inscritas en el Sindicato Carbonero de Peñarroya y Puertollano..... | 625 |

| | <u>Páginas</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Real orden que concede autorización a D. José Molina Carranza para instalar en Jaén una fábrica de mosaicos con una prensa de turba..... | 750 |
| Real orden que concede autorización a D. Antonio Martínez Martínez para ampliar su fábrica de mosaicos, establecida en Jaén, en la carretera de Fuerte del Rey, con una prensa de dos plazas, y para fabricar tubos de cemento de todos diámetros y piedra artificial en general.. | 750 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Disponiendo que los importadores de hulla inglesa pueden presentar instancia declarando la cantidad de dicho producto y de carbón nacional remitido desde el 6 de noviembre de 1925 al 5 del mismo mes del corriente año..... | 750 |
| Real orden disponiendo que D. ^a María Blanch y Rufat, viuda de D. Juan González Solé, sea admitida en el grupo B) del Régimen de la Economía del Carbón..... | 794 |
| Real decreto declarando que en lo sucesivo se otorgará el título de «Capataz de Minas y fábricas metalúrgicas» a los alumnos que cursen y terminen sus estudios en las Escuelas de Almadén, Bémez, Bilbao, Cartagena, Huelva, Linares y Mieres..... | 794 |
| Real orden declarando que de la cantidad a que se refiere el artículo 3.º transitorio del Real decreto de 27 de diciembre de 1929, corresponde percibir al Sindicato de los Obreros mineros de Asturias el 92 por 100 y al Sindicato Católico de Mineros asturianos el 8 por 100..... | 845 |

D

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Real orden que dispone se haga extensiva a los Cuerpos de Ingenieros de Minas y de Montes y a los de Auxiliares de los mismos la parte preceptiva de la Real orden número 76, de 25 de marzo próximo pasado, relativa a ascensos y provisión de destinos..... | 414 |
| Real orden que deroga la disposición primera de la Real orden de 16 de abril de 1909, y concede el derecho a ingreso en el Cuerpo Nacional de Ingenieros de Minas y servicio del Estado a todos los alumnos que habiendo ingresado en la Escuela especial del Ramo con posterioridad al curso de 1909, cursaron su carrera con carácter de oficiales, y dispone que de igual derecho disfruten los alumnos que ingresen en lo sucesivo y cursen la carrera con referido carácter de oficiales..... | 513 |

E

| | <u>Páginas</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Real decreto que concede a D. Eliseo García Ruifernández, para su fábrica de yeso de Torquemada (Palencia), los beneficios de la ley de Expropiación forzosa por causa de utilidad pública..... | 111 |
| Real decreto que deroga el número 1.967, de 6 de septiembre de 1929, y en su virtud suprime el Instituto de Estructuración Minera por el creado y anula los nombramientos recaídos para constituir la Junta directiva del mismo..... | 288 |
| Real decreto desestimando los recursos de alzada interpuestos por D. Agustín Madariaga y D. Bernabé de Azpeitia y confirmando en todas sus partes la providencia dictada por el Gobernador civil de Vizcaya, que declaró de necesidad la ocupación de los terrenos que intentó expropiar la Compañía anónima de Vasconia para la instalación de un tranvía aéreo y demás obras destinadas a su fábrica de Dos Caminos..... | 415 |
| Real orden incluyendo el espato calizo en la tercera sección del Decreto-ley de 29 de diciembre de 1868..... | 841 |
| Real decreto desestimando la petición formulada por don José García Gómez, por la que solicita la concesión de los beneficios otorgados por el de 1.º de abril de 1927, para la expropiación de terrenos propiedad del Ayuntamiento de Mingorria..... | 844 |
| Real orden que desestima petición formulada por D. Isidoro Arrida y Arregui, en representación de la Sociedad La Vascongada, por la que solicita la concesión de los beneficios otorgados por el Real decreto de 1.º de abril de 1927, para su industria de fabricación de yeso y escayola, del término de Vallecas, provincia de Madrid..... | 844 |

I

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----|
| Real orden respecto a indemnizaciones al personal facultativo de Minas..... | 620 |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----|

O

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Real decreto disponiendo quede redactado en la forma que se indica el artículo 6.º del Real decreto número 2.569, de 1929, relativo al Orfanato de Mineros Asturianos.... | 206 |
| Real orden que dicta normas para la elección de Vocales del Orfanato de Mineros Asturianos..... | 292 |

| | <u>Páginas</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Real orden que dicta reglas para la recaudación del canon de 25 céntimos de peseta por tonelada de carbón, para recursos del Orfanato de Mineros Asturianos..... | 292 |
| P | |
| Movimiento de personal: 103, 199, 283, 405, 509, 559, 615, 661, 701, 789 y | 837 |
| Real orden que fija los precios durante el mes de febrero para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo | 117 |
| Real orden relativa a la devolución de primas reintegrables concedidas a las minas de plomo..... | 203 |
| Real orden que dispone rijan para el mes de marzo los precios que se indican para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 292 |
| Real orden que fija los precios que han de regir durante el mes de abril para el suministro del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 409 |
| Real orden que dispone rijan durante el mes de mayo, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios que fueron fijados para el mes de abril..... | 513 |
| Real orden que dispone rijan durante el mes de junio, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los precios que rigieron en el mes de marzo anterior..... | 564 |
| Real orden que fija los precios que han de regir durante el mes de julio para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 619 |
| Real orden disponiendo que durante el mes de agosto rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes de julio..... | 625 |
| Real orden que dispone rijan durante el mes de septiembre los mismos precios vigentes en el mes de agosto, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 670 |
| Real orden que dispone rijan durante el mes de octubre, para la venta del plomo en barra y elaborado, los mismos precios anteriores y que para la compra del plomo viejo rijan los precios que se indican..... | 706 |
| Real orden disponiendo que para la venta del plomo en barra y elaborado rijan, durante el mes de noviembre, | |

| | <u>Páginas</u> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| los precios vigentes en el mes de octubre y que para la compra del plomo viejo sean los que se indican..... | 750 |
| Real orden disponiendo que en el mes de diciembre rijan para la venta del plomo en barra y elaborado los mismos precios vigentes en el mes de noviembre y para la compra del plomo viejo los que se indican..... | 800 |
| Real orden que dispone rijan para el mes de enero próximo los mismos precios vigentes en el actual para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 845 |
| R | |
| Real decreto que declara registrable el espacio de la provincia de Lérida, en el pasaje de Malagarriga, comprendido dentro de la concesión «Salinas Victoria», que venía formando parte de la zona reservada por el Estado por Real decreto de 1.º de octubre de 1914, debiendo solicitarse la concesión de este espacio con arreglo a la Ley y Reglamento de Minas potásicas..... | 106 |
| Real orden que prorroga por dos años la suspensión del derecho público de registro de minas en la zona de la provincia de Sevilla, cuya designación consta en la Real orden de 9 de enero de 1928..... | 109 |
| Real orden que dispone quede suspendido temporalmente el registro de minas de estaño en la zona comprendida dentro del perímetro que se indica | 110 |
| Real orden disponiendo que por los Gobernadores civiles de las provincias que se indican se proceda a continuar la tramitación de los registros mineros solicitados como de estaño con anterioridad al 18 de octubre del año próximo pasado..... | 115 |
| Real orden derogando la de 18 de octubre de 1929, que dejó en suspenso en toda España la tramitación de las peticiones de registros mineros de estaño..... | 412 |
| Real orden suspendiendo temporalmente el derecho de registro de minas de potasa en la zona que señala dentro de las provincias que se indican..... | 564 |
| Real orden prorrogando por dos años la suspensión del derecho público de registro de minas en la zona de la provincia de Navarra | 624 |
| Real orden restableciendo el derecho público de registro de minas en la zona de la provincia de Santander..... | 749 |

S

| | <u>Páginas</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Real orden que adjudica definitivamente a D. Francisco Sánchez Madrid la ejecución de un sondeo de investigación carbonífera en la zona reservada al Estado en Villanueva de las Minas (Sevilla)..... | 111 |
| Real orden que adjudica definitivamente a la Sociedad anónima Trefor la ejecución de un sondeo de investigación y reconocimiento de la cuenca potásica de la provincia de Navarra..... | 112 |
| Real orden disponiendo que para el año actual rijan las disposiciones que se indican sobre producción, fabricación y venta de sales potásicas..... | 205 |
| Real decreto declarando exceptuada de las formalidades de subasta y disponiendo se adjudique mediante concurso público la ejecución de dos sondeos de reconocimiento de la cuenca potásica de Navarra..... | 705 |
| Real orden adjudicando definitivamente a la Sociedad Trefor la contrata para la ejecución de dos sondeos de investigación del nivel acuífero subterráneo en la cuenca potásica descubierta en la provincia de Navarra..... | 843 |

Sección de Minas.

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el año 1930... 104, 200, 284, 406, 510, 560, 616, 662, 702, 744, 790 y | 838 |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|

cia que se refina se aprecian por medio de termómetros que se colocan en *e* y *f*.

La agitación del aceite y el ácido sulfúrico se efectúa por medio del agitador *M*, movido por un pequeño motor. En las proximidades de la pared se coloca una varilla fija para evitar que toda la masa tome un movimiento giratorio.

Después de una agitación conveniente se elimina el ácido sulfúrico por la llave *A*, lavando con agua para quitar el exceso de ácido. A continuación se trata, agitando, con una lejía de sosa, y después de dejar separarse los líquidos se elimina ésta por la parte inferior del aparato y se lava el aceite con agua hasta que ésta no dé reacción alcalina.

Después del refinado se someten los aceites obtenidos a los ensayos de viscosidad, punto de inflamación, punto de solidificación, etc.

Como indicaremos al tratar de los petróleos brutos y esencias, deben construirse las curvas de composición y térmica que caracterizan los productos de distintas procedencias.

PUNTOS DE FUSION Y DE SOLIDIFICACION

El punto de fusión es la temperatura a la cual una grasa sólida o consistente, parafina, cera, betún, asfalto, etcétera, pasa del estado sólido al líquido, y el de solidificación aquella en que estando fundida cualquiera de esas sustancias adquieren por enfriamiento la consistencia sólida.

Se comprende la importancia que esta determinación pueda tener en las múltiples aplicaciones a que se destinan los productos citados y muy en especial en el engrase, principal objeto de este trabajo.

Es evidente que una grasa consistente, por ejemplo, que se funda totalmente a la temperatura de aplicación en un

organismo y se pierda por goteo, no será útil para el engrase del mismo, como no lo será tampoco aquella que se conservara completamente sólida durante la marcha de aquél.

Estos puntos, por otra parte, no corresponden a un momento exactamente fijo, ya que siendo compleja la composición de las materias en que se determinan, serán distintos los puntos de fusión o solidificación de cada componente y por tanto empezará por fundirse o solidificarse alguno de ellos, terminando por hacerlo el de punto más alto o más bajo, según de que se trate de fusión o de solidificación.

Fijándose en la fusión, por ejemplo, veremos hay en realidad dos puntos límites: el inicial, o sea el correspondiente al componente más fusible, y el final, que se refiere al de temperatura de fusión más alta. El primer punto se alcanza al hacerse visible un enturbiamiento y el último corresponde a la transparencia de la muestra.

El primero se llama punto de *reblandecimiento* y el segundo el de *fusión*, ya que realmente no sobreviene ésta hasta estar fundidos todos los componentes.

Estos son en pocas palabras los fundamentos base de la determinación de características de tanto interés.

Toma de muestra y preparación.—Fácilmente se comprende la influencia y variaciones que puede producir en estas determinaciones la presencia del agua y la toma de muestra. La primera debe eliminarse, y en cuanto a la segunda deberá hacerse calentando la materia a estudiar hasta que adquiera consistencia suficiente para poder ser agitada y mezclada muy bien con una varilla o cuchara de vidrio, extendiéndola después sobre una placa de porcelana, dividiendo en forma de cuadrícula y tomando una porción de cada cuadro. Con todo lo así recogido se repetirá otra vez la operación y lo así apartado se vuelve a calentar y agitar para mezclarlo aun más. De esta última porción se tomará la parte destinada al ensayo.

Punto de fusión.—Se indicarán a continuación los procedimientos más corrientes para grasas principalmente, describiendo los detalles para asfaltos y breas en el lugar a dichos productos dedicados.

Los métodos seguidos aquí son:

- 1.º En tubo capilar;
- 2.º En tubo estrecho abierto en ambos extremos;
- 3.º Tubo de ensayo;
- 4.º Punto de gota,

cuyos métodos operatorios son los siguientes:

1.º *En tubo capilar.*—Se empieza por estirar a la llama un tubo de vidrio que quede bien afilado y con suficiente longitud en su parte fina para que pueda entrar en otro capilar de un milímetro de diámetro interior. En este último se van introduciendo con el afilado porciones de la muestra hasta llenar cuando más los 2/3 de la longitud de aquél. Así preparado se deja en reposo veinticuatro horas para que tome la preparación su debida consistencia y la temperatura ambiente.

Pasado el tiempo dicho se une el tubo preparado con un termómetro por medio de una goma, se introduce este conjunto así formado en un tubo de ensayo y éste en un vaso con agua cuya temperatura se irá aumentando muy lentamente, sobre todo al final, o sea cuando la muestra vaya tomando aspecto más claro, en cuyas circunstancias se elevará la temperatura a razón de un grado centígrado por minuto aproximadamente. Como al colocar la muestra en el tubo capilar no suelen quedar juntas las distintas porciones, será un buen indicio de principio de reblandecimiento el momento en que todos ellos se unan formando un todo único. El final lo acusa la transparencia de la substancia.

Las lecturas de estos dos momentos son los puntos límites buscados.

2.º *Procedimiento en tubo abierto en ambos extremos.*—Se toma un tubo de tres milímetros de diámetro y treinta

de longitud, en el que se introduce la materia en estudio en una altura de un centímetro, uniéndose este tubo, como en el caso anterior a un termómetro, con una goma. El conjunto se introduce en un vaso con agua que se calienta con lentitud y cuando se funde la grasa o sustancia ensayada se la verá ascender en el tubo.

Este procedimiento aprecia el límite o temperatura de fusión, no por la transparencia, sino por un movimiento de la muestra, hecho que permite por tanto aplicarlo a materias en que los anteriores métodos no tienen aplicación por no ser transparentes al fundirse, tales como asfaltos, breas y análogos.

3.º *Procedimiento en tubo de ensayo.*—Se lleva a cabo en un tubo de ensayo de diez milímetros de diámetro introduciendo en éste la muestra y un termómetro, el cual se tendrá cuidado no llegue al fondo del tubo. Los límites se aprecian igualmente por el enturbiamiento y la transparencia respectiva.

4.º *Punto de gota.*—Este método es general, pudiendo aplicarse lo mismo a las sustancias que transparentan al fundir que a los asfaltos, breas y demás que no lo hacen. Como su denominación tan gráficamente expresa, el punto determinado, es la temperatura a la cual al tomar consistencia líquida, por fusión, la sustancia, se desprende una gota de ésta. Realmente hay un límite precursor del punto buscado y es el que corresponde al instante de curvarse la superficie inferior de la probeta o muestra. Este límite podemos designarle como *punto de asomo*, que es el equivalente al de reblandecimiento en los métodos anteriores.

Esta determinación se hace en aparato ya clásico (figura 12), llamado de *Ubbelohde*, que consiste en un tubo metálico *ab*, al cual se ajusta por su extremo superior un termómetro y por el inferior una pieza en forma de dedal, en el que se introduce la materia a ensayar. La colocación de ésta en el dedal se consigue colocando éste sobre un vidrio

plano, calentándola si es preciso para darla la consistencia conveniente, y enrasando bien, sin olvidar la evitación de burbujas dentro de la masa. Colocado el dedal (en el tubo *ab*) y éste en el termómetro, se introduce el conjunto en un tubo de ensayo y éste a su vez en un vaso de agua. Elevada paulatinamente la temperatura de éste, se anotan las que el termómetro marque en los dos momentos indicados: el de la formación del menisco y el de la caída de la gota.

Punto de solidificación.—En la determinación de este punto se ha observado que al alcanzarlo permanece estacionaria la temperatura durante algunos minutos, hecho que da una mayor precisión a la experiencia que la determinación de que acabamos de ocuparnos.

Así como el punto de fusión sólo se aplica a sustancias sólidas o muy pastosas, el de solidificación se hace extensivo a los aceites y grasas líquidas, si bien, en muchos casos, aplicando el procedimiento en condiciones tales de enfriamiento, que ya recibe el nombre especial de *punto de congelación*, figurando generalmente como una determinación distinta.

Una grasa puede contener proporciones diversas de ácidos grasos, y, según sea ese contenido, serán diferentes los puntos de solidificación; de aquí nacen dos criterios distintos en estas determinaciones: es el uno hallar la temperatura a que solidifica la grasa, y el otro el buscar a cuál lo hacen los ácidos grasos contenidos en ella. Lo primero se llama punto de *solidificación de la grasa*, y lo segundo, la *valoración*, o sea el punto de *solidificación de los ácidos grasos*.

Ambos puntos se determinan en el mismo aparato y en igual forma; pero para aplicar el segundo es necesario hacer antes la separación de la grasa de dichos ácidos.

Hay aparatos para lo primero, tales como el Shukoff, por ejemplo; pero con un frasco, un tubo de ensayo y un

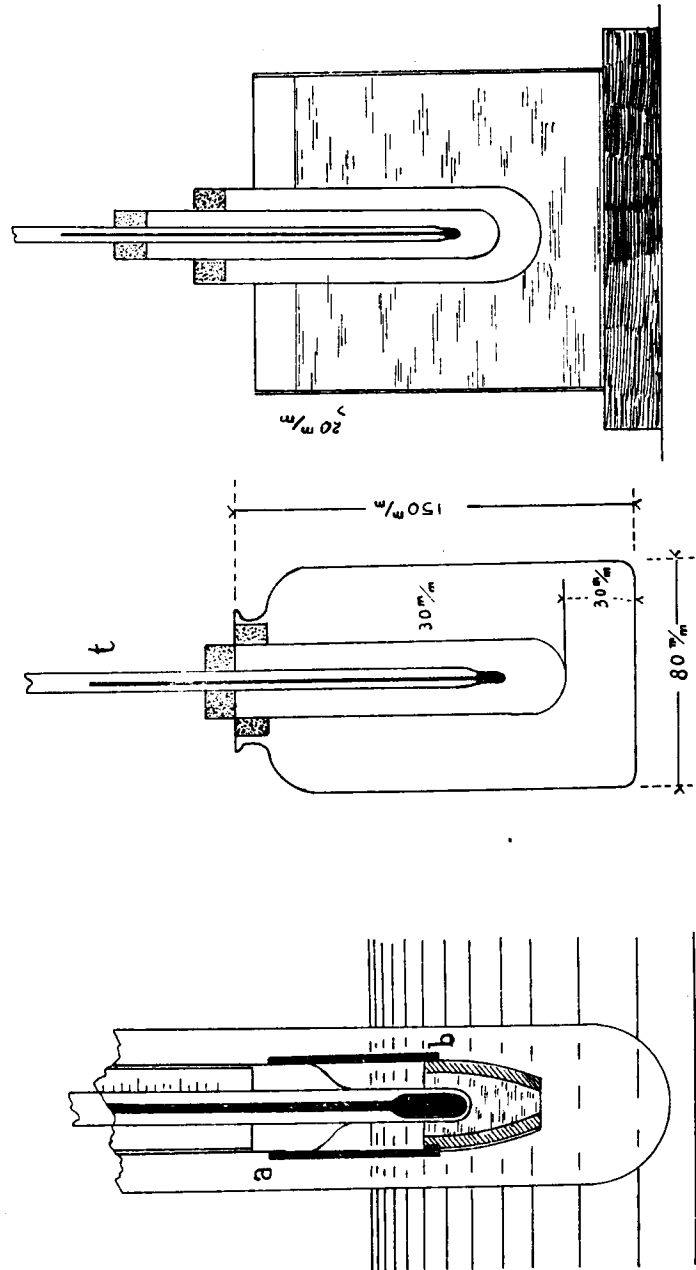


Figura 12.

termómetro, puede montarse uno muy semejante y que da igual resultado. Tal puede ser el representado en la figura 12, cuyas dimensiones van acotadas.

El método de operar es bien sencillo: Se funden 30 gramos de la grasa, parafina, etc., se vierten en el tubo de ensayo, tapando este con un corcho atravesado por el termómetro, y agitando hasta que se note un principio de enturbiamiento. Desde este instante se observan las temperaturas de minuto en minuto, las que irán descendiendo hasta llegar a una que permanece estacionada durante algunos de éstos; esa es la buscada. Si se sigue observando se verá que continúa el descenso.

El procedimiento *Delican*, cuya descripción haremos siguiendo fielmente los detalles del mismo, da el medio de separar los ácidos grasos.

En un Erlenmeyer se tratan 50 gramos de grasa con 40 centímetros cúbicos de lejía de potasa de 1,4 densidad y otro tanto de alcohol de 90 grados, cuya mezcla se agita hasta que se forme un jabón. Se vierte la mezcla a una cápsula en la que se diluye con 1.000 centímetros cúbicos de agua, calentando en baño-maría suavemente para hacer evaporar todo el alcohol y añadiendo agua para compensar la pérdida de ésta por evaporación.

Para dejar libres los ácidos grasos es preciso descomponer el jabón formado, lo que se consigue con adición de ácido sulfúrico diluido al 10 por 100, y calentando, se formarán sulfatos alcalinos y quedarán flotando los ácidos grasos que se quedarán en la cápsula si se decanta el agua convenientemente. Los ácidos se lavan repetidamente con agua hasta la separación total de los restos de sulfúrico que pudieran retener, lo cual se prueba con un indicador o con cloruro bórico. Si se calientan los ácidos hasta fundirlos y se filtran, quedarán ya en condiciones de aplicar la determinación de su punto de solidificación por el método arriba descrito.

Punto de congelación.—Es una propiedad cuyo conocimiento es de gran importancia para el empleo de aceites de engrase en máquinas frigoríficas, transformadores, especialmente en los instalados al aire libre, etc.

En realidad se trata del punto de solidificación de los aceites, fenómeno que en la mayor parte de ellos ocurre a temperaturas inferiores a 0° C. aunque algunos se congelan por encima, tales como los de oliva y algunos otros.

Las temperaturas, según sean ellas, se consiguen con mezclas frigoríficas distintas de las que luego se incluirá una tabla.

El límite de la operación se determina inclinando el tubo en que se realiza, en el momento en que el aceite no se mueve. Mientras el aceite quede mojando las paredes del tubo al poner éste vertical, será señal de no haber llegado al punto buscado, puesto que vuelve a su posición primitiva.

Varios son los procedimientos seguidos. Nosotros, fieles al criterio sustentado en la totalidad de este trabajo, daremos los más sencillos y fáciles de realizar.

Determinación en tubo de ensayo.—En un tubo corriente de ensayo (fig. 12), de 15 milímetros de diámetro, se vierte el aceite hasta una altura de unos cinco centímetros; se cierra con un tapón, atravesado por un termómetro graduado hasta 30° C. Por ejemplo, se introduce este tubo en otro de 40 milímetros de diámetro, cerrado por otro tapón de corcho que él atraviesa, y se coloca el conjunto así formado en un vaso que contenga una mezcla frigorífica formada por hielo machacado y cloruro de sodio, cuyo nivel debe sobrepasar el que alcanza el aceite. Entre la cubeta del termómetro y el fondo del tubo de ensayo quedarán de 20 a 25 milímetros y otro tanto entre los fondos de los dos tubos.

Así las cosas y pasada una media hora, se saca el sistema de tubos del vaso, se inclina y ve si el aceite se desplaza o no; cuando esto último ocurra será señal de que la congelación se ha conseguido,

Procedimiento Hofmeister (1).—Empleando diferentes disoluciones cuyos puntos de congelación sean conocidos y que se indican en el cuadro adjunto, puede hacerse la experiencia poniendo la elegida en un vaso esmaltado interiormente introducido en otro de mayor diámetro, en el que se coloca una mezcla de hielo y sal, rodeando este último de una envolvente de fieltro. Dentro del vaso que contiene la solución, se coloca un tubo de ensayo de 15 milímetros de diámetro con el aceite estudiado en una altura de cuatro centímetros, descansando sobre un soporte con un trozo de fieltro y sujeto a una armadura que le mantiene vertical.

Se introduce en el aceite una varilla de vidrio y, al cabo de una hora, se tira de ella hacia arriba; si sale es señal de que aún no se ha llegado al punto buscado, alcanzado el cual la varilla levantará también al tubo por haber quedado aprisionada en el aceite congelado.

Durante la prueba debe agitarse de vez en cuando el aceite con la varilla, y a más de la tracción de ésta, se debe sacar el tubo e inclinarle para ver si se mueve aquel o no.

Debe, además, comprobarse la temperatura de la solución frigorífica con un termómetro en el momento final o considerado como el de congelación.

Además no debe considerarse como un dato fijo el de no hacer observación hasta pasada una hora, pues puede durar menos o más la determinación; la hora dicha es un término de aproximación y nada más, no un dato de *estandarización*.

Este procedimiento se presta bien a la comparación si-

(1) HOLDE, obra ya citada.

multánea de aceites distintos, ya que pueden disponerse varios tubos en el mismo aparato.

El punto de congelación tiene su aplicación principal en los aceites de engrase y de transformadores y el método más fácil y corriente para determinarlo es el del tubo de ensayo primeramente dicho.

Método por enfriamiento producido por evaporación del éter.—Este procedimiento es muy práctico en aquellos casos en que no hay posibilidad de tener hielo a mano; se recurre a producir el enfriamiento por evaporación de éter sulfúrico; con ello puede llegarse hasta temperaturas de -30° C.

El montaje puede hacerse, como se indica en la figura 13, tapando el tubo *a* con tapón de goma o de corcho parafinado y recubierto de papel de estaño.

En el tubo *a*, que es en el que se vierte el éter, se introduce otro de ensayo de 15 milímetros de diámetro (dimensión generalmente fijada, como antes se ha dicho, para todas estas experiencias de punto de congelación), en el que va el aceite en prueba y el termómetro de observación.

En el tubo *a* penetran dos: uno de vidrio en comunicación con la trompa de vacío, y otro de cloruro de cal que llega cerca del fondo y que tiene por objeto desecar el aire que entra por él al hacerse el vacío, para no dar lugar a depósitos de cristal de hielo en las paredes, lo que dificultaría la apreciación del fenómeno y las lecturas del termómetro.

El conjunto formado por el tubo *a* y el de ensayo atraviesa un tapón que cierra la copa de doubles paredes, entre las que se ha hecho el vacío, soldándose después a la lámpara.

El fin de la operación se aprecia en la misma forma que en el método del tubo de ensayo; es decir, cuando inclinándose éste el aceite no toma movimiento.

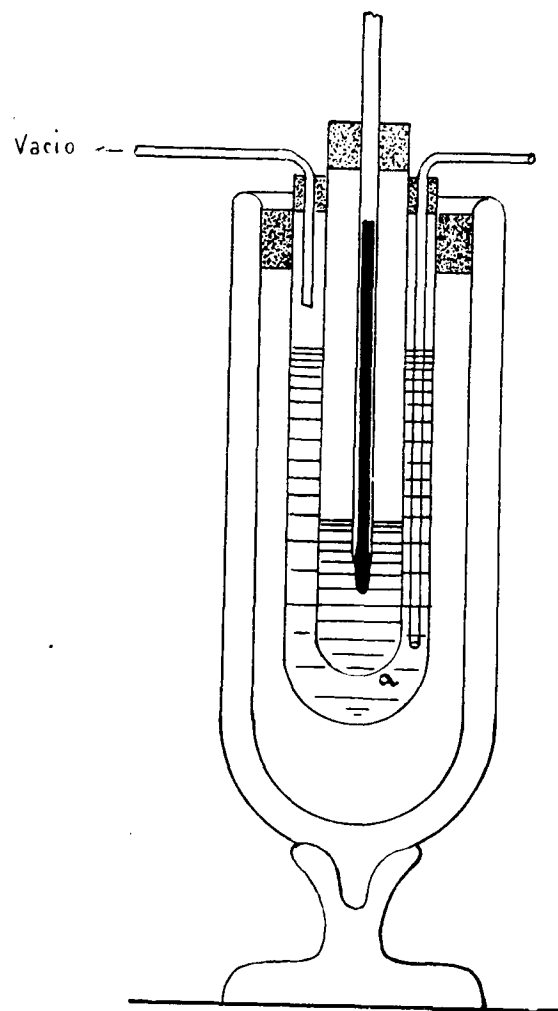


Figura 13.

**PUNTO DE CONGELACIÓN DE ALGUNAS MEZCLAS
FRIGORÍFICAS**

| Temperatura de congelación | SALES EMPLEADAS | Por ciento de sal |
|-------------------------------|---------------------------------------|----------------------|
| — 3° C | Nitrato potásico..... | 13 |
| — 4° | { Nitrato potásico..... | 13 |
| | { Cloruro sódico..... | 2 |
| — 5° | { Nitrato potásico..... | 13 |
| | { Cloruro sódico..... | 3,3 |
| — 8,7 | Cloruro bórico..... | 35,8 |
| — 14 | Cloruro amónico..... | 20 |
| — 15 | Cloruro amónico..... | 25 |
| — 18 | Nitrato sódico..... | 50 |
| — 21 | Cloruro sódico..... | 33 |
| — 31 | Hielo machacado y cloruro sódico. | |
| — 20 | Hielo machacado y cloruro cálcico. | |
| (1) — 57 | Anhídrido carbónico sólido y acetona. | |

(1) Se prepara helando en una cafetera con tapa (metálicos ambos) acetona a — 12° C, o más baja aún, por medio de una mezcla de sal-hielo, invirtiendo un cilindro de CO₂ con detentor y recogiendo el carbónico en un saco de gamuza o ante y la rápida sodificación del CO₂. Esta nieve carbónica se añade a la acetona en proporciones variables, según la temperatura que se desee.

Temperaturas análogas se obtienen con nieve carbónica en alcohol, pudiendo llegar esta mezcla, en estado pastoso, hasta — 78° C.

VISCOSIDAD

El efecto lubricante de un aceite está íntimamente relacionado con esta propiedad física; de aquí la gran importancia que se concede a su determinación.

La viscosidad es una resistencia interna de las moléculas que tiende a dificultar su desplazamiento, lo que explica, según sea su valor, la mayor o menor pereza que experimenta un aceite para salir por un orificio de pequeño diámetro.

En las aplicaciones al engrase ha de emplearse en cada caso un aceite de viscosidad tal, que la presión ejercida por los órganos entre los que aquél se interponga no pueda vencer su resistencia interna, en cuyo caso el rozamiento mutuo de esos órganos podrá considerarse como substituído por el de cada uno de ellos con el lubricante.

Siendo, por tanto, la viscosidad un rozamiento de las moléculas de un líquido, su determinación deberá ser en cada caso la del coeficiente de este rozamiento, y esto es, en efecto, lo que se consigue en los estudios científicos al hallar la viscosidad absoluta. Si en la industria se procediera así, serían fáciles las comparaciones de los resultados de los ensayos sin necesidad de tener que recurrir a fórmulas de equivalencias o a tablas calculadas con igual fin.

La propiedad que estudiamos es para un mismo aceite variable con la temperatura, disminuyendo a medida que aquélla aumenta, y por eso ha de tenerse muy en cuenta al hacer los ensayos, cuál será la más conveniente para la operación, de acuerdo con las condiciones a que esté sometido durante el trabajo el mecanismo engrasado. Hallar viscosidades sin este punto de vista podría conducir a indiscutibles fracasos.

Para las determinaciones industriales no se ha llegado

aún a establecer un tipo patrón único y universal, cosa que sería de desear, y aunque América del Norte trabaja en tal sentido y ya en sus Estados se van difundiendo estas ideas estandarizándose los procedimientos tipos para cuanto a aceites se refiere, hoy por hoy se hallan muy extendidos métodos variados con sus aparatos correspondientes, siendo los más empleados, según los países, los siguientes: En Alemania, el Engler; en Estados Unidos de América, el Saybolt; en Francia, el Babery, y en Inglaterra, el Redwood. Todos hallan relación entre el aceite vertido por un tubo de pequeño diámetro y el tiempo; ahora que en unos es el tiempo empleado en recoger un volumen dado y en otros es el volumen vertido en un tiempo fijo. A continuación damos descripción y funcionamiento de cada uno de ellos.

Viscosímetro Engler.—El *Grado Engler* es la relación establecida entre el tiempo que tardan en salir del aparato de dicho autor 200 centímetros cúbicos del aceite a la temperatura de t°.C. grados centígrados y el que invierten en hacerlo el mismo número en centímetros cúbicos de agua a 20 grados centígrados. El grado unidad es, por tanto, la viscosidad del agua a esta temperatura.

El aparato está constituido por un vaso metálico de forma cilíndrica, de 105 milímetros de diámetro, terminado como fondo por un casquete esférico; su altura total es de 80 milímetros, de los que 72 corresponden al cilindro y ocho al casquete. Este vaso está dorado interiormente, y con el fin de medir los 240 centímetros cúbicos del aceite en prueba lleva tres índices de nivel con cuyas puntas engrasa la superficie de aquél. En el centro del fondo va soldado un tubo cónico de platino de 20 milímetros de longitud, 2,9 milímetros de diámetro en su extremo superior y 2,8 milímetros en el inferior, soldándose este último a su vez al fondo del baño-maría, de 145 milímetros de diámetro,

dentro del que está el vaso colocado. Una tapa de doble cierre, que ajusta con los dos recipientes y cubre su conjunto, da paso, por cuatro orificios convenientemente dispuestos, a dos termómetros, uno para el vaso y otro para el baño-maría, el vástago central que obtura a voluntad el tubo de salida del aceite y a un agitador, cuyo mando se hace por medio de una maneta de quita y pon.

El baño-maría en los modelos modernos lleva soldado lateralmente un tubo serpentín que calentado por un mechero de gas actúa de termosifón, con lo cual se regula muy bien la temperatura del aceite o agua que en él se emplee, líquidos cuyo uso depende de la que deba alcanzarse. En general, es preferible usar el aceite con tal que sea de alto punto de inflamación, salvo casos muy excepcionales, como, por ejemplo, cuando en verano hay que determinar el tiempo invertido en la salida del agua, lo que, como ya hemos dicho, ha de hacerse a 20 grados centígrados. Ya se indicarán los detalles a que conviene recurrir en ese caso.

En los modelos antiguos la calefacción se hacía con un mechero circular colocado debajo del baño-maría, con cuya disposición era más difícil regular la temperatura.

En la figura 14 va representado este viscosímetro.

Procedimiento operatorio.—Es condición preliminar indispensable tener muy bien limpio el aparato para que no haya rozamientos extraños (distintos de los correspondientes del aceite) con los elementos del mismo que han de estar en su contacto durante la operación, ni influencia de restos de aceites de operaciones anteriores. Aconsejamos se haga una buena limpieza al terminar cada una y no dejar el aparato sucio bajo ningún pretexto.

La limpieza debe hacerse primeramente con gasolina o benzol y luego con alcohol, dándole salida por el orificio inferior y limpiando éste con torcidas de papel de filtro.

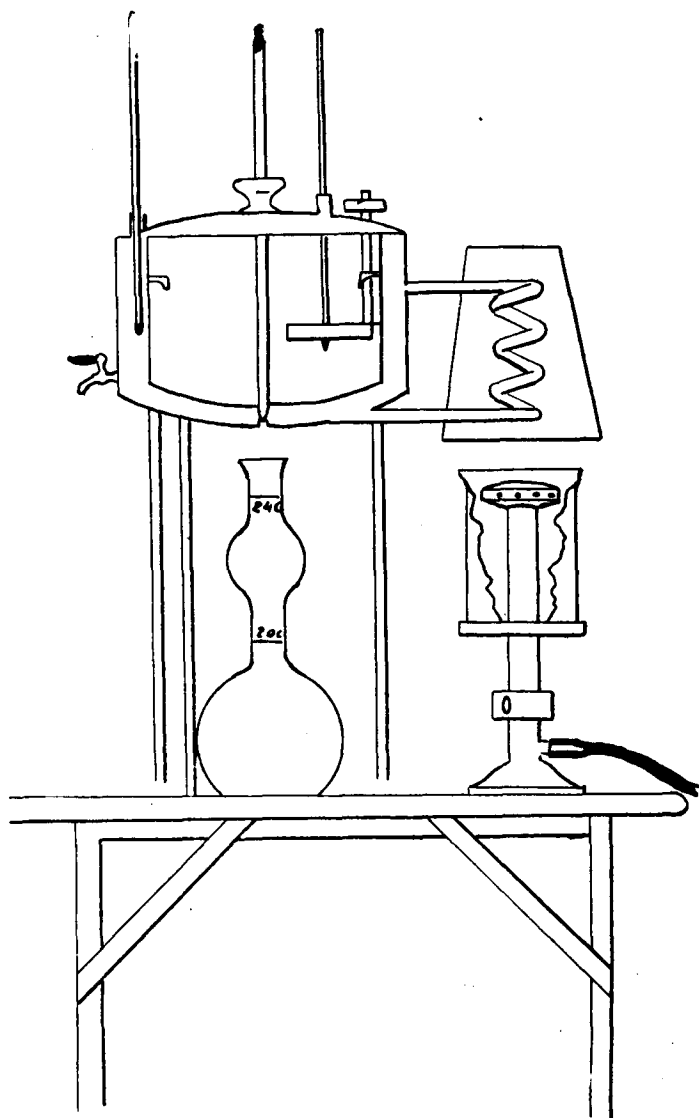


Figura 14.

pero teniendo mucho cuidado de que no quede adherido ningún trozo de éste. También se limpiarán con los mismos líquidos el vástago de cierre, los termómetros y el agitador.

Ya en estas condiciones se vierte en el baño maría un aceite de punto de inflamación alto, hasta dejar tapado el orificio superior del termosifón, pero nada más, inclinando en seguida el aparato para dar salida al aire que pueda quedar en el serpentín, pues de dejarlo en éste se formarían pistones que dificultarían la regulación de la temperatura. Al verter este aceite hay que tener cuidado que no caiga nada dentro del vaso, por lo que debe hacerse con un embudo de vidrio.

Cerrado el tubo de salida con su vástago, se llena el vaso con el aceite a ensayar hasta llegar a los puntos índices de nivel, límite que se aprecia bien fijándose en la imagen de los mismos reflejada en la superficie del aceite. Esto hecho, se coloca la tapa, en la que irán los dos termómetros, teniendo cuidado de situar el eje del agitador de modo que aboque bien en su orificio, pues de lo contrario no se cerraría y habría peligro de dar un golpe a algún termómetro.

Así ya todo preparado se enciende el mechero y se coloca debajo del serpentín, vigilando la marcha de los termómetros y agitando de vez en cuando por medio de la maneta, pero de modo suave, porque de lo contrario sería fácil romper el termómetro interior. Con un poco de práctica se lleva bien la operación. No debe haber gran diferencia entre la temperatura de ambos termómetros y se conducirá la marcha de manera que vaya un poco más avanzada la del baño maría, pero poco, hasta llegar en éste a unos dos o tres grados más avanzado que aquella a que se vaya a hacer la determinación, en cuyo momento se separará el mechero y se agitará el aceite en prueba, con lo que se igualarán las temperaturas probablemente en el punto

deseado o muy próximamente a él; si es por defecto se esperará un poco más de tiempo agitando, y tal vez ya, venga un descenso que haga preciso calentar otro poco. Como ya dijimos antes, la práctica es la que guía, pero con lo dicho iniciamos para que no se pierda mucho tiempo en las primeras operaciones que se ejecuten.

Conseguida la igualdad de la temperatura en los dos termómetros, siendo ésta la prefijada para la determinación, se coloca debajo del orificio de salida el matraz receptor, se coge con una mano el cronómetro y con la otra el vástago, poniendo aquél en marcha en el mismo momento de levantar éste. Si el aceite es muy viscoso tarda mucho en fluir y por tanto es difícil conservar la temperatura estacionada si no se tiene la precaución de acercar y separar periódicamente el mechero al serpentín, por lo que no deben perderse de vista los termómetros ni apagar el mechero, ya que es preciso aplicarle rápidamente repetidas veces.

En la figura 14 está representado el frasco en que se recoge el aceite y que tiene un trazo indicador de los 200 centímetros cúbicos, que es el volumen cuya salida se cronometra.

Cuando sólo queden por llenar dos centímetros para llegar al mencionado trazo, se coge el reloj y se mira horizontalmente el plano de la marca, y cuando la espuma que suele formarse quede inferiormente tangente a él, se cierra el reloj, dejando siga saliendo el aceite hasta quedar vacío el aparato.

No debe darse por terminado el ensayo con una sola operación, sino que se repetirá ésta una o dos veces más, tomándose como resultado la medida de ellas; bien entendido que si hubiera una gran discrepancia en alguna habría de cerciorarse a qué era debida. De aquí la conveniencia de hacer tres. Para estas repeticiones en lugar de enrasar con los índices se añadirá al aceite recogido en el frasco la cantidad precisa para llegar al trazo de 240 centímetros cúbicos que tiene aquél.

Para cronometrar la salida del agua a 20 grados centígrados se trabaja de igual forma, pero sin hacer lectura en la primera operación, que tiene por objeto mojar bien el tubo de salida y demás elementos. Deben hacerse varias operaciones y tomar la media de las tres últimas, si son bien concordantes, como ha de suceder si se ha procedido cuidadosamente en todos los detalles.

Tiene este procedimiento dos inconvenientes esenciales: uno el no trabajar a presión constante, puesto que con la salida va disminuyendo la carga, y el otro el gran volumen de aceite que se requiere. El primero, aunque el más capital, es prácticamente de poca importancia, toda vez que no se trata de una determinación científica, sino de un factor de comparación basado en hechos convenidos de antemano, que afectando igualmente a todas las determinaciones permite equipararlas. El segundo inconveniente sí es de interés, pues si bien comercialmente nada representa el consumo de una muestra en litro más o menos, sí lo tiene en los estudios de laboratorio, en los que se opera muchas veces sobre fracciones de destilaciones hechas con cantidades pequeñas de alquitranes o muestras de escaso volumen. Además, no es sólo inconveniente el gran volumen necesario, sino también que los aceites de gran viscosidad tardan mucho en salir, y para recibir 200 centímetros cúbicos se necesitan muchas veces varias horas, en las que no se puede abandonar el aparato, ya que estos casos son precisamente los que exigen mayor atención para conseguir la estabilidad en los termómetros.

Estos dos inconvenientes: empleo de gran cantidad de aceite y pérdida de tiempo se subsanan empleando matraces de pequeña tara y disminución de carga de aceite en el aparato si se dispone de poco, o con el pequeño matraz y la carga corriente si solamente se trata de abreviar tiempo. En estos casos hay que multiplicar los resultados por factores convenientes, para obtener valores si no exactamen-

te iguales a los que da el procedimiento corriente, sí lo bastante aproximados en determinaciones de carácter industrial para el fin a que se realizan.

Con carga normal de 240 centímetros cúbicos y matraces aforados a 50 y 100 centímetros cúbicos hay que multiplicar por 5 y 2,35 respectivamente para tener el tiempo que se tardarían en recoger los 200 centímetros cúbicos (1).

Con cargas pequeñas se tendrá presente el siguiente cuadro debido a Gaus (2):

| | | | | |
|-----------------------|--------|--------|--------|---------|
| Para carga de | 45 cc. | 50 cc. | 60 cc. | 120 cc. |
| Volumen recogido..... | 25 cc. | 40 cc. | 50 cc. | 100 cc. |
| Factor..... | 5,55 | 3,62 | 2,79 | 1,65 |

Anteriormente dijimos que en verano para operar a 20 grados centígrados en nuestros climas, no siempre es fácil disponer de un local donde poder alcanzar esa temperatura, y en tal caso hay que recurrir a artificios que estimamos oportuno sean conocidos y que representa la figura 15.

En el depósito de metal *A* cubierto exteriormente con un fieltro y lleno de agua, se introduce un tubo de hierro galvanizado o cobre estañado *b* que contiene hielo machacado, el que va enfriando el agua, de la que se conoce la temperatura en todo momento por medio del termómetro *t*. El baño calentador del viscosímetro, a más del purgador *c* que por construcción de fábrica tiene, ha de estar provisto de otro *D*, a nivel más alto, para dar salida al agua, porque la operación debe hacerse con circulación de la misma. El

(1) D. HOLDE. et L. GAUTIER.—1909, página 134.

(2) *Chemical Revue.*—1899, página 224.

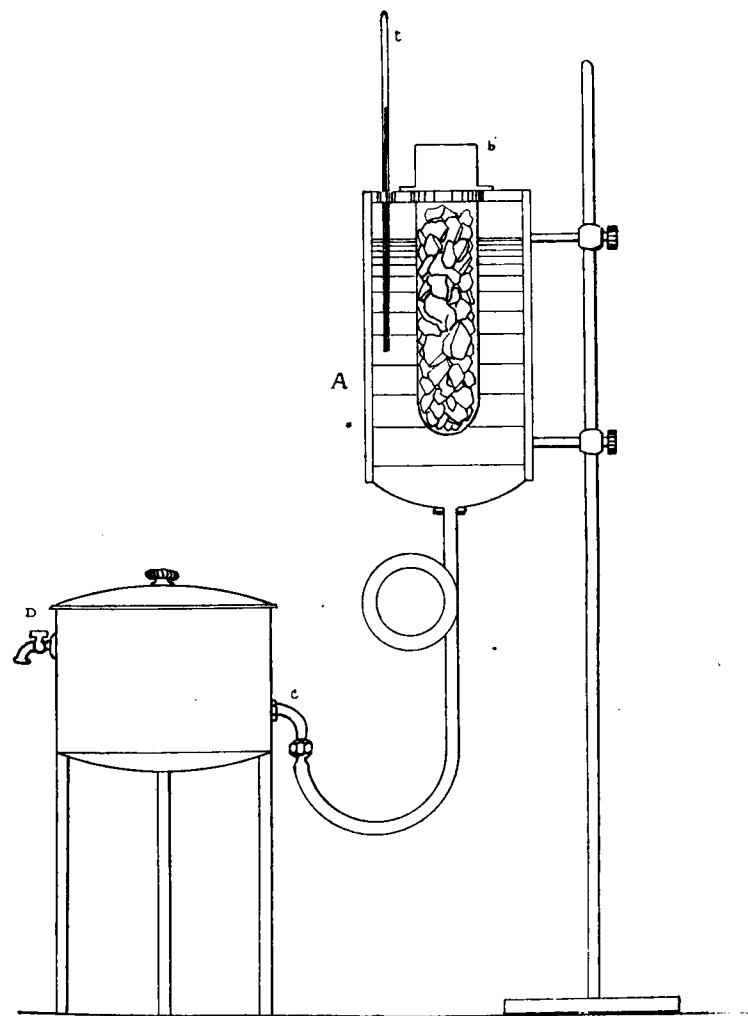


Figura 15.

tubo *b* se saca o se introduce en el *a* según la temperatura que se lea.

El empleo del matraz de doble fondo con vacío no sólo debe limitarse a este caso, sino también cuando por ser mucho el tiempo empleado en la operación con aceites muy viscosos, el enfriamiento de éstos pueda representar un error en el resultado.

Ixómetro Barbey.—Este aparato es muy usado en Francia y se ha hecho extensivo su empleo a muchas Compañías de ferrocarriles, que exigen la fluidez Barbey en sus pliegos de condiciones.

Este aparato pudiéramos llamarle el inverso del de Engler, ya que inversa de la viscosidad es la fluidez, trabaja a presión constante contrariamente a como marcha el aparato alemán y aprecia, no el tiempo que invierte en salir el aceite, sino el aceite que sale en un tiempo dado.

La fluidez Barbey de un aceite viene dado por el número de centímetros cúbicos de éste recogidos durante una hora a la temperatura *t*. Como este tiempo es excesivo, el vaso en que se recibe el aceite está graduado en sextos de centímetros cúbicos, pero numerados como enteros, con lo que operando sólo en diez minutos se hará la lectura correspondiente a una hora, obteniendo así la fluidez buscada sin necesidad de posteriores operaciones aritméticas.

Esquemáticamente representamos este aparato en la figura 16, que consta de los elementos siguientes: Un tubo comunicante *A, B, C*, que en su rama más alta *A* lleva un embudo *E* perfectamente ajustado a él para que no haya pérdidas de aceite pero que puede subir o bajar para dejar el nivel de éste a la altura conveniente de carga, nivel que se conserva constante en este embudo mediante el aliviadero *a*. Una rama *C* constituida por un tubo de cinco milímetros de diámetro abierto por sus dos extremos, el inferior cerrado por un tapón de cobre perfectamente esmerilado,

con un granete en su centro para que se aloje en él la punta afilada de un extremo de una varilla de acero de cuatro milímetros de diámetro, cuyo otro extremo atraviesa un orificio de igual diámetro perforado en el centro de otro tapón de cobre que cierra la parte superior de la rama *C*. Entre esta rama y la varilla de acero queda un espacio anular de 9,635 milímetros cuadrados de superficie y bajo el tapón superior *b* va soldado el tubo de salida del aceite que lo vierte en el vaso *v*. Sobre el embudo *E* se sitúa el recipiente *M*, que contiene el líquido cuya fluidez se va a determinar.

Funcionamiento.—Desde luego, como en todos los aparatos de esta índole, se requiere una cuidadosa limpieza en todas sus partes, sin olvidar, naturalmente, la rama *C*, la varilla de acero y los tapones, sobre todo muy especialmente el inferior, ya que ha de hacer un perfecto cierre y ha de mantener bien centrada la varilla.

Lleno el matraz *M* y montado el aparato, menos la varilla de acero, se vierte un poco de aceite en el embudo para que moje los tubos, se sigue añadiendo más cantidad hasta que salga por el aliviadero colocado bajo el tapón *b* en la rama *C*, inclinando el aparato para que salgan las burbujas de aire y no formen pistón. Una vez lleno y cerrada la llave de *M*, se coloca la aguja, previamente mojada en el mismo aceite, poniendo entonces el sistema en el baño-maría y calentando éste hasta llegar a la temperatura a que va a ejecutarse la operación; conseguido esto, se abre la llave de *M* lo necesario para mantener constante el nivel en el embudo durante unos segundos, recogiendo el aceite que salga en un vaso cualquiera; se cierra de nuevo la llave de *M*, se observa la temperatura y cuando se vea ésta sostenida durante unos minutos, se coloca bajo el tubo de salida el vaso graduado, se coge el reloj, se abre la llave de *M*, y, cuando caiga la primera gota, se pone aquél en marcha. A

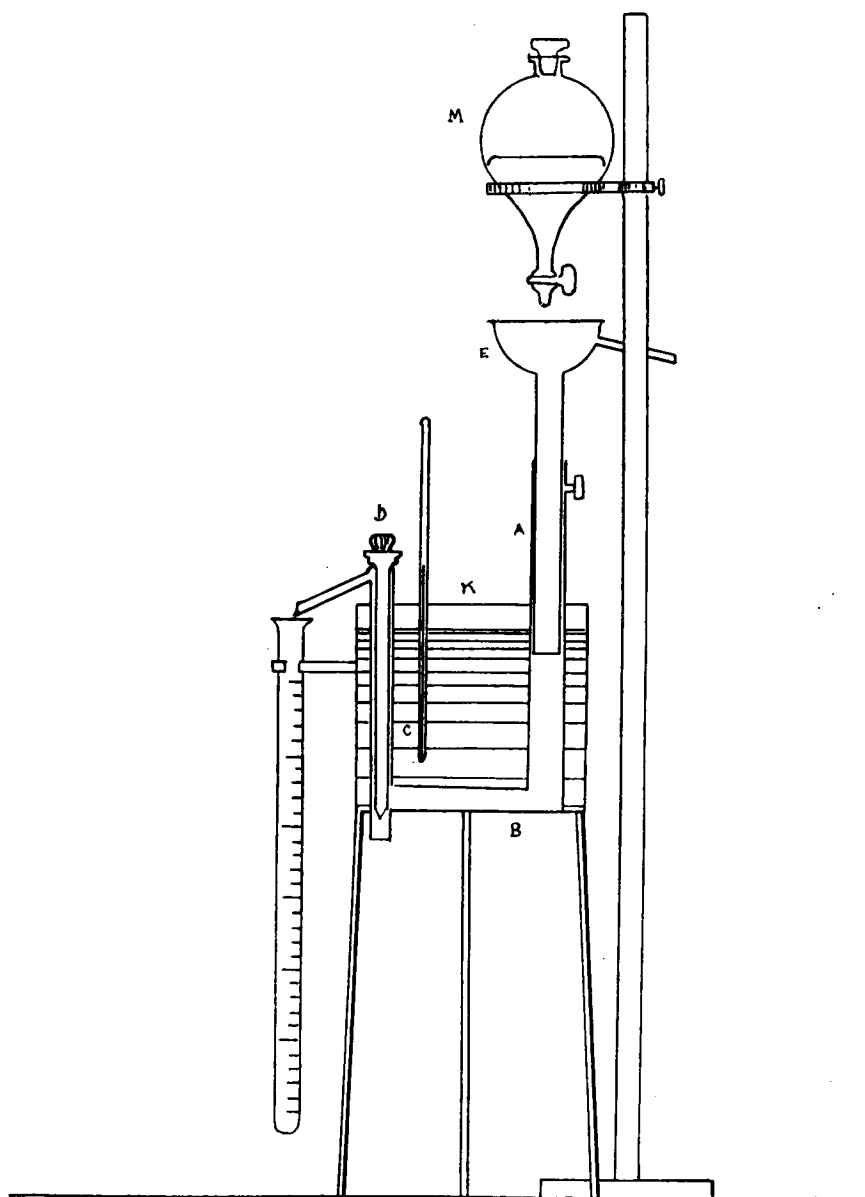


Figura 16.

los diez minutos se retira el vaso, se coloca en el taladro K del baño maría durante cinco minutos, pasados los cuales se hace la lectura.

Durante la operación hay que tener mucho cuidado con la llave del matraz M, ya que el nivel en el embudo no debe pasar del que alcanza la salida del aliviadero.

El inconveniente de este aparato es que para los aceites fluidos o semifluidos consume un gran volumen.

Viscosímetro Redwood.—Es el usado preferentemente en Inglaterra. Aprecia, como el Engler, el tiempo invertido en la salida de un volumen dado a presión variable a la temperatura t , pero sin compararlo con el correspondiente al agua.

El volumen recogido es sólo de 50 centímetros cúbicos, resultando, por tanto, este procedimiento más rápido y más económico de aceite.

El aparato está representado en la figura 17. A es un baño de agua o aceite, según convenga, que tiene en su parte inferior un tubo inclinado que se calienta con un mechero y un grifo.

En el interior de este baño van un agitador, B, C, que se actúa con una maneta, m , y el vaso receptor del aceite que se ensaya, que es de cobre plateado y tiene en el fondo una pieza de ágata taladrada, por cuyo orificio se vierte el aceite cuando se levanta una esfera que hace las veces de válvula y que va unida a una varilla.

Las dimensiones del vaso son las siguientes:

Diámetro, 4,655 centímetros; desnivel entre el índice y el orificio, 9,328 centímetros; longitud del tubo de salida, 0,986 centímetros; diámetro medio del tubo de salida, 0,158 milímetros; distancia del índice de nivel al borde, 0,900 centímetros; altura de la parte cilíndrica, 8,64 centímetros (1).

(1) Chem. Hmsch., 19,30 (1912); 20,123 (1913).

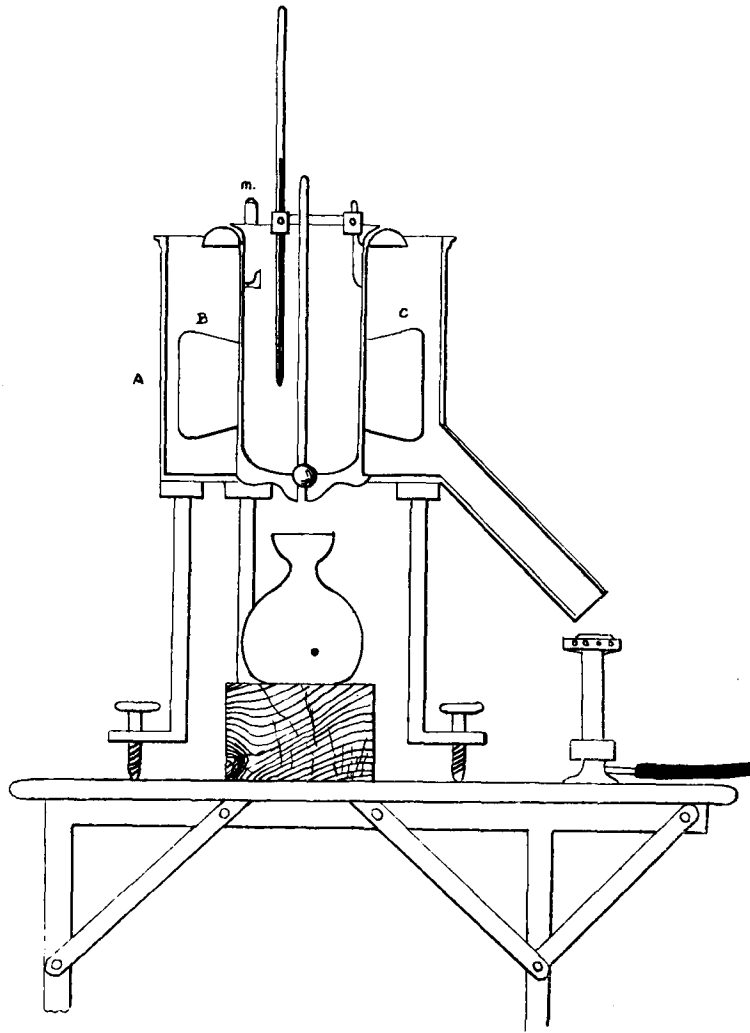


Figura 17.

Dos termómetros, uno en el baño y otro en el vaso, completan el aparato, juntamente con un vaso receptor calibrado a los 50 centímetros cúbicos de su volumen.

Marcha de la operación.—Se llena el baño de agua o aceite de naturaleza análoga al dicho en el Engler, según la temperatura a que vaya a trabajarse, y en cantidad tal que sobrepase en dos centímetros al nivel que marca en el vaso el índice, calentando con el mechero hasta alcanzar la temperatura a que se va a hallar la viscosidad. Se cierra el orificio de salida con la esfera, y se vierte en el vaso el aceite de la prueba, el que se habrá calentado en otro de vidrio a la temperatura de la operación hasta que llegue a la punta del indicador; se coloca debajo del orificio de salida el matraz receptor, se levanta el cierre poniendo al mismo tiempo en marcha el cronómetro, el cual se parará tan pronto llegue el aceite a ser tangente al trazo del matraz. El número de segundos leídos será el que indique la viscosidad Redwood.

Viscosímetro Saybolt.—Es el usado en los Estados Unidos de América, adoptado como tipo por la American Society for Testing Materials de Philadelphia.

Consta en esencia, como todos sus aparatos similares, de un baño calentador y un vaso para el aceite, los cuales representamos en la figura.

En la parte superior del vaso hay un espacio anular que forma el aliviadero, donde se recoge el aceite que se desborda al llenarlo en exceso, que es como debe hacerse, con lo que se consigue un enrase más perfecto que con los indicadores de Engler y Redwood. Este aceite desbordado se quita con una pipeta cuando se ha llegado a la temperatura de la experiencia, con lo que el nivel de carga es justamente el que corresponde a aquélla, no el que tiene antes de alcanzarla, como ocurre con el aparato Engler.

En la parte inferior está el tubo de salida, que se encuentra en una pequeña cámara cerrada con un tapón, de modo que mientras éste no se quite no sale el aceite del vaso.

En los modelos antiguos, el vaso iba sobre un tubo con mirillas, el cual se roscaba al fondo del baño calentador;

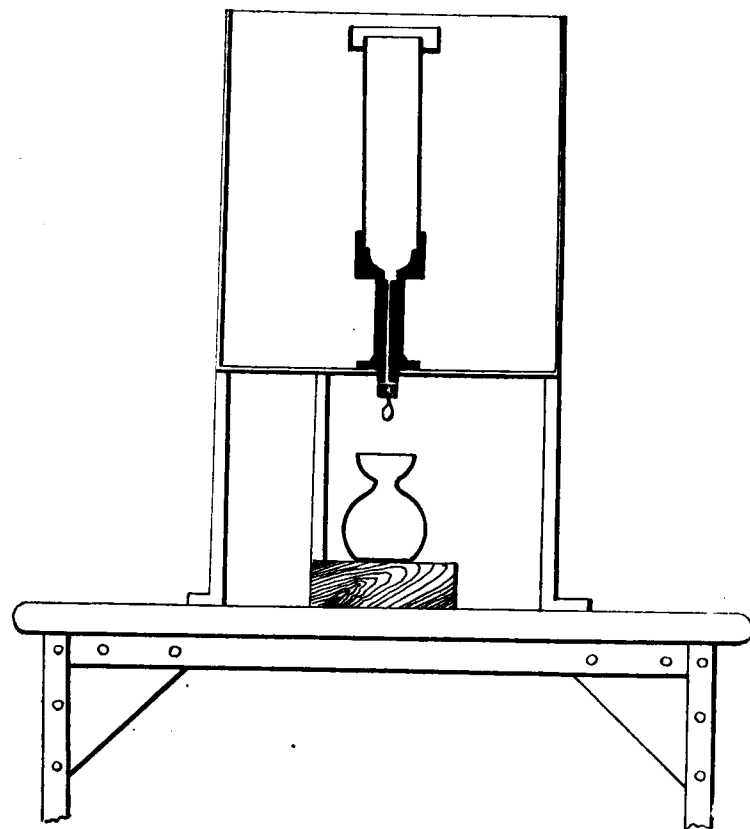


Figura 18.

hoy está suprimido tal tubo intermedio, roscándose el que recubre al de salida a dicho fondo.

Basta, pues, retirar el corcho para que entre en marcha el aparato.

En éste no hay tapa que cubra el baño, por lo que es preciso vigilar mucho la temperatura.

Lo mismo que el Redwood, se vierte el aceite ya calentado a la temperatura de la experiencia, cuando ya el termómetro del baño indique se ha alcanzado en éste.

Desde luego son precisos dos termómetros, uno para el baño y el otro para el vaso, con el que se agita el aceite una vez vertido en él para igualar la temperatura, pero que se sacará antes de abrir el tapón.

Damos a continuación las dimensiones estandarizadas por la American Society for Testing Materials de Philadelphia (fig. 18):

| | Minimum | Normal | Máximo |
|-----------------------------------|-------------|-------------|-------------|
| | Centímetros | Centímetros | Centímetros |
| Diámetro del vaso..... | 2,955 | 2,975 | 2,995 |
| Altura de la presión inicial..... | 12,400 | 12,500 | 12,600 |
| Longitud del tubo de salida..... | 1,215 | 1,225 | 1,235 |
| Diámetro medio de este tubo..... | 0,175 | 0,1765 | 0,178 |

Todos estos aparatos requieren el empleo de cantidades de aceite de que muchas veces no puede disponerse, como ocurre al estudiar los obtenidos en destilaciones de pequeñas muestras llevadas a cabo en laboratorios de investigación, o en las fraccionadas de pequeñas porciones. En tales casos hay que recurrir a otros sistemas más en armonía con estas necesidades.

Citaremos para estos casos el Baumé-Vigneron, el tubo de dos ramas, de Ubbelhode, a presión constante, y el de Malung. El primero y el último de aplicación industrial, si bien el primero requiere más cuidado y experiencia. El Ubbelhode exige varios tubos, según los aceites, y más operaciones numéricas, por lo que no entraremos en su descripción, remitiendo al lector a la obra de Holde, ya varias veces citada en este trabajo, pues su aplicación es más bien para trabajos de investigación.

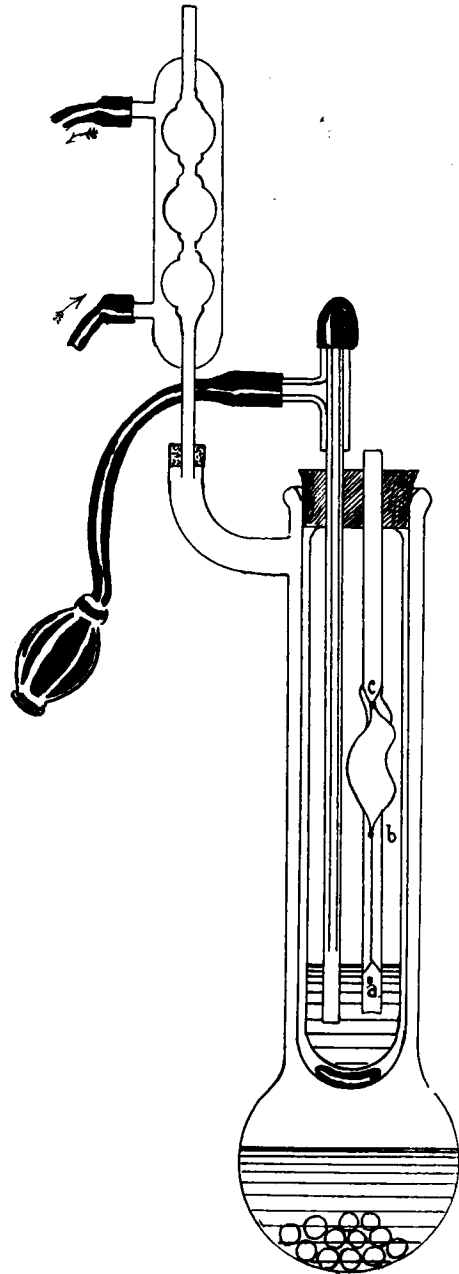


Figura 19.

Aparato de Baumé-Vigneron. (Fig. 19.)—Consta de un depósito de vidrio de doble fondo, en cuyo depósito esférico se vierte un líquido cuya temperatura de ebullición sea aquella a que ha de determinarse la viscosidad; dentro de la pared interior de este depósito y sobre unas gotas de mercurio que facilitan la conductibilidad del calor, se coloca un tubo cerrado por un tapón, en el que se habrán echado 20 centímetros cúbicos del aceite e introducido un termómetro y el tubo indicador. El termómetro va colocado en un tubo en T, en cuyo brazo corto se ajusta una pera de goma. El tubo indicador lleva tres puntos o índices: el inferior *a*, que debe quedar en el nivel del aceite, para lo cual se sube o baja dicho tubo, y otros dos, *b* y *c*. Ajustado el aparato y llevado el líquido a la ebullición, se espera a que el termómetro acuse durante unos minutos, cinco por ejemplo, la temperatura de la experiencia, se actúa sobre la pera de goma para hacer ascender el aceite tres centímetros sobre el trazo *C*; se suspende la insuflación; el aceite empieza a bajar, y cuando pase su nivel por el trazo *c*, se pone en marcha el cronómetro, que se parará al enfrentar dicho nivel con el índice *b*.

El tubo indicador tiene capilar la parte comprendida entre los trazos *a* y *b*, siendo el resto de mayor diámetro.

El depósito de doble fondo tiene en su parte superior un tubo que se une a uno de reflejo con refrigerante de agua de circulación ascendente que hace retornar los vapores condensados del líquido en ebullición.

Si se desea referir o, mejor dicho, convertir en grados Engler u otro cualquiera la observación hecha, no hay más que aplicar las fórmulas que relacionan estos grados con el coeficiente de viscosidad.

Aparato según Malunng.—No hemos tenido ocasión de ver, ni de trabajar por tanto, con este aparato; pero parece de interés hacer cita del mismo por permitir realizar deter-

minaciones con cantidades de un centímetro cúbico y aun menos. La temperatura de la experiencia se consigue por calefacción eléctrica, por simple enchufe a la corriente industrial. El aceite ha de recorrer un cierto espacio en un tubo capilar, y la viscosidad es función de ángulo de inclinación que se da al tubo, ángulo que se lee en un sector graduado. Creemos ha de prestar buenos servicios en muchas ocasiones.

Relación entre el coeficiente de viscosidad y los distintos grados: Engler, Redwood, Saybolt, etc.—La relación con el Engler es:

$$v = 0,01 d (7,32 \cdot E - \frac{6,32}{E}) \quad (1).$$

Con Barbey:

$$v = 48,5 \frac{d}{F} \quad (2)$$

Siendo v = coeficiente de viscosidad, d = densidad del aceite a 50 grados centígrados, — E = grado Engler y F = fluidez Barbey.

Las tablas insertas a continuación dan los factores para pasar de los grados Engler a Redwood y Saybolt, Redwood a Saybolt y Engler y Saybolt a Engler y Redwood.

Están tomadas de *A. Handbook of Petroleum, Asphalt and Natural Gas por Roy Crose, Kansas City Testing Laboratory, 1919.*

(1) Fórmula de Ubbelohde.
(2) HOLDR, *Huiles et graisses*.

| Grados Engler. | Factor para pasar a Saybolt. | Factor para pasar a Redwood. | Segundos Saybolt. | Factor para pasar a Engler | Factor para pasar a Redwood. |
|----------------|------------------------------|------------------------------|-------------------|----------------------------|------------------------------|
| 1 | 28,1 | 26,7 | 28 | 0,0357 | 0,95 |
| 1,05 | 28,4 | 27 | 30 | 0,0352 | 0,95 |
| 1,10 | 28,8 | 27,2 | 32 | 0,0346 | 0,94 |
| 1,15 | 29,1 | 27,4 | 34 | 0,0342 | 0,94 |
| 1,20 | 29,5 | 27,6 | 36 | 0,0337 | 0,94 |
| 1,25 | 29,8 | 27,8 | 38 | 0,0334 | 0,93 |
| 1,30 | 30,1 | 28 | 40 | 0,0330 | 0,93 |
| 1,35 | 30,4 | 28,2 | 42 | 0,0327 | 0,92 |
| 1,40 | 30,8 | 28,3 | 44 | 0,0323 | 0,92 |
| 1,45 | 31,1 | 28,5 | 46 | 0,0320 | 0,91 |
| 1,50 | 31,5 | 28,6 | 48 | 0,0317 | 0,91 |
| 1,60 | 32 | 28,8 | 50 | 0,0314 | 0,90 |
| 1,70 | 32,5 | 29 | 55 | 0,0308 | 0,90 |
| 1,80 | 33 | 29,2 | 60 | 0,0302 | 0,89 |
| 1,90 | 33,5 | 29,4 | 65 | 0,0297 | 0,88 |
| 2 | 33,9 | 29,6 | 70 | 0,0293 | 0,87 |
| 2,10 | 34,2 | 29,7 | 75 | 0,0289 | 0,86 |
| 2,20 | 34,5 | 29,9 | 80 | 0,0286 | 0,86 |
| 2,30 | 34,8 | 30 | 85 | 0,0284 | 0,86 |
| 2,40 | 35,1 | 30,1 | 90 | 0,0282 | 0,85 |
| 2,50 | 35,3 | 30,2 | 95 | 0,0280 | 0,85 |
| 2,60 | 35,5 | 30,3 | 100 | 0,0278 | 0,85 |
| 2,70 | 35,7 | 30,3 | 110 | 0,0276 | 0,85 |
| 2,80 | 35,9 | 30,4 | 120 | 0,0274 | 0,84 |
| 2,90 | 36,1 | 30,4 | 130 | 0,0272 | 0,84 |
| 3 | 36,2 | 30,5 | 140 | 0,0271 | 0,84 |
| 3,50 | 36,7 | 30,7 | 160 | 0,0269 | 0,84 |
| 4 | 37 | 30,9 | 180 | 0,0268 | 0,84 |
| 4,50 | 37,3 | 31,1 | 200 | 0,0267 | 0,84 |
| 5 | 37,4 | 31,2 | De 200 | | |
| 6 | 37,5 | 31,3 | a 1.800 | 0,0267 | 0,84 |
| De 6 a 50 | 37,5 | 31,3 | | | |

Factores para pasar de grados Engler a Saybolt y Redwood.

Factores para pasar de segundos Saybolt a grados Engler y Redwood.

| Segundos Redwood | Factor para pasar a Saybolt. | Factor para pasar a Engler. |
|---------------------|------------------------------------|-----------------------------------|
| 26 | 1,05 | 0,0377 |
| 28 | 1,05 | 0,0372 |
| 30 | 1,06 | 0,0368 |
| 32 | 1,06 | 0,0364 |
| 34 | 1,07 | 0,0361 |
| 36 | 1,07 | 0,0358 |
| 38 | 1,08 | 0,0355 |
| 40 | 1,09 | 0,0353 |
| 42 | 1,10 | 0,0351 |
| 44 | 1,10 | 0,0349 |
| 46 | 1,11 | 0,0347 |
| 48 | 1,12 | 0,0345 |
| 50 | 1,13 | 0,0344 |
| 55 | 1,14 | 0,0340 |
| 60 | 1,15 | 0,0337 |
| 65 | 1,16 | 0,0335 |
| 70 | 1,16 | 0,0333 |
| 75 | 1,17 | 0,0331 |
| 80 | 1,18 | 0,0330 |
| 85 | 1,18 | 0,0329 |
| 90 | 1,18 | 0,0328 |
| 95 | 1,19 | 0,0327 |
| 100 | 1,19 | 0,0326 |
| 110 | 1,19 | 0,0325 |
| 120 | 1,20 | 0,0324 |
| 130 | 1,20 | 0,0322 |
| 140 | 1,20 | 0,0321 |
| 160 | 1,20 | 0,0321 |
| 180 | 1,20 | 0,0320 |
| De 180 a 1.500 | 1,20 | 0,0320 |

Factores para pasar de segundos Redwood a segundos Saybolt y a grados Engler.

PUNTOS DE INFLAMACIÓN Y DE COMBUSTIÓN

Si en un vaso de porcelana o metálico de pequeñas dimensiones, por ejemplo de seis centímetros de diámetro y otros tantos de altura, se va calentando paulatinamente un aceite, llega un momento en que empieza a emitir vapores, y si a éstos se les aproxima de tiempo en tiempo una pequeña llama sobrevendrá en una de estas aproximaciones una inflamación a modo de relámpago acompañada de un pequeño chasquido muy característico. La temperatura a que esto ocurra se llama *punto de inflamación*.

Si se continúa la experiencia elevando gradualmente la temperatura y aproximando periódicamente la llama se llega a producir, no ya la inflamación momentánea de los vapores, sino la permanente del aceite. La lectura que acusa un termómetro que tenga la cubeta en aquél es el *punto de combustión*.

La determinación de estos dos puntos es de sumo interés, tanto por lo que se refiere a condiciones de almacenamiento de los aceites como por lo que respecta a la conveniencia de aplicarlos o no a determinados usos o a las pérdidas que por evaporación pueden experimentar.

Los procedimientos seguidos para hallar el valor de estas características son dos: en vaso abierto o en vaso cerrado. Tiene preferencia industrialmente el primero, no porque la operación resulte más fácil de realizar, sino porque empleando para ello elementos de escaso valor resulta preferible a el segundo, que requiere aparatos más costosos.

Determinación en vaso abierto.—Dos son los métodos corrientes: el alemán de Marcusson y el americano de Cleveland, cuyas diferencias de detalle damos a continuación:

Método de Marcusson. (Fig. 20.)—En un recipiente de palastro y sobre una capa de arena de 15 milímetros de espesor se coloca un vaso de porcelana de cuatro centímetros de diámetro e igual altura, en cuyo interior hay mar-

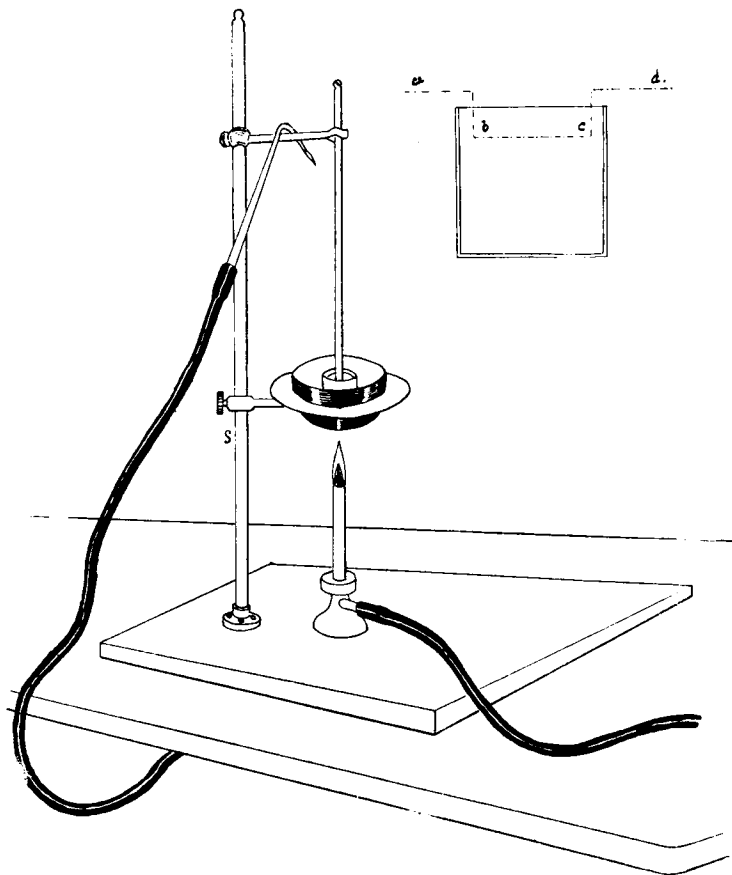


Figura 20.

cados dos trazos: uno rojo, de 10 milímetros del borde, y otro azul, a los 15 milímetros del mismo. El aceite se vierte en este vaso hasta el índice rojo o del azul, según se trate de aceites de punto de inflamación más bajo o más alto; en general, el rojo para los de engrase y el azul para los

de cilindros, porque a mayor temperatura mayor es la dilatación, y así al final de la operación en estos últimos llegará el nivel del aceite al trazo rojo.

En el primer caso (aceites de engrase) se coloca el crisol sobre la arena, y en el segundo (aceite de cilindros) se aumenta el espesor de aquélla hasta que llegue a tener igual altura que el nivel del trazo azul, con el fin de poder más fácilmente alcanzar la temperatura alta del punto de inflamación y la más alta aún del de combustión, lo que de otro modo sería difícil conseguir con un mechero de gas, que es el corrientemente empleado en esta operación.

En el soporte S se coloca el termómetro, que ha de tener todo el depósito dentro del aceite y estar graduado hasta 400 grados centígrados.

La pequeña llama, que sirve para provocar la inflamación, se prepara muy bien con un tubo de vidrio estirado, colocándole en uno de goma de toma de gas del alumbrado, y el dardo de la misma se regula actuando la llave hasta que alcance la longitud de diez milímetros. Esta llama se pasa periódicamente por el crisol, siguiendo la marcha indicada por puntos en la figura 20, empezando a hacerlo a los 130 grados centígrados y empleando en el recorrido de cuatro a cinco segundos y repitiendo la aplicación cada aumento de dos grados centígrados en las lecturas del termómetro. La calefacción se conduce de manera que la elevación de temperatura sea de cuatro grados por minuto.

Es conveniente disponer una arandela de amianto en la forma indicada en la figura para que el calor lo reciba el recipiente sólo por el fondo.

La operación debe hacerse en sitio poco iluminado y fuera de las corrientes de aire que arrastrarían los vapores y se falsearía los resultados.

Cuando se produzca el relámpago, se lee la temperatura y se aparta el mechero, el termómetro subirá algo más durante unos minutos, y cuando comience a bajar se aproxi-

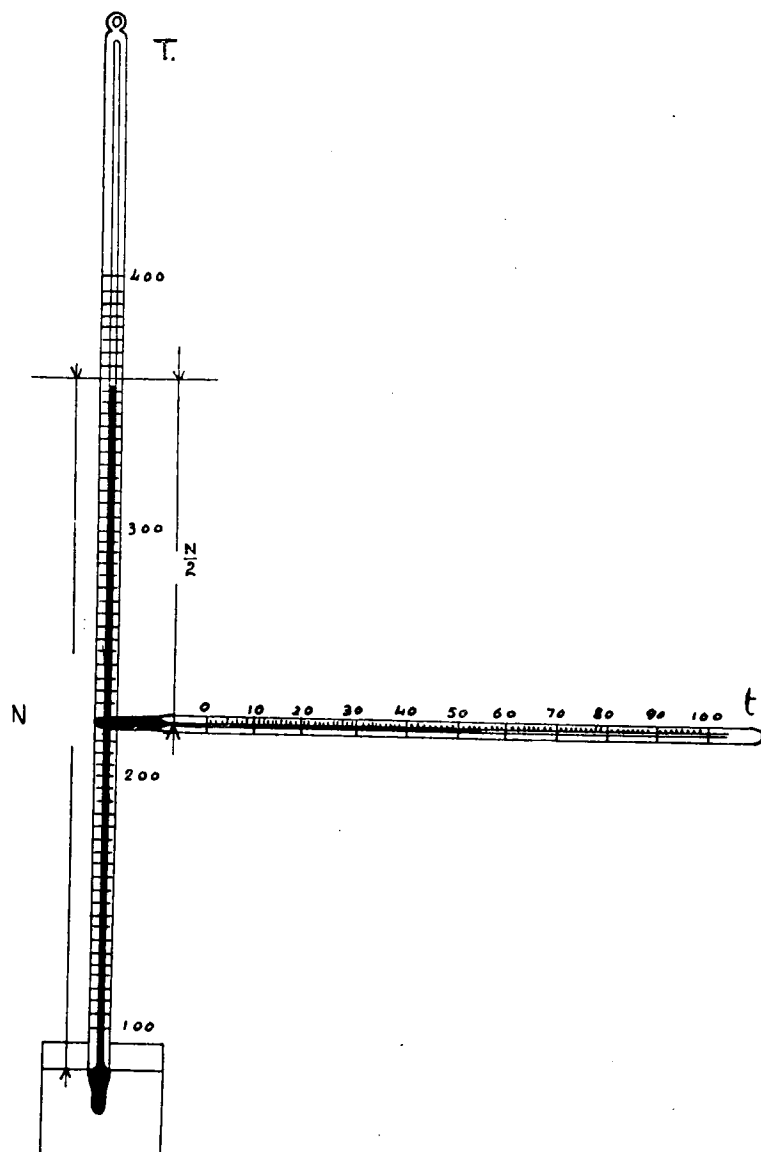


Figura 21.

ma la llama una vez por cada grado de descenso, para afinar más en la lectura justa de la experiencia.

Seguros del resultado con esta doble operación, se anota la lectura, se aplica otra vez el mechero para que siga calentándose el aceite cada vez, y obrando con la llama como ya hemos dicho antes se llega a la inflamación permanente, es decir, al punto de combustión.

Si se desea proceder con la mayor exactitud, debe hacerse la corrección de temperatura por el enfriamiento de la parte exterior del termómetro, para lo cual se debe cubrir el recipiente de palastro con un cartón de amianto, para evitar radiaciones y aplicar un termómetro al del aparato T en la forma que indica la figura 21.

Para ello ha de sostenerse la temperatura de los puntos de *inflamación* y *combustión*, según la corrección que se esté verificando, en el termómetro T, y se observará el *t* hasta que su columna quede estacionada.

La fórmula

$$C = \frac{N (T - t)}{3.600}$$

dará el número de grados que hay que añadir a las temperaturas de *inflamación* y *combustión* leídas.

En esta fórmula

T = lectura de la operación (inflamación o combustión).

t = lectura estacionada en el termómetro auxiliar.

N = número de divisiones del termómetro T que representa la distancia entre la lectura T y el nivel del aceite, teniendo presente que desde la graduación más baja de este termómetro y el nivel dicho no hay grabadas divisiones en el termómetro, por lo que habrá que apreciar a ojo ese trozo aditivo a T.

El termómetro *t* debe estar graduado hasta 100 grados centígrados, lo que es muy suficiente, pues lo corriente es que las lecturas hechas en él no alcancen valores superiores a 85 grados centígrados, a lo más 90 grados centígrados.

Muchos libros dedicados a estas cuestiones, tales como la clásica obra de Holde y otras muchas, traen tablas para estas correcciones, pero distintas según la longitud de las divisiones de los termómetros empleados, la que a veces no coincide con el que ha servido en la operación. En otros casos no están las cifras que serían aplicables en dichas tablas; así que lo mejor es hacer la corrección en cada caso, ya que su ejecución es bien sencilla y de escasa duración.

Método Cleveland. (Fig. 22.)—Es un procedimiento propuesto para su estandarización en América del Norte, allí muy usado y que probablemente será el adoptado, si es que ya no lo ha sido. Difiere en detalles del Marcusson los que a continuación indicamos.

El vaso usado es de latón y de las siguientes dimensiones, en las que con \pm se señala la tolerancia en uno u otro sentido que a las diferencias con las adoptadas se consienten (1):

| | |
|-----------------------------------------------|--------------------------|
| Díámetro interior... | 63,50 m/m \pm 0,79 m/m |
| Idem exterior..... | 68,26 m/m \pm 0,79 m/m |
| Altura..... | 33,34 m/m \pm 0,79 m/m |
| Espesor del fondo... | 3,18 m/m \pm 0,4 m/m |
| Distancia del borde a la señal del nivel.. | 9,53 m/m \pm 0,4 m/m |

A unos cuatro milímetros de su borde tiene una arandela que haciendo de pantalla conserva el aire caliente alrededor del depósito.

Para la operación no se coloca el vaso en baño de arena como en el Marcusson, sino sobre una chapa metálica de 152,4 milímetros de diámetro y 12,70 milímetros de espesor, en el centro de la cual tiene un rebaje circular de 69 milímetros de diámetro y una profundidad de 7,14 milímetros,

(1) Todos los datos están tomados de un folleto titulado *Tentative method of test for flash and fire points by means of open cup. Serial designation. D. 92 21.*—T. Pittsfield Laboratory Method, publicado por American Society for Testing Materials.

en el que se aloja el fondo del vaso. Sobre esta plancha se asienta una corona de cartón de amianto de igual diámetro que ella y de un espesor de 6,35 milímetros.

También los termómetros empleados figuran en el folle-

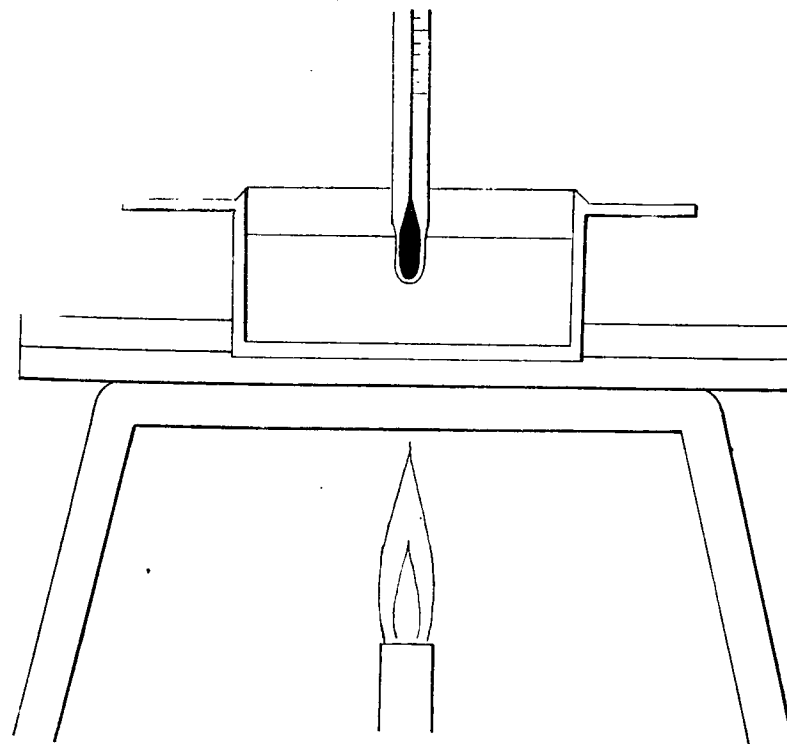


Figura 22.

to, al que remitimos a quien desee puntualizar más sobre este procedimiento.

Los detalles de la operación son análogos a los descritos en el método Marcusson.

Determinación en vaso cerrado.—Dos son también los aparatos empleados: el Martens-Pensky y el Abel en sus dos variantes, la dedicada a esencias y la usada para petróleos lampantes.

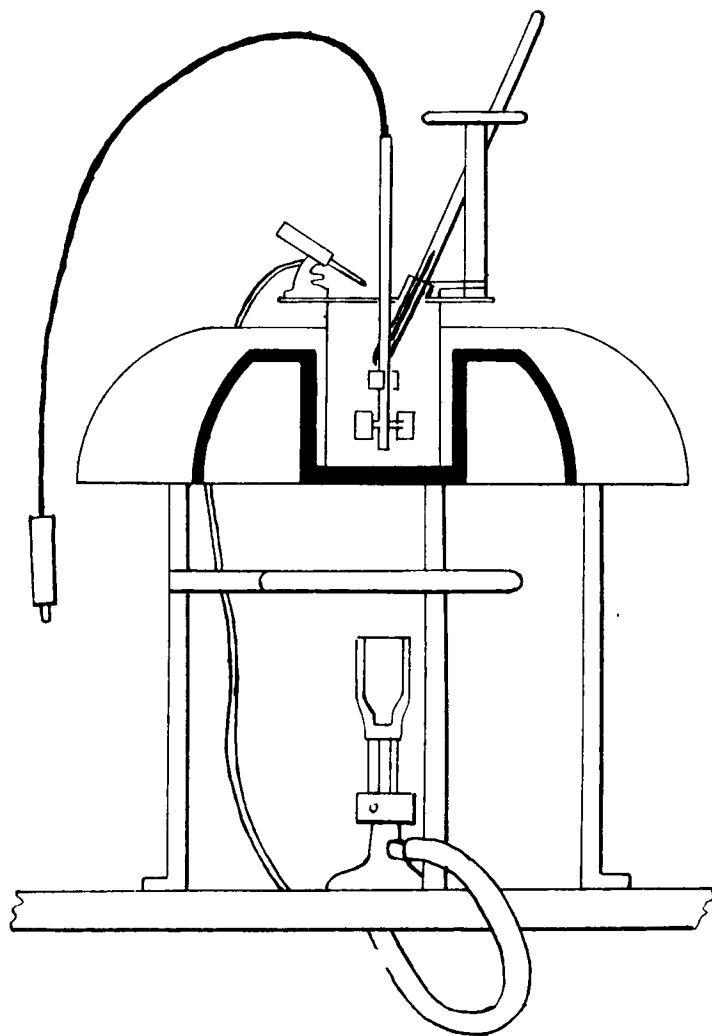


Figura 23.

Aparato Martens-Pensky.—En la figura 23 está representado este aparato, cuyos elementos esenciales son: una cúpula metálica en la que hay una cavidad cilíndrica donde se aloja el vaso de combustión provisto de su correspondiente índice de nivel, del que no debe pasar la superficie del aceite en prueba; el vaso dicho con un cierre de mirilla que se abre o cierra por medio de un mecanismo, con el que se consigue simultáneamente con la apertura de esta mirilla la aproximación de un pequeño mechero de gas a la superficie del aceite; un agitador de paletas que se actúa por la acción de un alambre alojado en un tubo flexible, y una tela metálica interpuesta entre el fondo del vaso y el mechero de calefacción.

La marcha de la operación es la misma que en vaso abierto, tanto en la inflamación como en la combustión, llevando por tanto la velocidad de calefacción, intervalos de observación en el termómetro, etc., como allí se dijo. La única diferencia es la manera de aplicar la llama, que allí se hacía a mano y aquí se consigue con girar una maneta, y el que allí no se agitaba el aceite para uniformar su temperatura y aquí sí.

Los resultados en vaso cerrado son algo más bajos que los obtenidos en el abierto, lo cual se explica por la mejor acumulación de vapores en aquél que en éste.

Las Compañías de ferrocarriles suelen exigir en sus pliegos de condiciones la determinación en vaso cerrado, lo que está en armonía con las condiciones de trabajo de los engrases en cajas de vagones o en cilindros de locomotoras.

Aparato Abel para esencias.—Las esencias tienen un punto de inflamación sumamente bajo, comprendido entre -10 y -60° C, si bien en general está más cerca de la segunda que la primera. Por ello en lugar de calentar

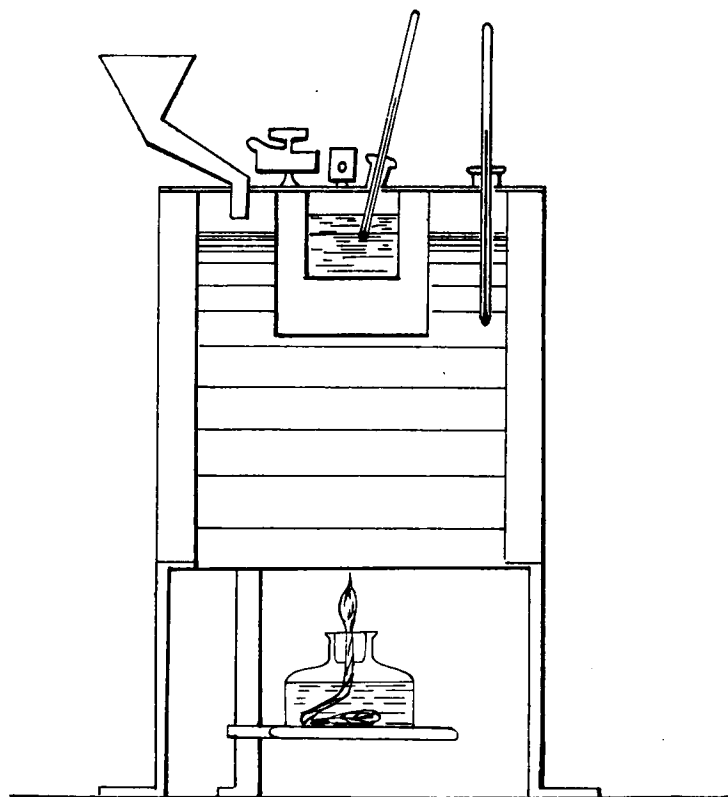
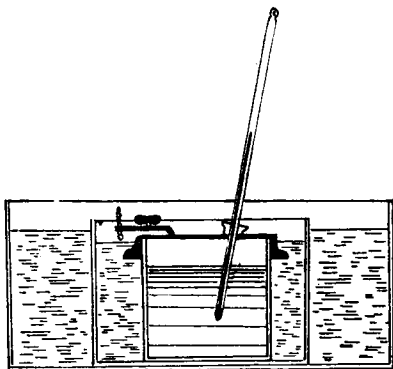


Figura 24.

la esencia como se hace con los aceites, hay que enfriarla con una mezcla de nieve carbónica y alcohol (1).

El aparato (fig. 24) consta de tres vasos: dos de metal esmaltado de diferente diámetro y que entran uno en otro, y un tercero menor que los otros dos en el que se deposita la esencia y que va dispuesto en el interior del más pequeño de los esmaltados. Este vaso va provisto de su tapa correspondiente y tiene en ella un dispositivo especial de fácil manejo que permite a voluntad introducir o sacar en el vaso una pequeña mecha encendida. Este dispositivo se quita o pone con facilidad sobre la tapa. Un termómetro de alcohol completa el aparato.

La nieve carbónica mezclada con el alcohol se pone en el espacio comprendido entre los tres vasos, el mayor de los cuales debe ir forrado con un fieltro.

Para efectuar la operación se lleva la temperatura a -60°C ; se saca el vaso que contiene la esencia del aparato, secándole y limpiándole bien, y de treinta en treinta segundos se hace un intento de inflamación hasta llegar a conseguirla.

El dispositivo de encendido no debe colocarse sobre la tapa del vaso hasta después de sacar éste del de enfriamiento.

De la misma manera se procede para el punto de combustión, pero quitando antes la tapa del vaso.

Holde, en su obra ya tantas veces citada, da para los dos vasos esmaltados las siguientes dimensiones: mayor, 160 por 70 milímetros; menor, 90 por 60 milímetros.

Aparato Abel para petróleo lampante.— Está esquemáticamente representado en la figura 24, componiéndose de un cuerpo metálico formado por dos cilindros, enchufados uno

(1) La nieve carbónica se obtiene fácilmente inclinando un tubo de CO_2 a presión de los que se expenden en el comercio, de modo que quede la boca un poco más baja que el aparato distensor de que debe estar provisto, abriendo éste cuidadosamente sobre un saco de cuero.

en otro, dispuestos de modo que dejan un espacio vacío de sección anular entre ambos. En la tapa común de estos cilindros hay un orificio circular que da paso a un baño-maría, dentro del cual va colocado el vaso receptor del petróleo provisto de un índice de nivel, y en cuya tapa está dispuesto una prensa que da paso al termómetro y el dispositivo mecánico del encendido, el que, análogamente a como ocurre en el Pensky, simultanea su acción con la apertura del cierre de la tapa.

Para hacer la determinación se vierte el petróleo en el vaso hasta el índice y se llena de agua el cilindro interior, o sea el menor de los dos, que dejan entre sí el espacio anular. El baño-maría debe quedar vacío, a menos de que la temperatura de inflamación sea superior a 60° C, en cuyo caso se echan en él unos centímetros cúbicos de agua, poco menos de cinco a diez.

Como las temperaturas de inflamación de los petróleos lampantes son bajas, la calefacción del aparato se hace con lamparilla de alcohol.

Si el punto de inflamación fuera superior a 50° C, creemos preferible operar con el aparato Pensky, que es lo que suelen hacer los rusos.

CALOR DE COMBUSTION

El poder calorífico se expresa en grandes calorías por kilogramo de combustible.

Aunque, industrialmente hablando, siempre se determina el valor calorífico superior, diremos, sin embargo, el modo de calcular el inferior, definiendo ambos para dejar bien establecida su diferencia.

Se llama *poder calorífico superior* la cantidad de calor desprendido en la combustión completa de un kilogramo de combustible, la cual puede determinarse a volumen o a presión constante.

Si de este poder calorífico superior determinado a la presión atmosférica restamos el calor necesario para evaporar el agua formada en la combustión, tendremos el *poder calorífico inferior*.

Como el calor de vaporización del agua a 0° C es igual a 0,597 calorías y el H representa $\frac{1}{9}$ del agua formada, el término substractivo puede expresarse:

$$S = 0,597 \times 90 \quad H = 54 H,$$

siendo H el hidrógeno correspondiente al agua formada, expresando en por 100 sobre un kilogramo de combustible.

Como el valor 0.597 es el calor de vaporización a 0° C, claro que a esa temperatura habrá que reducir los productos de la combustión.

Determinación del poder calorífico superior a presión constante.—Los procedimientos más usados son dos: el calorímetro con la bomba Mahler, y el de Mr. Fery con la suya termoelectrica. En uno y otro se provoca la combustión mediante la incandescencia de un alambre de hierro o níquel producida por la corriente eléctrica.

Como en este trabajo sólo nos interesa de estos procedimientos lo relativo a esencias y aceites, daremos los detalles que hemos empleado en muchas determinaciones.

Bomba calorimétrica de Mahler (1).—La parte esencial es el obús propiamente dicho, ya que el resto se reduce a un calorímetro corriente en el cual se introduce el obús para efectuar la combustión, cuyo calor es el ganado por el calorímetro.

El obús es un cilindro de acero cerrado por una tapa del mismo metal que hace el cierre a rosca. El cuerpo cilíndrico va esmaltado interiormente para evitar las oxidaciones debidas a los ácidos que se forman y al oxígeno introducido para favorecer la combustión.

En los modelos modernos se suprime el esmaltado, construyéndolos con aceros inoxidables, solución mucho más práctica, pues por mucho cuidado que se tenga con este aparato, el esmalte acaba por agrietarse, descascarillándose bastante.

La tapa está atravesada en su parte central por el alambre de platino F, aislado de aquélla por un mástic dieléctrico, terminando exteriormente por la borna c. A derecha e izquierda de esta borna hay otros dos taladros cerrados por dos prensaestopas: el de la derecha comunica con otro perpendicular cerrado por el tornillo b (fig. 25), y el de la izquierda con una disposición análoga sujeta con el b' otro alambre de platino e. Los dos alambres de platino tienen cada uno dos pitones, f-g y h-i; en g y h se alojan los dos orificios de la cápsula de cuarzo A (en la que se coloca la muestra que ha de estudiarse), y en f e i se atan los extremos del hilo de hierro o níquel que ha de provocar la inflamación.

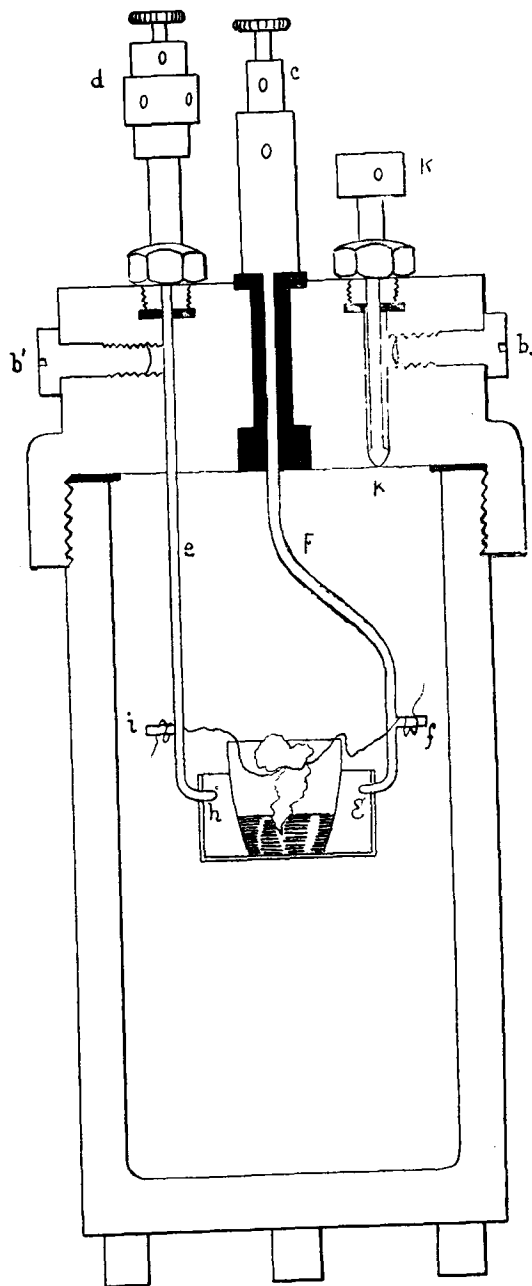


Figura 25.

(1) Aunque con esta descripción y la explicación que del procedimiento damos son muy suficientes para trabajar con éxito con este aparato, remitimos, sin embargo, al que desee profundizar más el asunto, a la obra de P. MAHLER, *Etudes sur les combustibles solides, liquides et gazeux*. Ch. Beranger.

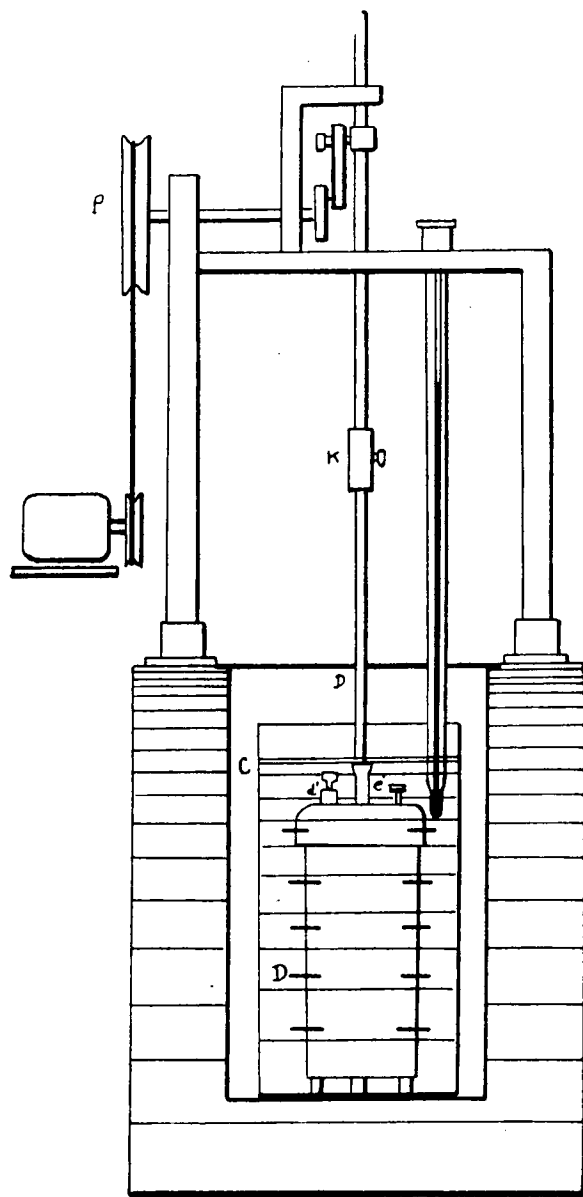


Figura 26.

Colocada la cápsula en esta disposición, se cierra la tapa, cuyo ajuste, para evitar fugas, se consigue con una junta de plomo cortada en forma de corona. Para proteger más la tapa, y sobre todo el mástic de la borna central, es muy conveniente colocar en el fondo de aquél a un círculo de mica.

Cerrado el obús, cuya tapa se aprieta con la llave R, se quita el tapón roscado *b*, se ajusta el tubo de la botella de oxígeno y se va dando entrada a éste hasta llegar a leer en el manómetro una presión de 20 a 25 kilogramos por centímetro cuadrado; se cierra la llave K, se separa la toma de oxígeno y se rosca de nuevo el tapón *b*, quedando ya el obús listo para llevarlo al calorímetro.

El cierre y la apertura de la tapa de la bomba requiere, además del empleo de la llave especial ya citada, colocar el aparato bien fijo, lo que se consigue teniendo atornillada a una mesa una pieza de fundición con tres rebajes cilíndricos en los que se alojan los tres pitones que tiene el obús en su fondo.

El calorímetro, el vaso donde se introduce el obús, el agitador y el aparato que pone a éste en movimiento están representados en la figura 26. C es el vaso; D, el agitador, y K, la pieza que sujeta a los de movimiento el extremo superior de la varilla de aquél. El calorímetro se cubre con dos medios círculos de ebonita o de fibra que dejen paso, por dos escotaduras, a la varilla del agitador y al termómetro T, sujeto a la armadura en el taladro *m*.

Para este trabajo, el tipo de termómetro más recomendable es el metastático, que, aunque muy conocido, vamos, sin embargo, a describir, por si de algún lector no lo fuera, ya que, como hemos dicho en otros capítulos, queremos dar a este trabajo un sentido eminentemente práctico.

La ventaja de este termómetro es que teniendo su graduación hecha de 0 a 6° C nada más, puede utilizarse cualquiera que sea la temperatura del ambiente, cosa que no se

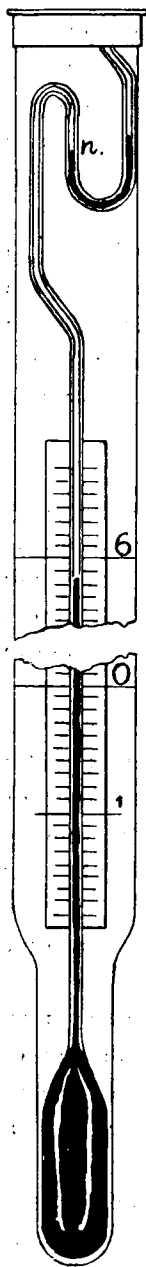


Figura 27.

podría realizar con termómetros cuya columna mercurial no pudiera hacerse variar a voluntad y que, por tanto, hacían necesario para este uso el empleo de un juego de varios termómetros, ya que por ser preciso tener que apreciar milésimas de grado, no pueden abarcar en sus temperaturas límites más de seis o siete.

En el metastático se evita este inconveniente, toda vez que, por su ingeniosa disposición, se puede en todo momento colocar la columna mercurial en la división que se desee. Ello se consigue con suma facilidad.

Como indica la figura 27, el tubo termométrico en su parte superior, termina en forma de S, en cuya rama derecha hay una cierta cantidad de mercurio que puede hacerse ascender en la rama *n* inclinando hacia abajo la cabeza del termómetro; si en esas condiciones se calienta el depósito de mercurio de la cubeta con la mano o haciendo fricción con un paño, subirá la columna hasta unirse su mercurio con el de *n*, ya no habrá más que seguir calentando o dejar enfriar, para que la columna pierda o gane mercurio, en cuyo momento se pone el termómetro vertical con la cubeta hacia abajo, se da una sacudida seca y la columna descenderá en la parte correspondiente a la escala, quedando el resto del mercurio en el tubo en S.

Debe procurarse que el mercurio quede al enfriarse en un grado o en un grado y dos o tres décimas, poco más o menos, porque de quedar en dos grados o más sería expuesto a que en alguna operación sobrepasase en la

temperatura máxima la graduación de la escala y la experiencia sería perdida.

Ha de tenerse presente que las primeras veces que se intenta esta maniobra se suele pasar el operador por exceso o defecto de su deseo; pero unas cuantas pruebas dan la necesaria práctica y en sólo tres o cuatro minutos se hace perfectamente la regulación.

Puesto el obús en el vaso, el termómetro en su lugar y tapado el calorímetro con los semicírculos de fibra, se pone en marcha el motor, que hace girar la polea *p* para que entre en oscilación vertical alternativa el agitador, cuya velocidad se regula con una resistencia intercalada en serie.

Mientras se establece el equilibrio de temperatura entre el termómetro y el sistema todo, se unen los terminales de un circuito abierto con las bornas del obús *e* y *d*, y cuando se llegue al equilibrio dicho se anota la temperatura, se coge el cronómetro y se pone en marcha en el mismo momento que se cierre el circuito. Cada minuto se hace la lectura de la temperatura y se anota ésta hasta llegar a la máxima, continuando dos o tres minutos más después de alcanzada ésta con el fin de estudiar el régimen de enfriamiento para poder compensar el correspondiente a los minutos transcurridos entre las lecturas inicial y máxima.

En la obra del Sr. P. Mahler, que ya hemos citado, y en cuantas tratan de este procedimiento, se indica con todo detalle la manera de estudiar el enfriamiento y la fórmula que da el poder calorífico. Nosotros simplificamos en algo la operación, y comparando los resultados obtenidos por el camino más perfecto y el nuestro, hemos llegado a comprobar que las diferencias de uno y otro pueden ser de 30 a 50 calorías en menos con el procedimiento abreviado, lo que si en determinaciones de orden especulativo puede tener importancia, no representa ninguna en el terreno industrial, ya que para gasolina, aceites y benzoles puede

quedar representada dicha diferencia por el 0,5 por 100, que en nada afecta; en cambio se ahorran cinco o seis minutos en cada operación.

Un ejemplo de cómo se opera:

Sea un aceite del cual se han pesado 0,935 gramos y 1,113 grados centígrados la temperatura inicial, 4,658 grados centígrados la máxima y 4,639 grados centígrados la leída tres minutos después de ella,

$$\begin{array}{r} 4,658^{\circ} \text{ C} \\ 1,113^{\circ} \text{ C} \\ \hline 3,545^{\circ} \text{ C} \end{array}$$

será la diferencia bruta entre la máxima y la inicial.

El enfriamiento por minuto, teniendo en cuenta que se ha hecho la lectura última tres minutos después de la máxima, será:

$$\frac{4,658 - 4,639}{3} = 0,006,$$

y como el máximo se supone alcanzado a los cuatro minutos de la temperatura inicial, habrá que añadir por compensación de enfriamiento a la diferencia bruta:

$$0,006 \times 4 = 0,024,$$

y se tendrá

$$3,545 + 0,024 = 3,569 \text{ por } 100.$$

El equivalente del sistema, agua y aparato, que ya diremos cómo se calcula fácilmente y con gran precisión, supongamos es 2,54 y el poder calorífico, por tanto, por gramo, será:

$$\frac{(3,569 \times 2,54) - 0,04}{0,935} = 9,654 \text{ calorías,}$$

y por kilogramo 9.654 calorías.

El equivalente en agua del sistema se determina quemando una substancia de poder calorífico conocido, tal como glucosa, naftalina, ácido benzoico, etc. Sea la naftalina, por ejemplo.

Se pesa un gramo, se vierte en un crisolito de platino bien tarado previamente, se calienta hasta fusión en un mechero, se deja enfriar y se pesa de nuevo, porque algo de pérdida hay en esta operación. Se pone el alambre y el pequeño cebo de algodón, también pesado.

Supongamos ha sido 0,9643 gramos el peso de la naftalina y 0,0091 gramos el algodón; como las calorías de la primera son 9,692 por gramo y 4 las del segundo, podrá establecerse la siguiente ecuación:

$$(T - t) + e F - 0,04 = 9,692 + 0,9643 + 0,0091 \times 4$$

$$F = \frac{9,692 + 9,643 + 4 + 0,0091 + 0,04}{T - t + e}$$

Siendo T = Temperatura máxima de la operación.

t = Temperatura inicial.

e = Enfriamiento durante el tiempo transcurrido desde la lectura de t a la máxima T, calculado como antes hemos dicho.

0,04 = el número de calorías descontadas en la operación por el calor de combustión del alambre, formación de NO₃ H, etc.

Manera de operar con un aceite o con una esencia.—

Se tara un pequeño crisol de platino de unos 20 milímetros de altura y 10 milímetros de diámetro en su boca, y en el mismo platillo que este crisol se añade una pequeña torcida de algodón hidrófilo, cuyo peso se compensa en el platillo contrario, anotándolo debidamente. En el crisol se pesan de 450 a 500 miligramos de aceite, se ata el trocito de algodón a un alambrito de hierro o níquel, se coloca el crisol en la cápsula de cuarzo, que ya lo estará en los pitones g y h del obús, se introduce el algodón en el aceite y se atan los extremos del alambre en h e i. Se cierra el obús, se llena de oxígeno y se lleva el calorímetro. El resto de la combustión ya está antes descrito.

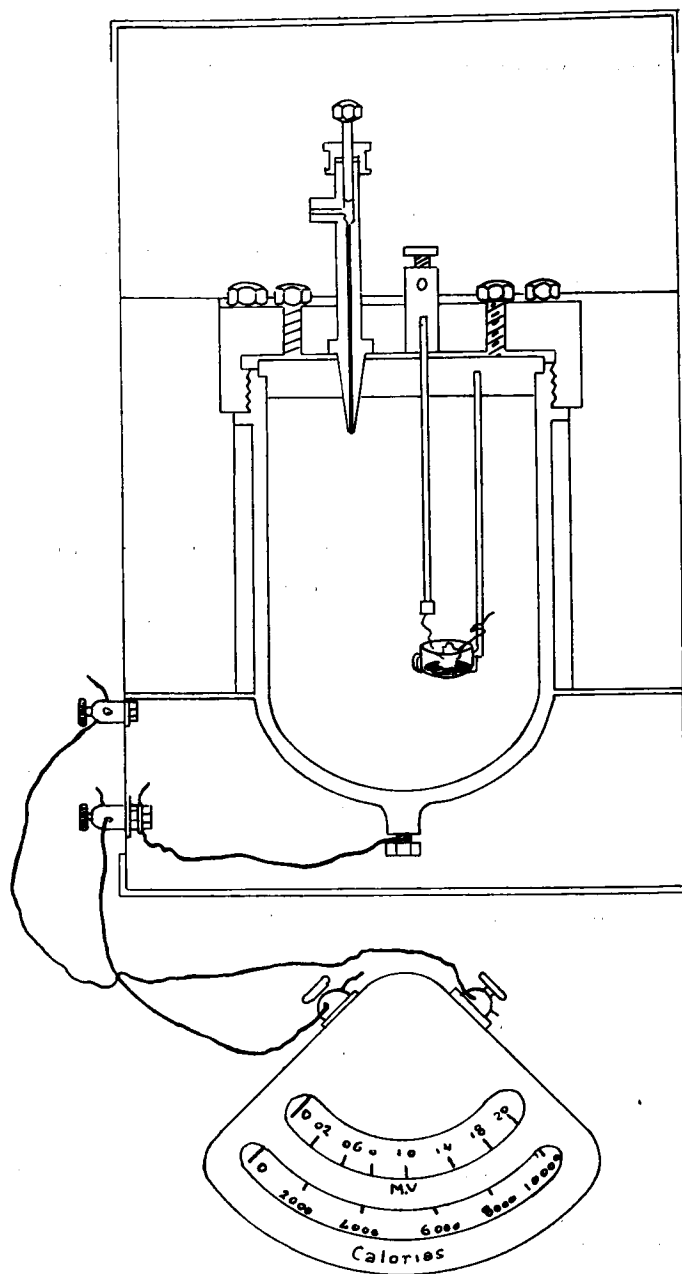


Figura 28.

Si en lugar de tratarse de aceite se tratara de esencias volátiles, recomiendan muchos autores que se cubra el crisol con un papel para impedir la evaporación. Nosotros creemos, y es como procedemos, que es preferible mezclar la gasolina o benzol con un aceite no volátil de calorías conocidas en proporciones determinadas, operar como hemos dicho para el aceite y calcular luego las calorías. Desde luego en uno y otro caso hay que descontar, a más de las calorías por combustión del alambre, producción de ácidos, etc., las calorías del algodón.

Queda únicamente por decir que en el vaso en que se coloca el obús dentro del calorímetro han de verterse previamente 2.200 centímetros cúbicos de agua, bien midiéndolos o bien pesando ese mismo número de gramos, lo que se hace rápidamente si se han preparado pesas *ad hoc* que equilibren exactamente la tara del vaso.

Bomba termoelectrica de M. Fery.—En este aparato la elevación de temperatura debida a la combustión no se aprecia en el termómetro, sino en un milivoltímetro, suprimiéndose por tanto el empleo de la masa de agua de que acabamos de hacer mención, así como del calorímetro.

La bomba, figura 28, está constituida por un cilindro de acero forrado interiormente de níquel y al exterior por una envolvente de cobre que se apoya sobre una corona de *constantan* (1) cosida a una envolvente cilíndrica de mayor diámetro y altura que la bomba.

Las dos bornas del milivoltímetro van unidas, una a la corona de *constantan* y la otra a un tornillo del fondo de la bomba, que, como ya se ha dicho, es de acero.

La unión de la camisa de cobre de la bomba con la corona de *constantan*, dada la gran conductibilidad calorífica del cobre, es la soldadura caliente del par termoelect-

(1) *Les combustibles liquides et le problème du carburant national*, por M. AUBERT. Gautier Villars & Co, Paris.

trico y la caja del mismo metal, dentro de la cual va el obús, es la soldadura fría. La fuerza electromotriz desarrollada en la corona es la que produce la corriente que acusa el milivoltímetro mediante un cuadrante de doble graduación: una que indica los grados y otra que representa las calorías directamente, no necesitando por tanto cálculo alguno, salvo, naturalmente, la proporción necesaria para hallar el tanto por ciento que representa la lectura, dado el peso de aceite quemado.

La preparación de la muestra, colocación de la misma en el aparato, introducción del oxígeno, combustión, etc., son análogas a las practicadas en la bomba Mahler.

En cuanto al ajuste de la tapa hay que tener presente dos precauciones: una mantener en agua las coronas de fibras con que se hace el cierre una hora, por lo menos, antes de ser empleadas, a fin de que tengan la flexibilidad necesaria, y otra hacer el aprieto de los seis tornillos que ajustan a la tapa procediendo diametralmente; es decir, que se irán templando dos a dos hasta conseguir un cierre perfecto.

La diferencia entre la lectura de máxima desviación del milivoltímetro y la que acusa éste antes del encendido darán el valor buscado, bien en calorías, si hay esa graduación, bien en número proporcional, cuya relación con las calorías se determina de una vez para todas o, por lo menos, para un gran número de operaciones, de modo análogo a como se procede para hallar la constante del Mahler; es decir, quemando un peso conocido de naftalina.

(Continuad.)

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de diciembre de 1930

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|----------------|
| Hulla..... | 322.570 |
| Antracita..... | 1.195 |
| TOTAL | 323.765 |

Coque 10.140 toneladas.
Aglomerados..... 12.317 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 3.217 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 2.160 |
| Lignito..... | 10.858 |
| TOTAL | 13.018 |

Producción de coque: * toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 34.331 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 16.616 |
| Antracita..... | 11.858 |
| TOTAL | 28.474 |

Briquetas..... 4.513 toneladas.
Coque..... 4.980 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 802 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 71.998 |
| Antracita .. | 27.607 |
| TOTAL | 99.605 |

Aglomerados 23.348 toneladas.
Coque..... 1.987 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 18.781 |
| Antracita .. | 13.532 |
| TOTAL | 32.313 |

Aglomerados..... 14.530 toneladas.
Coque..... * —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.644 |
| Coque de gas..... | 251 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 15.100 |
| Aglomerados de hulla... | 8.683 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 11.195 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.544 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla..... | 295 toneladas. |
|---------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-------------------|
| Coque..... | 19.397 toneladas. |
| Aglomerados..... | 2.856 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | 472 |
| Lignito..... | 3.117 |
| TOTAL..... | 3.589 |

| | |
|-------------------|--------------|
| Aglomerados..... | 3 toneladas. |
| Coque de gas..... | 390 — |

Producción de combustibles durante los meses de enero a diciembre de 1930

| | Meses anteriores | Diciembre | TOTAL |
|------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita | 565.944 | 54.192 | 620.136 |
| Hulla | 6.068.193 | 481.928 | 6.550.121 |
| Lignito..... | 349.371 | 30.833 | 380.204 |
| TOTAL..... | 6.983.508 | 566.953 | 7.550.461 |
| Coque metalúrgico..... | 560.708 | 44.689 | 605.397 |
| Aglomerados..... | 638.124 | 66.542 | 704.666 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a diciembre de 1930:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Diciembre | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero) .. | 2.959.276 | 267.865 | 3.227.141 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 182.290 | 18.757 | 201.047 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 545.013 | 51.604 | 596.617 |
| Otros tipos..... | 480.609 | 57.068 | 537.667 |
| TOTAL..... | 4.167.188 | 395.294 | 4.562.472 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 28.478.968 | 416.482 | 28.894.450 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos | 5.350.040 | 416.482 | 5.766.522 |
| Gasolinas y similares..... | 527.440 | 41.328 | 568.768 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de diciembre de 1930

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|-----------------------------------------|------------------|
| Almería..... | 41.667 |
| Badajoz..... | 3.857 |
| Coruña (Galicia)..... | 7.524 |
| Granada-Málaga..... | 30.060 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra..... | 773 |
| Huelva..... | 13.505 |
| Jaén..... | > |
| Murcia..... | 8.178 |
| Oviedo..... | 5.953 |
| Santander..... | 29.612 |
| Sevilla..... | 9.372 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel..... | 56.522 |
| Vizcaya..... | 155.584 |
| Zaragoza..... | 1.702 |
| TOTAL..... | 365.809 |
| Meses anteriores..... | 5.042.371 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 5.408.180 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|-----------------------|----------------|----------------|------------------|---------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona..... | > | 45 | > | > | > |
| Coruña..... | > | > | 793.300 | 50.900 | > |
| Guipúzcoa..... | 971 | 1.690 | > | > | > |
| Oviedo..... | 8.005 | 10.408 | > | > | > |
| Santander..... | 2.974 | 3.152 | > | > | > |
| Sevilla..... | > | > | > | > | > |
| Valencia..... | 10.628 | 9.888 | > | > | > |
| Vizcaya..... | 21.420 | 27.424 | > | > | > |
| TOTAL..... | 33.998 | 52.607 | 793.300 | 50.900 | > |
| Meses anteriores | 560.866 | 809.962 | 5.406.800 | > | > |
| T. A LA FECHA. | 594.864 | 862.569 | 6.200.100 | 50.900 | > |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|------------------------------|----------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | > | > |
| Badajoz..... | > | > |
| Barcelona-Lérida..... | > | > |
| Ciudad Real..... | 720 | > |
| Córdoba..... | 46 | 191 |
| Guipúzcoa..... | 590 | > |
| Murcia..... | 4.735 | > |
| Oviedo..... | > | 688 |
| Santander..... | 5.810 | > |
| TOTAL..... | 11.901 | 879 |
| Meses anteriores..... | 116.543 | 8.905 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 128.444 | 9.784 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL Toneladas | METAL | | | |
|-------------------|----------------------|------------------------|-------------------------|------------------------------|---------------------------|
| | | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba.. | > | > | > | 549.519 | > |
| Huelva.... | 279.489 | 1.465.032 | > | > | > |
| Murcia.... | > | > | > | > | > |
| Oviedo.... | > | > | 51.141 | 37.014 | > |
| Sevilla.... | 298 | > | > | > | 20.000 |
| TOTAL.. | 279.787 | 1.465.032 | 51.141 | 586.533 | 20.000 |
| Meses anteriores | 3.449.230 | 14.125.240 | 625.789 | 6.124.361 | 1.816.192 |
| T. FECHA. | 3.729.017 | 15.590.272 | 676.930 | 6.710.894 | 1.836.192 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|------------------------------|---------------|
| Huelva..... | 1.119 |
| Oviedo..... | 139 |
| TOTAL..... | 1.258 |
| Meses anteriores..... | 14.866 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 16.124 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|------------------|------------------|
| | <i>Toneladas</i> | <i>Toneladas</i> |
| Almería..... | 14 | » |
| Badajoz | 307 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona . . | 385 | 139 |
| Ciudad Real..... | 1.017 | » |
| Córdoba..... | 1.866 | 4.054 |
| Granada-Málaga | 114 | 1.674 |
| Guipúzcoa | 59 | 403 |
| Jaén | » | 1.169 |
| Murcia..... | 1.365 | 9.694 |
| Santander..... | 370 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 5.497 | 17.133 |
| Meses anteriores..... | 116.026 | 110.907 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 121.523 | 128.040 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se traslada al Distrito minero de Almería al Ingeniero 2.º
D. Joaquín Tamarit.

Se destina al Distrito minero de Zaragoza, como sobrante de plantilla, al Ingeniero Jefe de 2.ª clase D. José Elvira y Apellániz.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de enero de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO.

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras

Concesiones mineras tituladas en el mes de enero de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas. | PROPIETARIOS |
|--------------|---------------------------------|-------------------------|-----------------|-------------------------------|-----------------------------------------|
| Alicante... | Alcalalí..... | Esperanza..... | Sales alcalinas | 14 | D. Matías Gil Llopis. |
| Idem..... | Muchamiel..... | Siempre los Gujarrros.. | Idem..... | 12 | Sdad. Gujarrro Hermanos. |
| Castellón... | Villahermosa..... | El Cerro..... | Cinc..... | 192 | C. ^a Minera Bético-Manchega. |
| Lugo..... | Caurel..... | Enriqueta..... | Hierro..... | 100 | D. Manuel Mínguez de Rico. |
| Idem..... | Incio..... | La Chiquita..... | Idem..... | 50 | Idem. |
| Idem..... | Puebla del Brollón..... | Outara..... | Idem..... | 64 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Laura..... | Idem..... | 40 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Teresita..... | Idem..... | 27 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Pepe..... | Idem..... | 48 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Mojada..... | Idem..... | 181 | Idem. |
| Idem..... | Idem y Samos..... | Más Julita..... | Idem..... | 14 | Idem. |
| Idem..... | Samos y Puebla del Brollón..... | Inlita..... | Idem..... | 46 | Idem. |
| Idem..... | Játiba..... | Serrador..... | Idem..... | 9 | • Matías Serrador Olcina. |
| Idem..... | Sagunto..... | Remedios..... | Idem..... | 4 | • Antonio Sanchiz Beltrán. |
| Zaragoza... | Embid y Ariza..... | Cruz..... | Carbón..... | 16 | Sociedad General Azucarera de España. |
| Idem..... | Idem..... | Marcelina..... | Idem..... | 5 | Idem. |

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación mensual del mismo en las provincias de Alicante, Castellón, Lugo, Segovia, Valencia y Zaragoza.

Igualmente se ha practicado la rectificación anual del catastro de los distritos de Salamanca y Galicia (Orense, Lugo, Pontevedra y Coruña).

Legislación

MINISTERIO DE LA GOBERNACIÓN

Real orden resolviendo el expediente incoado por D. Pablo Fábrega Coello, como representante de la propiedad del Balneario de Caldas, de Orense, en solicitud de que, al amparo del artículo 13 del vigente Estatuto de Baños y Aguas mineromedicinales, se le señale un perímetro de protección para dicho balneario, declarado de utilidad pública. ("Gaceta" del 4.)

MINISTERIO DE FOMENTO

Real orden disponiendo se conceda un premio de 5.000 pesetas al trabajo que lleva por lema "Elhuyar", del que son autores D. Ceferino López Sánchez-Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget, y accésit de 3.000 pesetas al que tiene por lema "Lubrificación y Lubrificantes", del que resulta autor D. Luis Torón Villegas.

Ilmo. Sr.: Cumplidas las bases consignadas en la Real orden de 10 de julio de 1930, con arreglo a las cuales debía celebrarse el concurso correspondiente al ejercicio económico de 1930, de trabajos sobre temas de la especialidad, entre Ingenieros de Minas españoles con título profesional expedido por la Escuela especial de Madrid, y habiendo sido aprobada por el Consejo de Ministros en 10 del actual la propuesta de premios hecha por el Ministerio de Fomento, de acuerdo con el Consejo de Minería,

S. M. el Rey (q. D. g.) se ha servido disponer:

Primero. Que se conceda un premio de 5.000 pesetas al trabajo que lleva por lema «Elhuyar», del que son autores

D. Ceferino López Sánchez-Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget, y accésit de 3.000 pesetas al que tiene por lema «Lubrificación y Lubrificantes», del que resulta autor don Luis Torón Villegas.

Segundo. Que se publiquen dichos trabajos en el BOLETÍN OFICIAL DE MINAS, METALURGIA Y COMBUSTIBLES.

Tercero. Que la citada recompensa sea consignada en el expediente personal de cada uno de los citados señores como nota de mérito.

Lo que de Real orden comunico a V. I. para su conocimiento y efectos procedentes, debiendo ser publicada esta Real orden en la *Gaceta de Madrid* y BOLETÍN OFICIAL DE MINAS, METALURGIA Y COMBUSTIBLES.—Dios guarde a V. I. muchos años.—Madrid, 16 de enero de 1931.—P. D., *José de Luna*.—Señor Director general de Minas y Combustibles.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayos industriales para caracterización de los aceites y grasas en sus principales aplicaciones industriales. (Combustión y engrase.)</i> Por los Ingenieros de Minas D. Ceferino López-Sánchez Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget..... | 3 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de diciembre de 1930..... | 94 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a diciembre de 1930..... | 97 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a diciembre de 1930..... | 97 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de diciembre de 1930..... | 98 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 101 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de enero de 1931..... | 102 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de la Gobernación.—Real orden resolviendo el expediente incoado por D. Pablo Fábrega Coello, como representante de la propiedad del Balneario de Caldas, de Orense, en solicitud de que, al amparo del artículo 13 del vigente Estatuto de Baños | |

y Aguas mineromedicinales, se le señale un perímetro de protección para dicho Balneario, declarado de utilidad pública 105

Ministerio de Fomento.—Real orden disponiendo se conceda un premio de 5.000 pesetas al trabajo que lleva por lema *Ethuyar*, del que son autores D. Ceferino López-Sánchez Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget, y accésit de 3.000 pesetas al que tiene por lema *Lubrificación y Lubrificantes*, del que resulta autor D. Luis Torón Villegas..... 105

AVISO

Con el presente número recibirán nuestros lectores el Índice general del año 1930, que debiera haberse incluido en el número correspondiente al mes de diciembre.

Boletín Oficial de Minas, Metalurgia
y Combustibles



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE



ENSAYOS INDUSTRIALES PARA CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEITES Y GRASAS EN SUS PRINCIPALES APLICACIONES INDUSTRIALES. (COMBUSTION Y ENGRASE.)

POR LOS INGENIEROS DE MINAS

**D. CEFERINO LÓPEZ-SÁNCHEZ AVECILLA
Y D. LAUREANO MENÉNDEZ Y PUGET**

(Continuación.)

ACIDEZ Y ALCALINIDAD

Sabido es que en las operaciones de refinado de los aceites se emplean ácidos minerales, lejías alcalinas, jabones, etcétera, restos de los cuales pueden quedar y muchas veces quedan, aunque en pequeña cantidad, después de los lavados precisos para su eliminación. En los aceites grasos hay, desde luego, ácidos orgánicos, y como la industria emplea para el engrase no sólo aceites minerales, vegetales o animales, sino mezclas de unos y otros, es de sumo interés la determinación en ellos de los ácidos libres que contienen y la cuantía de los mismos.

Fácilmente se comprende el interés de este conocimiento, teniendo en cuenta el perjuicio que representa en las

piezas metálicas de las maquinarias su íntimo contacto con los aceites, si éstos contienen ácidos libres, no ya los minerales, sino aun los mismos orgánicos.

Hemos indicado también que pueden contener álcalis libres, por lo que procede como primera operación, al estudiar un aceite desde este punto de vista, reconocer cuál es su reacción, ácida o alcalina. Puesto que, demostrada esta última, es inútil perder el tiempo en pretender determinar su grado de acidez libre.

Para esto se vierten cinco centímetros cúbicos de aceite en un vaso, añadiendo 50 centímetros cúbicos de agua destilada, se agita bien y templada durante unos minutos en baño-maría, se deja posar y reparte a continuación el agua en dos tubos de ensayo; en uno de éstos se añaden dos gotas de *metilo de naranja* y en el otro de *fenolftaleína*; si el primero se colorea en rosa es evidente la reacción ácida del aceite, y la alcalina si el otro vira en violeta.

Supuesta la reacción ácida, es conveniente, antes de proceder a la determinación cuantitativa de la acidez ensayar si ésta es debida a alguno de los ácidos minerales SO_4 , H_2 o HCl , que son los usados en el refinado de los aceites, o si, por el contrario, su ausencia indica la presencia de ácidos orgánicos.

En un matraz Erlenmeyer, de 500 centímetros cúbicos, previamente lavado con agua, después con alcohol, nuevamente con aquella y bien desecado, se vierten 20 centímetros cúbicos de aceite y 30 centímetros cúbicos de agua destilada, de la que estaremos bien seguros no contiene ni indicios de los ácidos buscados. Se agita bien dos o tres veces durante unos minutos, se calienta ligeramente a unos 60°C , se deja reposar hasta completa separación de los dos líquidos, consiguiendo lo cual se extraen 20 centímetros cúbicos de agua, que se pasan a través de un filtro plegado rápido, la mitad sobre cada uno de los dos tubos de ensayo que se habrán lavado muy bien mientras se dejaba reposar el

aceite; en uno de éstos se vierten dos centímetros cúbicos de $\text{NO}_3 \text{Ag}$ al 10 por 100 y dos gotas de $\text{NO}_2 \text{H}$, y en el otro dos centímetros cúbicos de $\text{Cl}_2 \text{Ba}$, también al 10 por 100, diluidos en un volumen igual de agua y dos gotas de HCl . Si el agua recogida en el primer tubo se enturbia es señal de la presencia de cloruros o clorhídrico libre, y si se enturbia la correspondiente al segundo, ello nos probará la existencia de sulfatos o sulfúrico libre. Esta segunda reacción debe hacerse a la ebullición.

Si ninguna de estas dos reacciones se produce, a pesar de haber sido ácida la del aceite, quedará evidenciada la presencia de ácidos orgánicos libres.

Comprobada la existencia de ácidos libres hay que proceder a su determinación cuantitativa, teniendo en cuenta, para la marcha a seguir, si se trata de un aceite claro, oscuro o muy oscuro, pues, según se trate de uno u otros, deben tenerse presentes algunos pequeños detalles en la operación.

Hemos de advertir que nuestra experiencia personal nos ha hecho ver que la mayor parte de los aceites oscuros permiten apreciar perfectamente el fin de la operación siguiendo la marcha prescrita para los claros, teniendo la precaución de usar cantidades más pequeñas de aceite en dichos casos.

Los americanos suelen trabajar sobre cinco centímetros cúbicos de aceite en los oscuros, sobre 10 centímetros cúbicos en los de color medio y con 20 centímetros cúbicos en los claros.

El principio fundamental en todos los casos es la neutralización del ácido o ácidos del aceite por medio de una solución valorada de un álcali, potasa o sosa.

Preparación y valoración de las soluciones.— Aunque la preparación de las soluciones valoradas es cosa sencilla y sobradamente conocida, creemos, dado el carácter de ma-

nual práctico de este trabajo, no estará demás indicarla para facilitar el mismo a los principiantes y personal sin conocimientos técnicos, tan frecuente en los laboratorios industriales y comerciales.

Para simplificar aún más esta preparación damos unas tablas que contienen los datos precisos para el empleo en ella del ácido clorhídrico y los necesarios para el cálculo de la acidez en sus distintas formas de expresión.

Como disolución alcalina usamos la de potasa, pero no hay razón para darla preferencia a la sosa; puede, por tanto, llevarse a término la operación con esta última como lo suelen hacer los americanos.

Las disoluciones a emplear son tres: $\frac{N}{10}$ de $\text{CO}_3 \text{Na}_2$, $\frac{N}{10}$ a HCl y $\frac{N}{10}$ a KOH , bien entendido que la que requiere una gran exactitud para llegar a conseguir sea $\frac{N}{10}$ justa, es la primera, puesto que en su precisión se basa la valoración de las otras dos, para llegar en último término al contenido en KOH pura que tiene la $\frac{N}{10}$ a de KOH (1), potasa pura en que se funda la determinación de la acidez.

Preparación del $\text{CO}_3 \text{Na}_2 \frac{N}{10}$.—Para esta preparación es preciso emplear un reactivo purísimo y anhidro, consiguiéndose esto último por medio de una previa calcinación en cápsula de platino, hasta llegar a peso constante, teniendo cuidado en las repetidas operaciones que ello requiere no llegue al rojo el carbonato; es decir, que debe calentarse lo suficiente para enrojecer el platino, pero no

(1) Con el signo $\frac{N}{10}$ a indicamos que la disolución es sólo aproximada al contenido de la décimonormal justa, la que indicamos con $\frac{N}{10}$.

el reactivo. No hay que advertir que debe dejarse enfriar la cápsula en el secador antes de proceder a cada pesada.

Conseguida la igualdad en dos pesadas consecutivas, se toman del carbonato ya preparado 5.306 gramos, que se disuelven en 250 centímetros cúbicos de agua, vertiendo después esta solución en un matraz contrastado de 1.000 centímetros cúbicos, lavando el vaso varias veces y añadiendo estas aguas de lavado al mismo matraz, completando, por último, el volumen de 1.000 centímetros cúbicos con el agua que sea precisa hasta enrasar con el trazo indicador. No creemos necesario advertir que en los matraces de doble trazo debe hacerse la coincidencia del menisco con el inferior. Bien agitada la solución, se deja posar.

Cada centímetro cúbico contendrá 0,005306 gramos de $\text{CO}_3 \text{Na}_2$.

Preparación del $\text{HCl} \frac{N}{10}$ a.—Para esta preparación no debe pesarse la cantidad en gramos correspondiente a la disolución decinormal, una vez conocido el por 100 de HCl que contenga el empleado, cosa que sería peligrosa hacer tanto para el operador como para la balanza en que ello se ejecutara. Lo corriente es medir el volumen que representen dichos gramos, el cual se deduce del conocimiento de la densidad del ácido que vaya a emplearse. Fundada en esto, hemos calculado una tabla que a continuación presentamos, en la que van expresadas las densidades en grados Baumé, Twaddell y densimétricos, el peso específico a 15° C, el por 100 en HCl , el volumen de ácido correspondiente para preparar una disolución normal y el agua necesaria para completar un litro de dicha disolución.

Esta tabla comprende los ácidos de densidades más corrientes en el comercio y comprendidas entre 16,5 a 24 grados Baumé.

Si se dispone, por ejemplo, de ácido de 22 grados Baumé, no habrá más que ver en la columna sexta qué volu-

men corresponde para preparar la disolución normal, y se verá es de 87,28 centímetros cúbicos; luego para la $\frac{N}{10}$ se tomarán 8,73 centímetros cúbicos, los cuales pueden apreciarse muy bien en una bureta con mucha aproximación, leyendo con una lente; el error no será mayor de $\frac{1}{100}$ de centímetros cúbicos. Arrastrando este volumen de ácido a un matraz contrastado, lavando sobre ésta la bureta varias veces y completados los 1.000 centímetros cúbicos, se tendrá la disolución dispuesta para su uso.

Como la densidad del ácido puede no ser rigurosamente 22 grados Baumé, sino solamente una aproximación de esa cifra, que es lo corriente, y en la medición de los 8.73 centímetros cúbicos también se comete un error, aunque pequeño, no puede considerarse la disolución preparada con él de valoración justa para operar con ella como decinormal teórica; es, por tanto, preciso compararla con la $\frac{N}{10}$ $\text{CO}_3 \text{Na}_2$, que es la tomada como patrón.

Para ello se llena una bureta con $\text{HCl } \frac{N}{10}$ *a* y otra con $\text{CO}_3 \text{Na}_2 \frac{N}{10}$, se hace en ambas la lectura y se vierten de la primera 10 centímetros cúbicos sobre un matraz que contenga 50 centímetros cúbicos de agua destilada y una gota de metilo de naranja; hecho esto, se pasa el matraz a la bureta del $\text{CO}_3 \text{Na}_2$ y de ella se sacan sobre aquél, y de un solo golpe, nueve centímetros cúbicos, siguiendo después añadiendo del mismo líquido, gota a gota, hasta ver cambiar el color del contenido del matraz de rojo a franco amarillo. Debe advertirse que este cambio no es brusco porque del rojo se va a color vino Jerez cada vez más claro hasta llegar al amarillo; sin embargo, con alguna experiencia, se llega a percibir muy bien el momento justo. Se debe hacer la lectura en ambas buretas y apuntarla cuando se crea ha

virado el color, pero entonces se debe añadir una gota de $\text{HCl } \frac{N}{10}$ *a*, que enrojecerá un poco, y otra de $\text{CO}_3 \text{Na}_2 \frac{N}{10}$, que volverá al amarillo. Si hay dudas no queda más remedio que insistir con una u otra solución hasta llegar al color franco a la gota.

Sean las lecturas las siguientes:

| | $\text{HCl } \frac{N}{10}$ <i>a</i> | $\text{CO}_3 \text{Na}_2 \frac{N}{10}$ |
|-----------------------|-------------------------------------|----------------------------------------|
| Lectura inicial | 1,03 | 3,17 |
| Idem final | $\frac{11,03}{10,00}$ | $\frac{13,23}{10,06}$ |

$$\frac{10,06}{10,00} = 1.006 \text{ centímetros cúbicos;}$$

es decir, que un centímetro cúbico de $\text{HCl } \frac{N}{10}$ *a* se satura con 1.006 centímetros cúbicos de $\text{CO}_3 \text{Na}_2 \frac{N}{10}$, o sea que el ácido está un poco fuerte.

TABLA I

| GRADOS | | | Peso específico | Por 100 en HCl | DISOLUCIÓN NORMAL | |
|--------|----------|---------------|-----------------|----------------|----------------------------|---------------------------------------------|
| Baumé | Twaddell | Densimétricos | | | Centímetros cúbicos de HCl | Centímetros cúbicos de H_2O |
| 16.5 | 26 | 13.0 | 1,130 | 25,75 | 125,30 | 874,70 |
| 17.0 | 27 | 13.5 | 1,135 | 26,70 | 120,03 | 879,70 |
| 17.7 | 28 | 14.0 | 1,140 | 27,66 | 115,60 | 884,40 |
| 18.3 | 29 | 14.5 | 1,145 | 28,61 | 111,02 | 888,98 |
| 18.8 | 30 | 15.0 | 1,150 | 29,57 | 107,20 | 892,80 |
| 19.3 | 31 | 15.5 | 1,155 | 30,55 | 103,31 | 896,69 |
| 19.8 | 32 | 16.0 | 1,160 | 31,52 | 99,53 | 900,47 |
| 20.3 | 33 | 16.5 | 1,165 | 32,49 | 96,30 | 903,70 |
| 20.9 | 34 | 17.0 | 1,170 | 33,46 | 93,63 | 906,37 |
| 21.4 | 35 | 17.5 | 1,175 | 34,42 | 90,13 | 909,87 |
| 22.0 | 36 | 18.0 | 1,180 | 35,39 | 87,28 | 912,72 |
| 22.5 | 37 | 18.5 | 1,185 | 36,31 | 84,70 | 915,30 |
| 23.0 | 38 | 19.0 | 1,190 | 37,23 | 82,27 | 917,73 |
| 23.5 | 39 | 19.5 | 1,195 | 38,16 | 79,93 | 920,07 |
| 24.0 | 40 | 20.0 | 1,200 | 39,11 | 77,66 | 922,34 |

Como a un centímetro cúbico de $\text{CO}_2 \text{Na}_2 \frac{N}{10}$ correspondería un centímetro cúbico $\text{HCl} \frac{N}{10}$ que representa 0,0036435 de HCl puro, a los 1,006 le corresponderá $0,0036435 \times 1,006 = 0,0036653$ gramos de HCl ; ésta es la valoración de $\text{HCl} \frac{N}{10} a$, que debe figurar en la etiqueta del frasco que contenga la solución preparada.

Preparación de la $\text{KOH} \frac{N}{10} a$.—Siendo el peso molecular de la potasa 56,14, para preparar una solución decinormal de este álcali será preciso disolver 5 614 gramos en un volumen de un litro; pero como la potasa en barra preparada al alcohol, que es la que recomendamos, es difícil tricotearla hasta ajustar el peso exacto y además siempre contiene impurezas, debe hacerse una pesada algo mayor, sean aproximadamente seis gramos, miligramo más o menos. La pesada se hace muy bien en un vaso de vidrio previamente secado a la estufa y dejado enfriar en el secador. En este mismo vaso se disuelven las barras en la menor cantidad posible de agua, la que se completa hasta un volumen de 500 centímetros cúbicos que se vierten en un matraz contrastado, añadiendo alcohol de 96 grados hasta el trazo de los 1.000 centímetros cúbicos. Se agita y deja posar.

La valoración de la potasa con el $\text{HCl} \frac{N}{10} a$ se hace de igual modo que la de éste con el $\text{CO}_2 \text{Na}_2$, pero empleando como indicador la *fenolftaleína* en lugar del metilo, pues da una gran claridad el cambio de color.

Si se hubieran consumido 9,73 centímetros cúbicos de $\text{KOH} \frac{N}{10} a$, para 10 centímetros cúbicos $\frac{N}{10} a$ de HCl se tendrá:

$$\frac{10,00}{9,73} = 1,020 \text{ cc.,}$$

o sea que a un centímetro cúbico de $\text{KOH} \frac{N}{10} a$ corresponden 1,02 centímetros cúbicos de $\text{HCl} \frac{N}{10} a$ y por tanto $0,0036653 \times 1,02 = 0,003738606$ gramos de HCl .

Y como:

$$\frac{\text{Peso molecular de KOH}}{\text{Peso molecular de HCl}} = \frac{56,14}{36,45} = \frac{X}{0,003738606}$$

$$X = \text{potasa en un centímetro cúbico de } \text{KOH} \frac{N}{10} a = 0,005759 \text{ gramos.}$$

Las soluciones quedan valoradas en esta forma:

Un centímetro cúbico de $\text{CO}_2 \text{Na}_2 \frac{N}{10} = 0,005306$ gramos de $\text{CO}_2 \text{Na}_2$.

Un centímetro cúbico de $\text{HCl} \frac{N}{10} a = 0,003665$ gramos de HCl .

Un centímetro cúbico de $\text{KOH} \frac{N}{10} a = 0,005759$ gramos de KOH .

Determinación cuantitativa de la acidez libre.—Recomiendan algunos autores se proceda sobre un volumen determinado de aceite, 10 centímetros cúbicos por ejemplo, de los que conocida la densidad del mismo se deducirá el peso. Para estudios industriales es más que suficientemente exacto tal procedimiento, pero para una más escrupulosa exactitud creemos preferible tarar el matraz en que va a operarse y pesar en él una determinada cantidad de aceite que represente un volumen medido, por ejemplo 10 centímetros cúbicos.

En matraz aparte se prepara una mezcla de éter y alcohol, en la proporción de tres a cuatro partes del primero por una del segundo, cuya acidez se neutralizará antes de disolver con ella el aceite, pues de lo contrario sería sumada en el resultado correspondiente a éste; para ello se aña-

de a la mezcla una gota de fenolftaleína, la que de no dar color demuestra ser ácida aquélla, acidez que se hará desaparecer añadiendo las gotas precisas de $\text{KOH } \frac{N}{10} a$ hasta ligero viraje violeta. Si se hubiere pasado de potasa se puede volver atrás añadiendo unas gotas de éter y alcohol, volviendo con la potasa al tono buscado. La mezcla así neutralizada se vierte sobre el matraz que contiene el aceite, se agita bien repetidas veces, se calienta ligeramente y cuando todo el aceite esté bien disuelto se añaden unas gotas de fenolftaleína y $\text{KOH } \frac{N}{10} a$ hasta el viraje ligeramente violeta, en cuyo momento se ha llegado al punto de saturación del ácido libre del aceite.

Si por descuido se añadiera demasiada potasa, se vuelve atrás con $\text{HCl } \frac{N}{10} a$ recuperando después el color con $\text{KOH } \frac{N}{10} a$ y entonces se descontarán de la KOH consumida los centímetros cúbicos equivalentes al ácido añadido.

En las disoluciones aquí supuestas, un centímetro cúbico de $\text{HCl } \frac{N}{10} a$ equivale a 0,973 centímetros cúbicos de $\text{KOH } \frac{N}{10} a$.

Conocidos los centímetros cúbicos gastados en $\text{KOH } \frac{N}{10} a$ se calculará la KOH pura que representan con auxilio de la tabla II y con la misma su correspondencia en *ácido oleico, anhídrido sulfúrico o índice de ácido*.

El *índice de ácido* es el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar la acidez de un gramo de aceite.

El grado Koettstorfer representa el número de centímetros cúbicos de disolución normal de KOH para neutralizar 100 centímetros cúbicos de aceite.

La relación de estas cuatro formas de indicar la acidez es la siguiente:

1 por 100 de $\text{SO}_3 = 14$ índice de ácido = 7,05 por 100 de ácido oleico = 25 grados Koettstorfer.

Pongamos un ejemplo para el empleo de la tabla II en el supuesto de que empleamos la solución $\text{KOH } \frac{N}{10} a$ que hemos preparado y que contiene 5.759 miligramos de KOH por un centímetro cúbico.

Si se han consumido de $\text{KOH } \frac{N}{10} a$ 8,35 centímetros cúbicos buscaremos en la columna cuarta los miligramos que corresponden de KOH en la forma siguiente:

| | | |
|---------|---|-----------------|
| A 8 cc. | = | 46,072 m/mgs. |
| 0,3 | = | 1,7277 » |
| 0,05 | = | 0,28795 » |
| 8,35 | | 48,08765 m/mgs. |

sean en números redondos 48,09 miligramos.

Calculemos el por ciento en ácido oleico, anhídrido sulfúrico e índice de ácido en el supuesto de que hemos operado sobre cinco gramos de aceite, empleando la tabla II.

En las columnas primera y segunda se tiene:

| | | | |
|-------|--------------------------------------|-----------|------------------------------------------------------------|
| 40 | m/mgs. de KOH equivalente a | 201,04 | m/mgs. de oleico. |
| 8 | id. id. id. | 40,208 | id. |
| 0,09 | id. id. id. | 0,4523 | id. |
| 48,09 | id. id. | 241,7003 | m/mgs. de oleico. |
| | | 0,2417003 | gramos $\times 20 = 4,87$ por 100 de oleico. |
| | | 4,87 | $\frac{4,87}{7,05} = 0,69$ por 100 de anhídrido sulfúrico. |
| | | 0,69 | $\times 14 = 9,66$ de índice de ácido. |

El anhídrido sulfúrico puede hallarse directamente en la columna tercera de modo análogo a como se ha hecho para el oleico.

T A B L A I I

| Miligramos de KOH | Miligramos de ácido oleico | Miligramos de anhídrido sulfúrico | Número de centímetros cúbicos de KOH | Factores de 5,759 miligramos en la valoración de KOH $\frac{N}{10}$ a miligramos (1). |
|-------------------|----------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| 1 | 5,026 | 0,713 | 1 | 5,759 |
| 2 | 10,052 | 1,426 | 2 | 11,518 |
| 3 | 15,078 | 2,139 | 3 | 17,277 |
| 4 | 20,104 | 2,852 | 4 | 23,036 |
| 5 | 25,130 | 3,565 | 5 | 28,795 |
| 6 | 30,156 | 4,278 | 6 | 34,554 |
| 7 | 35,182 | 4,991 | 7 | 40,313 |
| 8 | 40,208 | 5,704 | 8 | 46,072 |
| 9 | 45,234 | 6,417 | 9 | 51,831 |
| 10 | 50,226 | | | |

Los americanos, en lugar de disolver el aceite en la mezcla éter-alcohol, lo hacen con otra de benzol y alcohol en la proporción de tres o cuatro de aquél por una parte de éste. En muchos casos es en efecto mejor disolvente, pero sea una u otra la mezcla empleada, debemos advertir que frente a ellas los aceites se comportan de muy diversos modos, por lo que aconsejamos que antes de proceder a la determinación de la acidez se haga un previo tanteo respecto a la mezcla disolvente, hasta llegar a una composición y proporción de componentes que satisfaga cumplidamente el papel que se la asigna; es decir, que disuelva por completo el aceite.

(1) Estos factores se calcularán para cada solución KOH $\frac{N}{10}$ a que se prepare; los que figuran en esta tabla corresponden a la supuesta en nuestro ejemplo.

Equivalencias.—Índice de ácido = miligramos de KOH necesarios para neutralizar un gramo de aceite.

1 por 100 de SO₃ = 14 índice de ácido = 7,05 por 100 de ácido oleico.

Grado Koettstorfer = número de centímetros cúbicos de disolución normal de KOH para neutralizar 100 centímetros cúbicos de aceite.

Aceites oscuros.—La práctica de la operación es la misma con sólo dos variantes: es la primera usar como indicador el azul álcali seis B, cuyo cambio de color es mucho más sensible, y la segunda que debe emplearse menor cantidad de aceite y más de disolvente, no porque precise este aumento la mejor solubilidad apetecida, sino porque así se aclara la disolución y favorece por tanto la exactitud en la apreciación del límite de la experiencia.

Alcalinidad.—Si el ensayo cualitativo acusara reacción alcalina, debe hacerse la determinación cuantitativa de la misma, lo que se consigue procediendo de idéntica manera que para la de la acidez, sin más variación que substituir el empleo de la solución KOH $\frac{N}{10}$ a por la HCl $\frac{N}{10}$ a hasta desaparición del tono violeta que en la disolución haya producido la fenolftaleína.

Conocida la relación de correspondencia de ambas soluciones, fácil es calcular a cuánta potasa equivale cada centímetro cúbico de HCl $\frac{N}{10}$ a y por tanto el por 100 de dicho álcali contenido en el aceite.

En los oscuros debe emplearse igualmente el azul álcali seis B.

ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN

Contienen los aceites, a más de los ácidos libres que ya se ha dicho cómo se determinan, ácidos grasos saponificables, ya porque entran en su composición, si se trata de aceites grasos, ya por ser mezcla de éstos con los minerales, casos bastante frecuentes en las aplicaciones para lubricación.

La presencia de ácidos saponificables se dosifica mediante soluciones alcalinas valoradas, y se llama *índice de*

saponificación, la cantidad de potasa, expresada en miligramos, que se precisa para saponificar un gramo de aceite.

La determinación de este índice nos da a conocer no sólo las materias saponificables contenidas, sino también en qué proporción entran los aceites grasos en un aceite mineral, o que como tal se expenda, e igualmente la mejor o peor aplicación que un aceite graso puede tener para fabricación de jabones.

Determinación del índice de saponificación.—En un matraz Erlenmeyer, bien lavado con alcohol y perfectamente seco y que se habrá tarado previamente, se pesan dos gramos, poco más o menos, de muestra, pues lo esencial es operar sobre cantidades de ese orden, a los que se añadiran 25 centímetros cúbicos de benzol y otros 25 centímetros cúbicos de $\text{KHO} \frac{N}{2} a$ en disolución alcohólica, preparada como ya se dijo al hablar de la acidez. El matraz Erlenmeyer se tapa con un corcho atravesado por un tubo de reflujo de 60 centímetros de longitud (fig. 29) y se calienta al baño-maría durante media hora, tiempo que en muchas ocasiones no es suficiente, en cuyo caso se prolonga más su permanencia en él. El fin de la saponificación que la patente cuando el líquido aparece claro. Hay casos que no basta calentar a baño maría y en ellos se debe poner el matraz durante dos o tres minutos a la tela.

Si calentado así, aún permanece turbio el contenido es señal de escasez de disolvente y entonces se añaden 10 centímetros cúbicos o más, si ello fuera preciso.

Debe tenerse la costumbre de dejar actuar el benzol sobre el aceite unos minutos antes de añadir la potasa, lo que facilita la operación.

Conseguida la completa saponificación se deja enfriar, neutralizándose el exceso de potasa con $\text{HCl} \frac{N}{2} a$.

Simultáneamente con esta operación se debe llevar otra en blanco con iguales cantidades de $\text{KOH} \frac{N}{2} a$ y benzol.

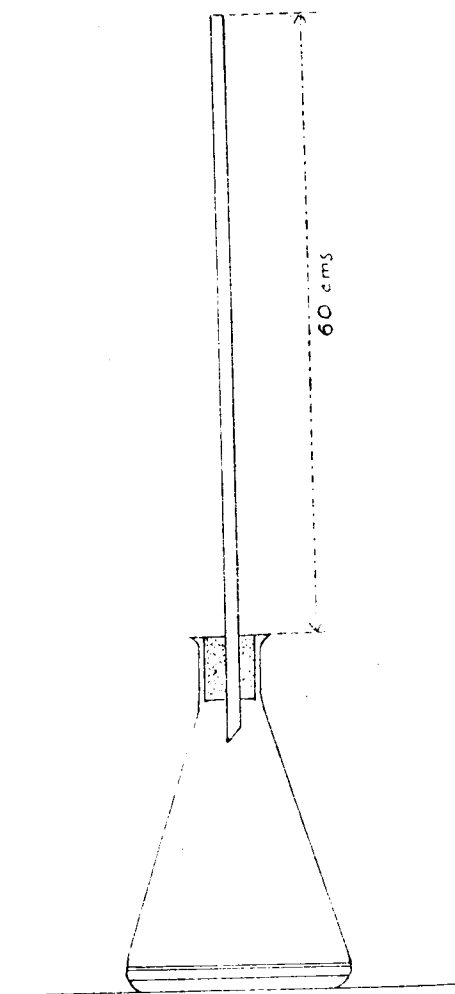


Figura 29.

La diferencia del número de centímetros cúbicos consumidos en ambas para neutralizar la potasa nos dará a conocer la que se ha gastado en saponificar los ácidos grasos. El

peso en miligramos de esa potasa dividido por el de gramos de aceite tratado será el índice de saponificación.

Al valorar el $\text{HCl } \frac{N}{2} a$ debe indicarse en la etiqueta del frasco que lo contenga qué miligramos de potasa pura satura un centímetro cúbico del ácido medio normal aproximado, por cuya cifra bastará multiplicar el número de centímetros cúbicos, diferencia de las dos operaciones, la del aceite y la en blanco.

Hay que tener presente que, en realidad, este valor hallado no es el índice de saponificación, toda vez que la $\text{KOH } \frac{N}{2} a$, añadida, no sólo habrá neutralizado los ácidos grasos, sino también los libres. El *índice de saponificación será, por tanto, el valor hallado disminuído en el índice de ácidos.*

Supongamos, por ejemplo, que hemos preparado dos gramos de aceite y empleado 25 centímetros cúbicos de $\text{KOH } \frac{N}{2} a$, que contengan 0,029217 gramos de KOH por un centímetro cúbico y que el $\text{HCl } \frac{N}{2} a$ equivale por cada centímetro cúbico a 0,89 de $\text{KOH } \frac{N}{2} a$.

Si hubiera consumido el ensayo en blanco 28,08 centímetros cúbicos de $\text{HCl } \frac{N}{10} a$ y 23,02 centímetros cúbicos de $\text{HCl } \frac{N}{2} a$, el del aceite

$$28,08 - 23,02 = 5,06 \text{ centímetros cúbicos de } \text{HCl } \frac{N}{2} a$$

será la diferencia, que expresado en potasa nos dará

$$5,06 \times 0,89 \times 0,029217 \text{ gramos} = 131,71 \text{ milímetros de KOH.}$$

Si el índice de ácido hallado fuera 3,50 el de saponificación resultaría

$$131,71 - 3,50 = 128,21.$$

W. Normann emplea en lugar de xilol la bencina (1). El punto de ebullición de una mezcla a partes iguales de agua y bencina es de 69 grados.

Método de Holde.—Cuando se trata de aceites viscosos que no son volátiles, como los aceites de engrase, se emplea el procedimiento de Holde.

En una pequeña cápsula de vidrio tarada se colocan 10 gramos del aceite a ensayar; si contuviese mucha agua no se toman más que cinco gramos mezclados con 10 o 15 gramos de un aceite bien deshidratado con cloruro cálcico. Se coloca la cápsula en un baño-maría con el agua bien hirviendo y se agita con una varilla de vidrio también tarada para romper las burbujas de vapor que se formen en la superficie del aceite. Cuando haya desaparecido toda la espuma se deja enfriar la cápsula, y la pérdida de peso que haya experimentado el sistema cápsula, aceites y varilla, disminuído de la que experimenta el aceite deshidratado en las mismas condiciones, nos da la ley en agua.

Holde hace observar que con los aceites de cilindros poco volátiles puede prescindirse del ensayo testigo.

Determinación del agua por centrifugación.—Este procedimiento tiene la ventaja de la rapidez y por ello es muy empleado en las fábricas de refinación de aceites cuando se trata de productos más ligeros que el agua.

La centrifugadora deberá poder llevar dos tubos de 100 centímetros cúbicos de capacidad y ha de dar 1.500 revoluciones por minuto.

Los tubos empleados tienen la forma indicada en la figura 30, que por el poco diámetro de su fondo permite apreciar pequeñas cantidades de agua. Así, en los tubos empleados en los Testing Methods descritos por T. G. Delbridge (2) y

(1) Chm. Ztg. 47.788 (1923).

(2) *A Handbook of the Petroleum Industrie*, por DAVID T. DAY. - Pág. 671.-1922.

representados en la figura antes citada, el espacio de cero a tres centímetros cúbicos está dividido en décimas de centímetros cúbicos; de tres a cinco centímetros cúbicos, en divisiones de cinco décimas; de 5 a 10 centímetros cúbicos en centímetros cúbicos, y de 10 a 25 centímetros cúbicos, en divisiones de cinco centímetros cúbicos.

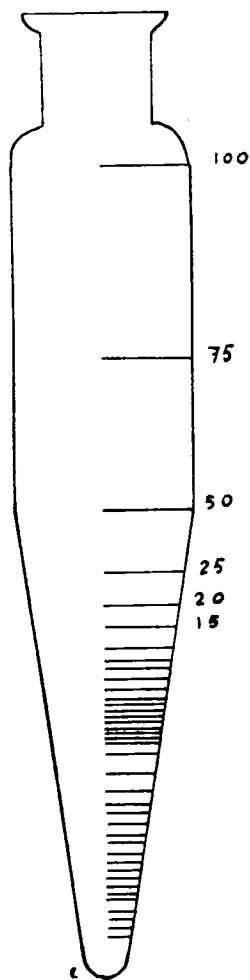


Figura 30.

Para efectuar la operación se colocan en cada uno de los tubos 50 centímetros cúbicos de bencina de 90 por 100 y 50 centímetros cúbicos del aceite que se ensaya, agitando bien la mezcla. Se introducen durante diez minutos en un baño de agua o aceite que se mantiene a 38 grados.

Colocados los tubos en la centrifugadora, se pone ésta en marcha a una velocidad de 1.400 a 1.500 revoluciones por minuto, conservándose a ésta durante diez minutos.

Esta operación se repite cambiando los tubos de posición tres o cuatro veces hasta que la lectura que nos da el agua más el sedimento, sea la misma.

La suma de las dos lecturas nos dará por ciento el valor del agua más el sedimento, que será preciso deducir para obtener el valor de la primera.

Es preferible el uso del bencina al del sulfuro de carbono, que es más caro y de uso más desagradable; además,

la densidad de la mezcla del sulfuro de carbono con las

esencias es próximamente la del agua y por consiguiente la separación es muy dificultosa.

SEDIMENTO.—SALES

Cuando se trata de aceites claros, a la vista puede apreciarse si tienen sedimento. Cuando se examinan productos oscuros esa apreciación no puede hacerse a simple vista.

Para la determinación cuantitativa del sedimento se tratan 10 gramos del aceite, previamente agitado y ligeramente calentado, con 100 centímetros cúbicos de bencina, dejando reposar el líquido durante diez horas. Para la determinación de las sales se recogerá el residuo acuoso si se hubiera depositado en una cápsula tarada.

El sedimento se filtra a través de un filtro tarado; se lava con bencina y después de seco a 105 grados se pesa el sedimento más las sales.

Se lava el filtro con agua, recogiendo el líquido en la cápsula tarada, y se vuelve a secar a 105 grados y a pesar. Este peso nos dará el sedimento.

La cápsula se evapora a sequedad y el aumento de peso nos dará las sales que contenía el aceite.

En el sedimento no estarán comprendidos los pequeños trozos de brea y asfalto que se habrán disuelto en la bencina.

DETERMINACION DE LAS CENIZAS

Esta determinación es de gran interés, pues suministra indicaciones de verdadero valor que dan idea de la calidad de los productos. Así, en los aceites de engrase es una indicación de su grado de refinamiento, acusa la presencia de jabones cuya existencia provoca emulsiones perjudiciales y en los cilindros de los motores depósitos muy nocivos. Sirve para discernir las breas de los asfaltos, pues éstos tienen bastantes cenizas, mientras las breas de petróleo casi están exentas de ellas.

En su determinación hay que proceder de distinta manera, según se trate de aceites muy volátiles o poco volátiles.

Para su determinación en los primeros, se introducen en una retorta 500 o 1.000 centímetros cúbicos del aceite, previamente filtrado, destilando hasta que no queden más que 30 centímetros cúbicos, y entonces se pasan a una cápsula de platino tarada, lavando la retorta con esencia exenta de cenizas. Se evapora y el residuo se calcina y pesa.

Para los aceites poco volátiles se introducen en una cápsula de platino tarada 25 gramos del aceite. La cápsula se calienta en una mufla eléctrica o también en un mechero con poca llama y colocando la cápsula sobre un cartón de amianto con un orificio para evitar que la llama prenda en los vapores del aceite. Cuando no queda más que un residuo carbonoso se incinera con llama fuerte. Para evitar las pérdidas que pudiera originar durante la calcinación la presencia en las cenizas de sales alcalinas, el residuo carbonoso se trata con agua caliente para disolverlas y se filtra, recogiendo el líquido que se añade al residuo de calcinar en la cápsula el filtro con el residuo carbonoso. Se evapora a sequedad y se calcina al rojo sombra y pesa.

Si hay dificultad en calcinar el carbón se humedece con unas gotas de nitrato amónico.

En el caso de que los aceites contengan agua en alguna cantidad y al calentarlos se produzca espuma, se quemarán con la ayuda de una mecha formada por un trozo de papel de filtro sin cenizas.

Cuando los aceites contienen breas, primeramente se calentarán sobre una placa de amianto y con poca llama, y cuando se hayan desprendido todos los vapores se coloca la cápsula tarada con los aceites sobre el triángulo de platino y se incinera hasta que no queden partículas de carbón.



CARBONO FIJO

Esta determinación es de gran interés para los aceites de motores. Son numerosos los procedimientos empleados y entre ellos describiremos los principales.

Procedimiento de Muck.—Se calienta, en un mechero Bunsen, un gramo del aceite colocado dentro de un crisol de platino tarado de unos tres centímetros de altura y con tapa que adapte perfectamente, hasta que no se desprendan gases por las junturas de la tapa. Después de frío el crisol se pesa y la diferencia de peso nos da el carbono fijo.

Procedimiento de Bochum.—Este procedimiento es una modificación del anterior y en él se emplea un crisol de 22 milímetros de diámetro inferior y de 35 milímetros de diámetro superior, con una tapadera que en su centro lleva un orificio de dos milímetros de diámetro.

Se calienta el crisol tapado y con un gramo de aceite en un mechero con una llama de 10 centímetros de alta y de manera que el crisol se encuentre envuelto por la zona superior oxidante de la llama. Se continúa la operación hasta que cese de producirse una pequeña llama en el orificio de la tapa. Siguiendo este procedimiento se obtienen resultados muy concordantes, aunque inferiores en un 2 ó 3 por 100 a los obtenidos por el método de Muck.

Método de Finkener.—Este procedimiento da también resultados comparables, pero más elevados que los obtenidos por los métodos anteriores.

La determinación se hace en un crisol de porcelana de Rose, de unos 40 centímetros cúbicos de capacidad y conteniendo dos gramos de aceite. Durante diez minutos se hace pasar una corriente de hidrógeno para eliminar el

aire contenido en el crisol y entonces se empieza calentando durante unos diez minutos con poca llama, que se va aumentando poco a poco, mientras se calientan los costados del crisol para quemar el depósito que pudieran haber formado las materias volátiles en esta parte del recipiente.

Cuando ha desaparecido la llama amarilla de los vapores de la destilación se calienta fuertemente el crisol durante diez minutos, empleando un mechero de tres bocas. Se deja enfriar el crisol mientras pasa la corriente de hidrógeno y se pesa.

Método de Conradson.—Este método, que hemos empleado con muy buen resultado, ha sido adoptado por la American Society for Testing Materials (1).

El aparato que ha de emplearse para la determinación se compone de los elementos siguientes:

a) Crisol de porcelana muy bien vidriado y de boca ancha. Su capacidad es de 25 centímetros cúbicos, su diámetro de 46 milímetros.

b) Crisol de hierro de 45 centímetros cúbicos de capacidad, 65 milímetros de diámetro y 38 de altura.

Este crisol está provisto de tapa, en la cual hay un pequeño orificio.

c) Crisol de hierro con tapa de unos 180 centímetros cúbicos de capacidad, 80 milímetros de diámetro y 58 a 60 milímetros de alto. En el fondo de este crisol se coloca una capa de arena de unos 10 milímetros, de manera que la tapa del crisol *b* esté lo más próxima posible de la del crisol exterior *c*.

Este crisol va sobre un triángulo de tierra de pipa de tal modo que la llama lo rodee perfectamente bien. Sobre este triángulo va también un bloque de amianto *f* de 32 a 38 milímetros de alto, con un orificio central en el cual

(1) A. S. T. M. Standards, 1918, pág. 620.

entra el crisol y cuyo diámetro en la parte inferior es de 83 milímetros y el superior de 109 milímetros. Sobre este bloque se coloca la caperuza de chapa *e* provista de una chimenea de unos 60 milímetros de alta y aproximadamente el mismo diámetro. El objeto de esta caperuza es la uniforme repartición del calor.

Para efectuar la determinación se pesan en el crisol de porcelana 10 gramos del aceite y se introduce aquél en el de hierro *b* y éste a su vez en el grande *c*, como muestra la figura 31, y de manera que estén bien centrados. El conjunto se coloca en el triángulo y dentro del bloque de amianto, colocando la caperuza para que durante la operación se reparta el calor uniformemente. Se enciende el mechero con la llama bastante larga para que rodee bien al crisol exterior hasta que los vapores del aceite empiecen a arder por encima de éste. La llama de estos vapores no debe tener una longitud superior a 50 milímetros por encima de la chimenea, para lo cual conviene vigilar cuidadosamente la llama del mechero. Una vez que hayan cesado los vapores se aumenta la intensidad de la llama hasta que la parte inferior del crisol exterior se ponga al rojo, manteniendo esta temperatura durante cinco minutos. Se apaga el mechero, y cuando el aparato se haya enfriado algo se saca el crisol de porcelana al secador y una vez frío se pesa.

La operación dura aproximadamente media hora, dependiendo de los aceites que se estudian, pues desde luego es más breve cuando se trata de un aceite ligero de bajo punto de inflamación que cuando se opera sobre un aceite viscoso y de punto de inflamación muy elevado.

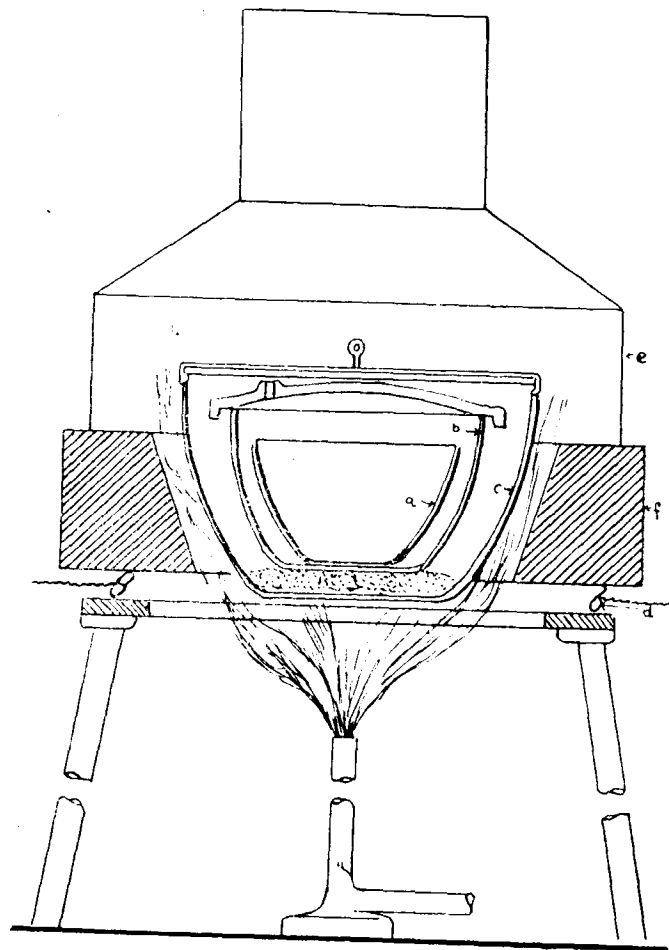


Figura 31.

A Z U F R E

La investigación del azufre en los aceites es de sumo interés. Los petróleos brutos lo contienen bajo distintas formas: como hidrógeno sulfurado, sulfuros, sulfoéteres, etcétera, y en algunas ocasiones como azufre libre. Su cantidad y la manera de estar combinado tiene extraordinaria importancia en el tratamiento a que ha de someterse el petróleo bruto para su refinación.

La ley en azufre de los petróleos brutos es muy variable, como puede observarse en el siguiente cuadro tomado de la obra del Dr. Holde:

| ORIGEN | Azufre. Por 100. | ORIGEN | Azufre. Por 100. |
|------------------|---------------------|--------------|---------------------|
| Alsacia | 0,34 -0,67 | Texas..... | 1,75 -2,6 |
| Pechelbrom.... | 0,134-0,138 (1) | Alaska..... | 0,098-0,16 |
| Hanovre (Peine) | 0,077-0,085 | Canadá | 0,92 -0,99 |
| Pensilvania | 0,034-0,553 | Bakou..... | 0,064-0,29 |
| Ohio | 0,5 -1 | Italia | 0,59 -2 |
| California..... | 0,6 -1 | Japón | Hasta 0,83 |
| Méjico | Hasta 5 | | |

El tratamiento Frash, por el cual se destilan los aceites brutos mezclados con óxido de cobre finamente pulverizado que retiene el azufre formando sulfuro de cobre, produce aceites lampantes que pueden tener cantidades de azufre cuya combustión origina olores poco agradables por la formación de anhídrido sulfuroso. Por otra parte, el azufre que no está en combinación sulfúrica no tiene acción sobre el poder luminoso del petróleo.

Los ácidos sulfoconjugados producen una carboniza-

(1) Estas leyes en azufre son muy bajas. El Laboratorio D. E. A. ha encontrado con la bomba Mahler en el petróleo bruto ligero de Wietze 0,6 por 100 y en el pesado 1,24 por 100.

ción de la mecha que origina la disminución del poder luminoso del aceite.

Igualmente en los aceites para motores y para calefacción es un dato de gran importancia el referente a la ley en azufre.

Varios son los procedimientos que se pueden seguir, a los cuales pasaremos reseña, deteniéndonos en los que hemos practicado con más éxito.

Procedimiento de la bomba Mahler.—Se puede aprovechar la operación de la determinación de la potencia calorífica para la investigación del azufre. Se pesa medio gramo del aceite impregnando una cantidad conocida de algodón (en el que previamente se ha investigado el azufre) en la capsulita de platino de la bomba. Se llena de oxígeno comprimido a 10 atmósferas para la esencia, a 15 para los petróleos lampantes, a 18 para los *gas oil*, a 20 para los aceites de engrase y a 25 para las breas y coques de alquitrán. Efectuada la combustión se hacen pasar los gases a través de una disolución de carbonato de sosa al 8 por 100. A esta disolución se añade el producto de lavar la bomba con agua destilada. Se evapora el líquido hasta hacer un volumen de 100 centímetros cúbicos y se filtra; se acidula con ácido clorhídrico y se precipita el ácido sulfúrico formado durante la combustión con cloruro bórico.

Este procedimiento tiene el inconveniente de que como el vapor de ácido sulfúrico a temperaturas elevadas y a presión considerable es muy corrosivo, el esmalte interior de la bomba acaba por deteriorarse, y una vez agrietado el sulfúrico ataca la parte metálica de la bomba, originando sales que dificultan la determinación del azufre.

Método de Rothe.—Este método, que se emplea cuando se estudian aceites pesados, consiste en destruir la materia orgánica con el ácido nítrico, oxidando el aceite. La operación se efectúa tratando cuatro gramos de aceite en un

ción que está formado por los tubos H y D; en el H se introducen unos 10 centímetros cúbicos de una disolución de carbonato de sosa (3.306 gramos de CO_2 , Na, en litro) y en el D pequeños trozos de vidrio, que aumentan el recorrido de los gases y la superficie de contacto con objeto de que se fije completamente el sulfúrico formado.

La absorción de los gases se efectúa por el tubo E ha-

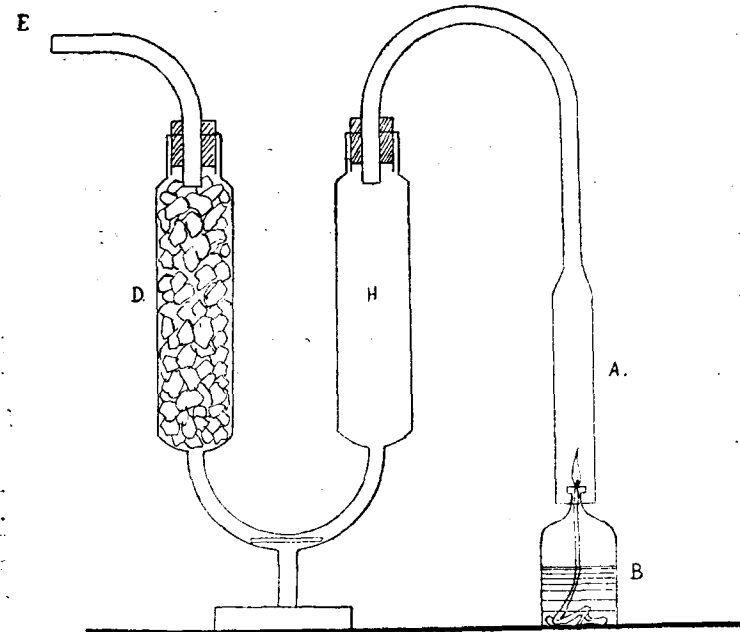


Figura 33.

ciendo la depresión conveniente para que el aceite arda tranquilamente. Terminada la operación se titula la disolución de carbonato de sosa con otra de ácido clorhídrico que contenga 2,275 de HCl en litro; un centímetro cúbico de esta disolución corresponderá a un centímetro cúbico de la de carbonato de sodio, que fijará una cantidad de sulfúrico que contendrá 0,001 gramos de azufre. La cantidad de aceite estará dada por la diferencia de peso de la lámpara antes y después de efectuada la combustión.

Es conveniente hacer un ensayo en blanco en las mismas condiciones y con alcohol exento de azufre para hacer las correcciones convenientes.

Según Conradsen (1), estos métodos adolecen del defecto de que cuando se estudian petróleos mal refinados los ácidos sulfonjugados pueden, si no se quema todo el aceite, escapar al dosado, por lo cual dicho autor recomienda que se queme completamente una cantidad más considerable de aceite, analizando también la mecha después de la combustión.

Procedimiento de Hempel-Graefe.—En este procedimiento, perfeccionado por Marcusson para los alfaltos y breas, se verifica la combustión en atmósfera de oxígeno y se absorbe el anhídrido sulfúrico formado con una lejía de sosa.

El aceite en cantidad de medio gramo se quema en el recipiente de platino representado en la figura 34 y que está agujereado en su parte lateral, teniendo los orificios 0,5 milímetros de diámetro. El aceite se pesa impregnando un trozo de algodón, que se espolvorea con nitrato de potasa finamente pulverizado; se recubre con un poco de algodón. El frasco representado en la figura 34, de una capacidad de siete litros, se llena de oxígeno y se añaden 100 centímetros cúbicos de una disolución de sosa al 10 por 100, tapándole con un tapón de corcho. El frasco tiene otro tapón de cristal con un hilo de platino, en el cual se adapta el quemador, disponiendo una mecha que por la parte superior llega al tapón y por la inferior se introduce en el algodón del quemador. Se quita el tapón de corcho y con rapidez se coloca el de vidrio, después de haber prendido la mecha. El frasco es conveniente protegerlo con una tela metálica por si se originase explosión fuerte. Se agita procurando que la di-

(1) *Matières grasses*, 1931, núm. 59.

solución bañe bien las paredes del frasco, y después de una hora de reposo se hace pasar todo el líquido a un vaso de precipitados, lavando muy bien el frasco. Se añaden tres o cuatro centímetros cúbicos de agua de bromo y después de acidificado el líquido con ácido clorhídrico se hierve, filtra y precipita el azufre con cloruro bórico.

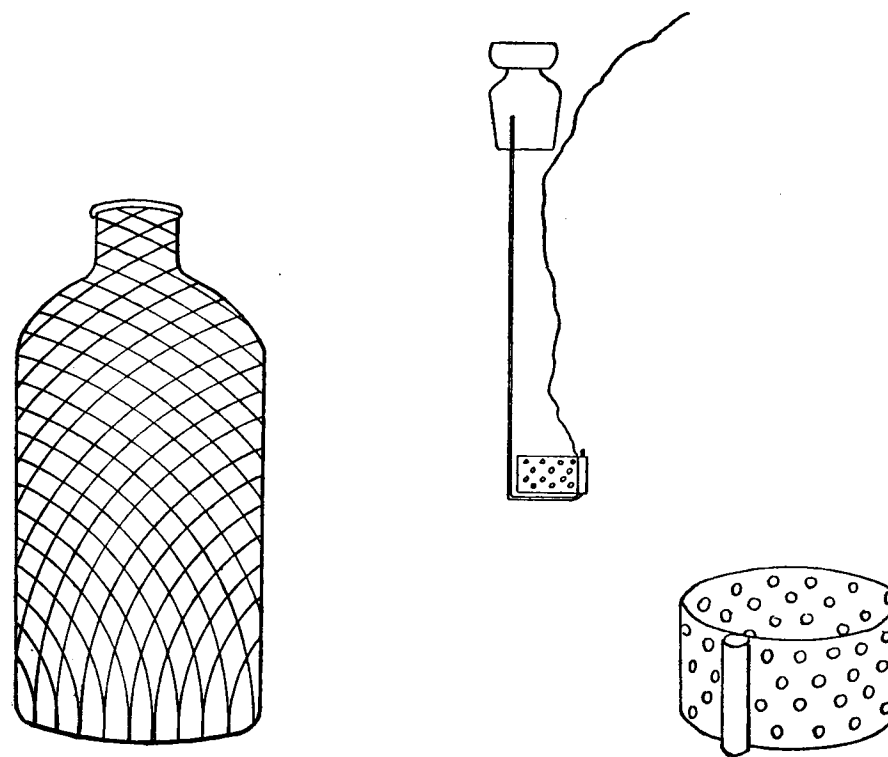


Figura 34.

Como el algodón y los reactivos empleados contienen algo de azufre, es necesario verificar un ensayo en blanco para hacer el consiguiente descuento.

La manipulación que hay que efectuar para llenar el frasco de oxígeno es embarazosa y por otro lado el calor de la combustión puede producir la evaporación de parte

del aceite que al mezclarse con el oxígeno forma una mezcla explosiva; de ahí la recomendación de proteger el frasco con una tela metálica. Además, por muy rápida que se haga la maniobra de encendido, puede haber pérdida de gases.

Procedimiento Hauser (1).—En los métodos que hemos descrito, excepto en el de la bomba Mahler y en el Hempel-Graefe, la combustión del aceite se verifica en vaso abierto, lo que puede originar pérdida de gases y por consiguiente valores de azufre por defecto. La bomba tiene el inconveniente de que a causa de lo corrosivo de los vapores de ácido sulfúrico a alta temperatura, el esmalte se deteriora con facilidad, atacándose la parte metálica de ella con la consiguiente producción de sales que entorpecen la precipitación del azufre. Por otra parte, en los aparatos análogos al de Hempel-Graefe, aparte de lo molesto de la manipulación, la combustión del aceite puede no ser completa debido a la evaporación de éste producida por el elevado calor de la combustión. Estos inconvenientes, someramente enumerados, se evitan con el aparato de Hauser, que se llena de oxígeno con fácil manipulación y en el cual, merced a un quemador ingeniosamente ideado, queda garantizada la completa combustión del aceite.

El aparato que está representado en la figura 35 consiste en un frasco de boca ancha de unos 12 litros de capacidad. La boca, de unos 90 milímetros de diámetro, lleva un collar de hierro con unas roscas de mariposa para sujetar la tapa, que también es de hierro y está forrada en su cara interior con una chapa de oro fino. Esta tapa tiene cuatro orificios: dos por los que entran los soportes del alambre que ha de ponerse incandescente y que sirven de termina-

(1) E. HAUSER.—Aparato para la determinación del azufre en los aceites, por combustión en vasija cerrada a la presión ordinaria.—Revistas Real Acad. Ciencias Exac., Fis. y Nat.

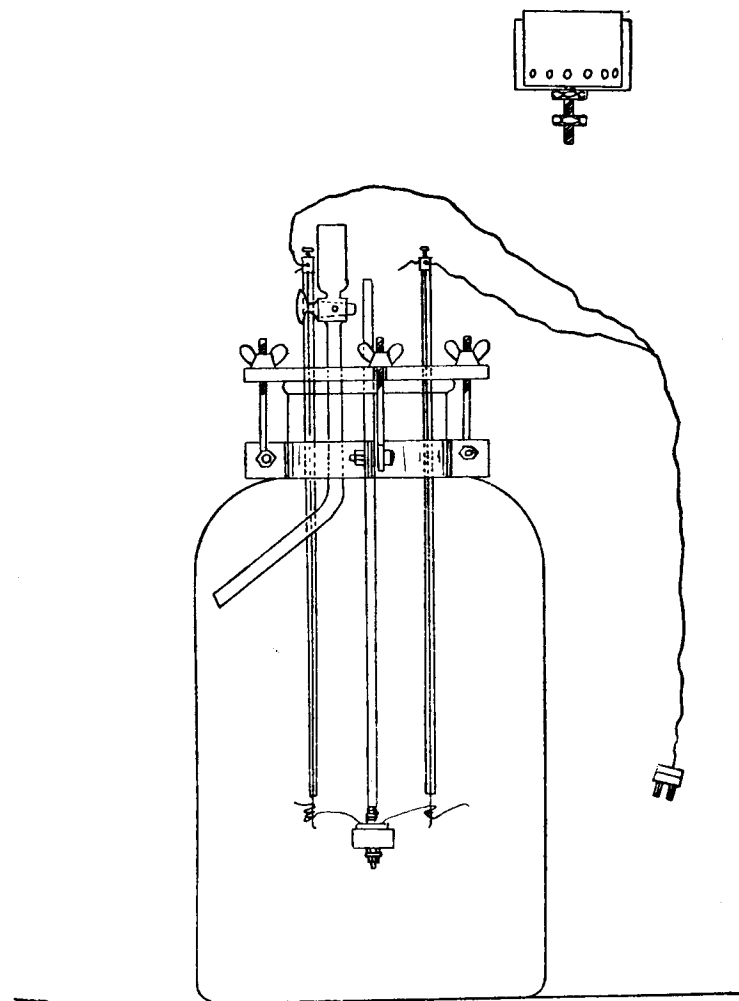


Figura 35.

les; están constituidos por tubos de vidrio de una longitud igual a los $\frac{3}{4}$ de la altura del frasco, cerrados en su parte inferior y soldados a un alambre grueso de platino que la atraviesa y en los cuales se pone un poco de mercurio destinado a conducir la corriente desde el exterior por medio de alambres de hierro unidos a los terminales. Otro orificio está atravesado por un tubo de cristal algo más largo que los anteriores que al mismo tiempo que sirve de soporte al quemador, se utiliza como purgador del aparato, para cuyo objeto lleva en su extremo superior un tubo de goma cerrado con una pinza. El cuarto orificio deja pasar un embudo cilíndrico con llave y cuyo vástago está ligeramente curvado al objeto de que al introducir líquido no caiga sobre el quemador. Esta es la tapa que pudiéramos llamar de trabajo, pero el aparato lleva otra análoga con dos orificios y que se emplea para llenar el frasco de oxígeno.

Esta tapa tiene, como hemos dicho, dos orificios: por uno de ellos pasa un tubo que da entrada al oxígeno y por el otro un sifón, una de cuyas ramas llega al fondo del frasco y que sirve para dar salida al agua de que se llena éste.

Uno de los órganos más importantes y mejor estudiado del aparato es el quemador (figura 35), que está formado por dos recipientes de platino colocados uno dentro del otro y sujetos entre sí por un tornillo del mismo metal que atravesando el fondo de los dos recipientes, los une entre sí por medio de una tuerca. Otra que lleva el mismo tornillo sirve para sujetarlo al soporte, constituido por un alambre de oro. El recipiente interior lleva en su pared cilíndrica y próximo al fondo 8 ó 10 orificios de un milímetro de diámetro. El del recipiente interior es de 20 milímetros y el del exterior de 25 milímetros, quedando entre los dos un espacio anular de 2,5 milímetros de ancho; la altura es de 16 milímetros en el interior y un poco más alto el exterior.

El aceite se coloca en el quemador impregnando varias capas de algodón hidrófilo (la última es de algodón sin im-

pregnar) previamente pesado y la cantidad de aceite (alrededor de 0,700 gramos) se deduce del aumento de peso del quemador y el algodón o por diferencia de peso del cuenta-gotas que contenga el aceite.

La combustión del aceite se verifica por la incandescencia (mediante la corriente eléctrica) de un alambre de níquel colocado en los extremos de los terminales y que toca el algodón del quemador. Parte del aceite destila y sale por los orificios del recipiente interior al espacio anular, y al llegar al borde superior se quema al contacto de la llama, observándose una pequeña explosión.

Una vez descrito el aparato vamos a dar idea de su manejo.

Lleno el frasco de agua destilada se le pone la tapa con dos orificios, colocando el sifón e inyectando el oxígeno que va expulsando el agua. Se cierra con una pinza la goma del oxígeno y se quita el sifón, poniendo rápidamente un tapón de goma en el agujero correspondiente. Se tiene pesado el aceite y dispuesta la tapa de trabajo y rápidamente se coloca en el lugar de la otra apretando las tuercas convenientemente.

Para subsanar la dilución del oxígeno y comprobar que no hay fugas se pone en el embudo cilíndrico un tapón de goma con dos orificios; en uno lleva un tubo que se conecta con el de oxígeno y en el otro uno acodado con mercurio que nos sirve de manómetro. Se abre la llave del embudo y el distensor del tubo de oxígeno hasta que se produce un desnivel de unos cinco centímetros en las ramas del manómetro. Se cierra la llave y el distensor y se observa si se perciben fugas o si baja la columna de mercurio. En caso negativo se abre la pinza del soporte del quemador para dar salida al exceso de oxígeno. Repitiendo la operación se tiene la seguridad de que se purifica el oxígeno del poco aire que hubiera podido entrar en el cambio de las tapas.

Se coloca el frasco en un recipiente de agua que le llegue

hasta el final de la parte cilíndrica y se sujeta a aquél con unas correas. Entonces se procede a la combustión que, como hemos dicho, se origina por la incandescencia del alambre de níquel. Esta incandescencia se produce empleando cuatro acumuladores o mejor con un interruptor con la resistencia apropiada. A consecuencia de la combustión se produce en el frasco una pequeña depresión que se aprovecha, transcurridos unos minutos, para introducir por el embudo 100 centímetros cúbicos de una disolución al 0,5 por 100 de peróxido de sodio recientemente preparada. Se saca el frasco del agua y se bañan sus paredes con la disolución contenida en él para recoger los vapores y el ácido sulfúrico que se haya depositado en las paredes. En estas condiciones se deja el frasco por espacio de unas cuatro horas, al cabo de las cuales se destapa y se recoge el líquido que contiene y las aguas de lavado de todo el aparato en una cápsula y se añaden unas gotas de agua de bromo; se acidifica con clorhídrico y se lleva el líquido a sequedad. Se acidifica nuevamente, se diluye y filtra y en el líquido se precipita el ácido sulfúrico con el cloruro bórico.

Del resultado hay que descontar el azufre que suele contener el algodón.

Cuando se trata de aceites muy volátiles es conveniente mezclarlos con otros más fijos, de azufre conocido, obteniéndose excelentes resultados.

Con el procedimiento descrito hemos hecho el siguiente balance del azufre de los productos de la destilación de una hulla:

HULLA PROCEDENTE DE LA UNIÓN SANTO FIRME (OVIEDO)

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|
| Azufre de semicoque..... | 1,85 en 100; en 76,06 — 1,407 — 93,81 por 100 |
| Idem en las aguas..... | 0,07 ; en 8,20 — 0,000 ; 0,39 |
| Idem en los aceites que destilan hasta 150 grados..... | 0,46 ; en 2,00 — 0,009 — 0,62 |
| Idem de los aceites que destilan entre 150 y 300 grados. | 0,39 ; en 4,02 — 0,006 — 1,05 |
| Idem de los aceites que destilan en el vacío hasta 370 grados..... | 0,51 ; en 1,16 — 0,006 — 0,39 |
| Idem que destilan a alta temperatura y recogidos en la tapa de la retorta..... | 0,25 ; en 0,53 — 0,001 — 0,09 |
| Idem del coque de alquitrán..... | 2,00 ; en 0,21 — 0,004 — 0,28 |
| Idem de los gases..... | 0,75 ; en 4,59 — 0,037 — 2,44 |
| Azufre de los productos de la destilación..... | 97,13 1,486 99,07 |

Azufre del carbón, 1,50 en 100 gramos.

Resumiendo las ventajas de este procedimiento, que podríamos considerar como patrón, podemos decir que en él la combustión es perfecta, así como la oxidación de los gases producidos en ella; no hay temor a la pérdida de estos gases y, finalmente, la manipulación, contrariamente a lo dicho por algún autor, es fácil y sencilla, puede ser efectuada por una sola persona y no requiere el montaje de aparatos complicados que, además de este inconveniente, tienen el de las pérdidas que se originan en las numerosas uniones.

DETERMINACIÓN DEL CLORO

Un buen procedimiento para la determinación del cloro es el de Pringsheim, que consiste en mezclar en un crisol de acero la substancia que se ensaya con veinte veces su peso de una mezcla de peróxido de sodio con un poco de azúcar de caña. La tapa del crisol tiene un orificio por el cual se introduce alambre de platino al rojo que provoca la combustión de la materia orgánica y la combinación del cloro con el sodio sin que se volatilicen substancias cloradas. La masa fundida se trata con agua y en la disolución se determina el cloro, después de acidificación ligera con ácido nítrico, con el nitrato de plata.

Los americanos emplean el procedimiento siguiente, que también da buenos resultados:

Se mezclan en una cápsula de platino 25 gramos de aceite con 10 gramos de cal que no contenga cloro, se calienta en el baño de arena hasta carbonización y el residuo se trata con agua, determinándose el cloro en la disolución, después de filtrada y acidificada con nítrico, con nitrato de plata.

Nitrógeno.—El nitrógeno se determina transformándolo en amoníaco, según el procedimiento de Kjeldahl.

COLA Y OTRAS SUBSTANCIAS SOLUBLES EN AGUA

Procedente de los toneles mal encolados, puede encontrarse en los aceites una pequeña cantidad de cola. En los aceites de engrase de cilindros la presencia de sales alcalinas es perjudicial, pues con el vapor de agua se forman emulsiones, y el aceite, en lugar de lubricar, es arrastrado por el agua de condensación. Estas sales alcalinas pueden proceder de un refinado defectuoso.

Para investigar estas impurezas se pesan 100 gramos del aceite y se agitan en un Erlenmeyer con 100 centímetros cúbicos de agua hirviente. Se separan en dos capas el aceite y el agua y se toman, después de filtrada, 50 centímetros cúbicos de ésta, que disuelve la cola, así como los jabones alcalinos y la parte correspondiente de sales que pudiera contener el aceite. Se recogen en una cápsula de vidrio tarada y se evaporan al baño-maría, y si el aspecto del residuo hace sospechar la presencia de la cola se tratará tres o cuatro veces con cinco o siete centímetros cúbicos de alcohol absoluto y caliente que disuelve los jabones y deja la cola insoluble y en condiciones de ser pesada. Para comprobar que se trata de cola se disuelve en dos centímetros cúbicos de agua caliente y la solución se trata con una concentrada de tanino, formándose un precipitado blanco amarillento o una turbidez, si efectivamente existe la cola. Las sales se investigarán en el extracto acuoso por los procedimientos corrientes.

ANÁLISIS ELEMENTAL DE LOS ACEITES

El análisis elemental siempre ofrece algunas dificultades que se ven aumentadas cuando se trata de aceites en ocasiones muy volátiles y de no fácil manejo.

En esencia se sigue para estos análisis el procedimiento descrito en la mayoría de las obras de Química; pero se

pueden introducir modificaciones que, sin afectar a la parte fundamental del procedimiento, permiten obtener resultados más satisfactorios.

De *El estudio sobre la destilación a baja temperatura de algunos carbones asturianos* (1) tomamos estas innovaciones y la descripción del procedimiento que hemos adaptado a los aceites con las convenientes modificaciones.

Los procedimientos descritos generalmente tienen el inconveniente de que el agua se fija en el extremo del tubo de combustión en su unión con el tapón de goma que le pone en comunicación con los tubos de cloruro de calcio; para desalojar esta humedad es necesario calentar el tubo precisamente en su unión con el tapón de caucho, que es donde más agua se deposita, y este calentamiento origina la descomposición de la goma, falseando los resultados y perjudicando el ajuste del tapón. Se ha salvado este inconveniente merced a una cúpula de cristal, que luego describiremos, y a un arrollamiento de alambre de plata, colocado en el extremo del tubo de combustión.

Otro inconveniente, ya apuntado, nace del empleo de los tapones de caucho; ha sido corregido substituyéndolo por otro metálico, refrigerado con agua.

En general, en las obras de Química, al describir el procedimiento, solamente se aconseja emplear un tubo de cloruro cálcico para retener la humedad; en numerosas determinaciones hemos comprobado que no es suficiente, como tampoco lo es, para retener el anhídrido carbónico, el empleo solamente de un tubo de bolas con potasa.

Los inconvenientes apuntados justifican la descripción del procedimiento seguido, perfeccionado como consecuencia de muchos años de trabajo y de numerosas determinaciones hechas por químicos tan eminentes como el

(1) C. LÓPEZ SÁNCHEZ AVECILLA y L. MENÉNDEZ Y PUGET.—Publicaciones de la Dirección general de Minas y Combustibles. 1930.

Sr. Hauser, iniciador de la mayoría de las modificaciones introducidas en el sistema.

La calefacción se consigue con cuatro hornos eléctricos Hauser, cuyos detalles de regulación no se mencionan por estar reducidos a resistencias debidamente establecidas.

Los cuatro hornos pueden desplazarse sobre carriles por medio de las ruedecillas indicadas, y los espacios de tubo comprendidos entre cada dos hornos van recubiertos con cordón de amianto para evitar enfriamientos. Con esta disposición se consigue, una vez montado todo el sistema, ajustar la situación de cada horno al sitio fijo del tubo en que debe de actuar.

En la figura 36 va indicada la disposición del montaje desde la toma de aire hasta el final del tubo de combustión; consta de los siguientes elementos: Un matraz *a* con una solución de potasa para retener el CO_2 del aire atmosférico; una torre *b*, que en su parte inferior contiene trozos de KOH, y en la superior, y descansando sobre una parrilla de porcelana, Cl_2 Ca granulado, debidamente desecado.

Sigue otra torre análoga a la anterior, de mayor tamaño, que en su depósito bajo lleva SO_4 H_2 , y en la parte superior, y sobre una placa agujereada de porcelana, Cl_2 Ca; a continuación va el elemento *d*, que también contiene cloruro cálcico en sus dos ramas.

Como se ve, con esta disposición se asegura la completa ausencia de humedad, debida al aire, en el tubo de combustión.

El tubo derecho del elemento *d* comunica con el de combustión, atravesando un tapón metálico que vamos a describir, insistiendo en las ventajas de su empleo.

Era costumbre, como ya hemos indicado, cerrar los tubos de combustión con tapones de caucho; pero es indudable que éstos, durante la operación, llegaban a temperaturas lo suficientemente altas para introducir en el tubo elementos de su composición que podían alterar los resul-

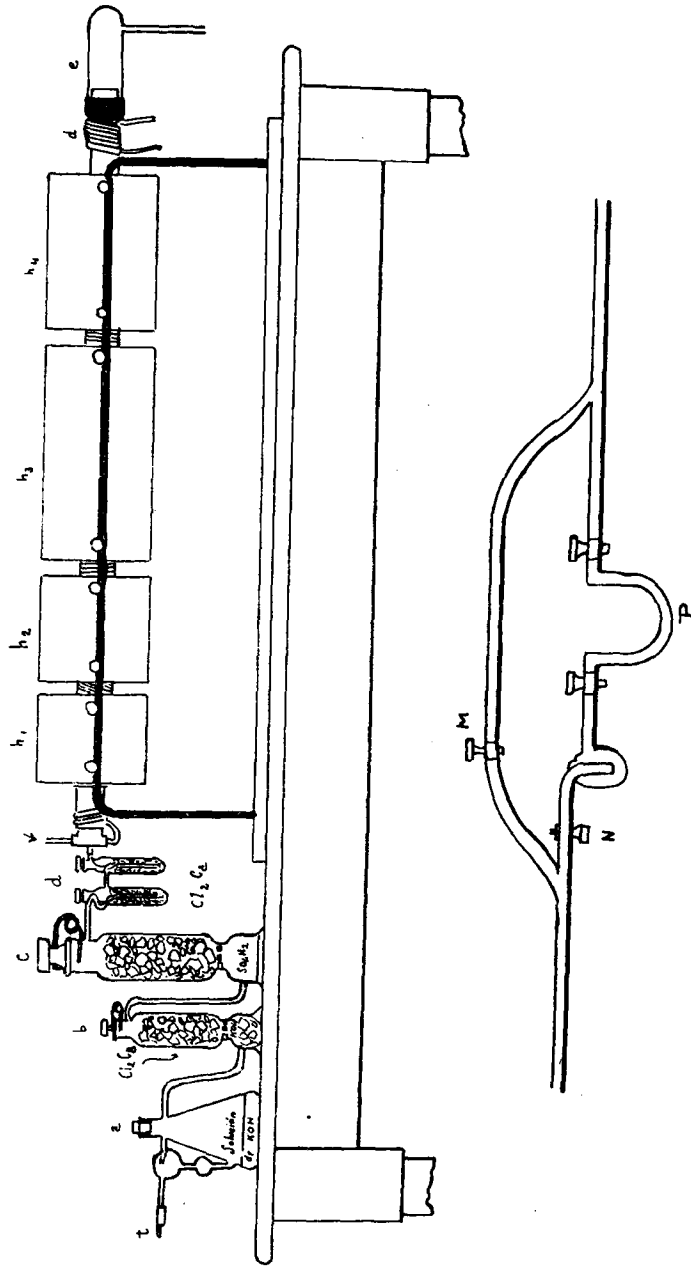


Figura 36.

tados, a más de ocasionar el desajuste por sus contracciones.

Para evitar estos inconvenientes se dispuso el cierre metálico hidráulico que se representa en la figura 37.

El tubo *a* recibe el agua que, circulando por él, va a bañar la cara interior, llena el tapón y, en el sentido de las flechas, recorre dos vueltas arrolladas al tubo de combustión y sale por *b* al desagüe.

El ajuste interior del tapón con el tubo de combustión

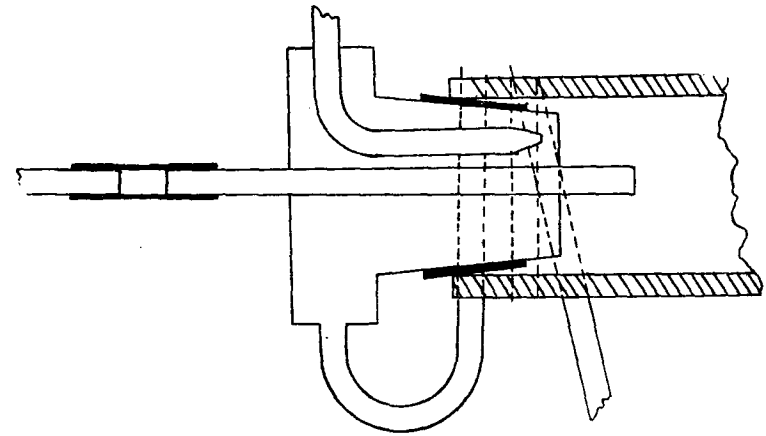


Figura 37.

se consigue por medio de un tubo delgado, de goma cruda, que se conserva fría por la circulación del agua en el interior del tapón metálico. Exteriormente también se emplea un trozo de la misma goma para la unión del tapón y el tubo de combustión. Estas gomas no sufren la menor alteración, como lo prueba el hecho de que se efectúan infinidad de combustiones sin que sea preciso renovarlas. También se ha verificado este extremo efectuando ensayos en blanco.

El otro extremo del tubo de combustión lleva uno de vidrio *e* de forma especial (fig. 36), en el que se condensa la humedad. Este tubo es de diámetro un poco superior al

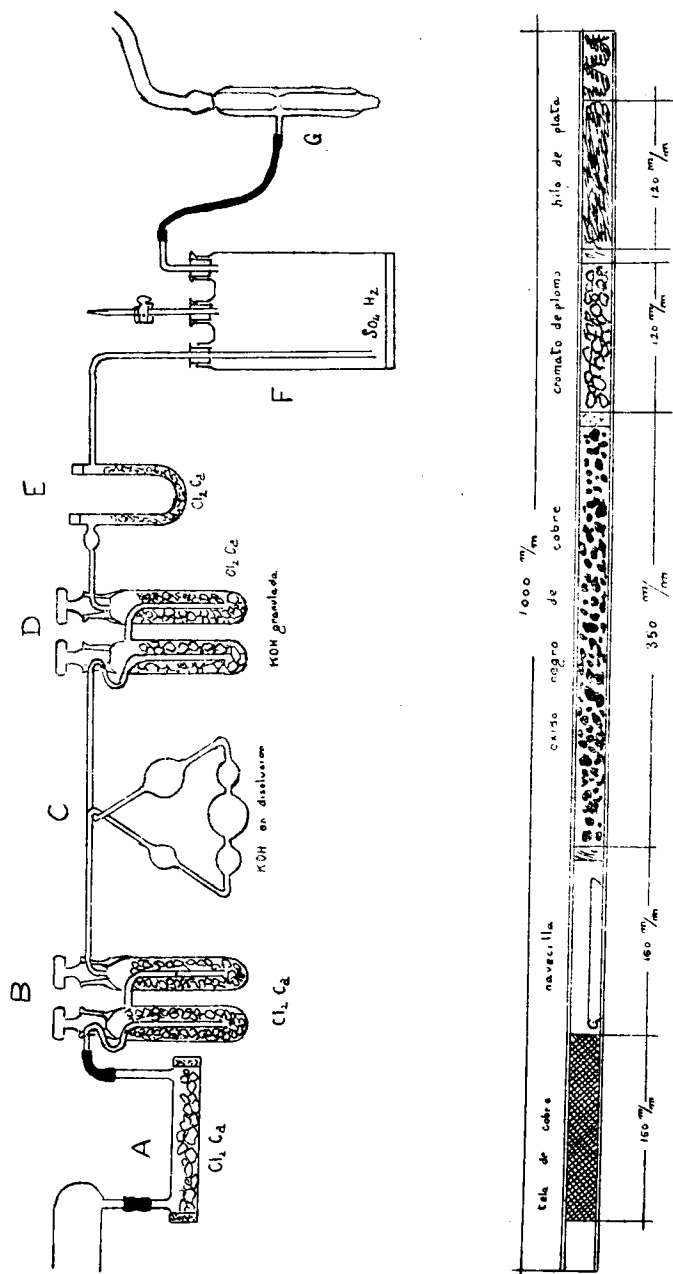


Figura 38.

de combustión, y, lo mismo que el tapón metálico, se adapta a aquél por medio de dos tubos de goma cruda, uno interior y otro exterior. En la parte del tubo de combustión, que sale del último cuerpo del horno, se arrolla una resistencia eléctrica (fig. 36) que mantiene el tubo de combustión a una temperatura conveniente para que la condensación se produzca solamente en la cúpula de cristal. Para ayudar al efecto de la resistencia, el tubo de combustión lleva en este extremo e interiormente un arrollamiento de alambre de plata que sostiene una temperatura suficientemente elevada para evitar la condensación en esta parte del tubo.

La cúpula de vidrio tiene un tubito vertical, a partir del cual se montan los elementos para retener el H_2O y el CO_2 y el aparato de vacío, como se indica en la figura 38.

Primeramente se coloca el tubo A con Cl_2 , Ca calcinado, lo que contiene también el B, ambos para retener el agua; sigue el Liebig C, que se carga con disolución de KOH, colocándose a continuación D, que lleva KOH granulada en el tubo izquierdo y Cl_2 , Ca en el derecho, montándose por último el testigo E, que es un tubo en U, también con Cl_2 , Ca.

Con el fin de regular la marcha del vacío o comunicar con la atmósfera, si es preciso, va el frasco de tres bocas F, que lleva en la central un tubo afilado provisto de una llave. Este frasco contiene en una altura de dos centímetros SO_2 , H_2 , para que el aire sea seco y no pueda absorber humedad el testigo E, si por cualquier razón se invierte la corriente.

La boca derecha del frasco F comunica con la trompa de vacío, que se regula según la mayor o menor cantidad de agua que por ella circula.

El tubo de aluminita, que da mejor resultado que los de cuarzo, tiene un metro de longitud y un diámetro interior de 30 milímetros.

En la figura 38 se detalla la carga del tubo y las longitudes del mismo destinadas a la tela y óxido de cobre, que actúa como oxidante del carbono e hidrógeno; a las navetas; al cromato de plomo, que retiene el SO_3 ; a la plata hilada, y en el último trozo al alambre de plata arrollado en espiral que, merced a su buena conductibilidad, conserva elevada la temperatura en esta parte del tubo, impidiendo que se condense en ella el vapor de agua.

Cuando se trata de un aceite muy volátil, entre el tubo *d* y el de combustión se coloca el pequeño tubo P (fig. 36), en el cual se ponen 0,500 gramos del aceite cuyo análisis se efectúa. La derivación de cristal en que está colocado dicho tubo es capilar, al objeto de que la corriente de aire no sea muy intensa. Con la llave N, que le aísla de la corriente general, puede regularse la velocidad de aquélla. Con la M se regula la corriente general.

Conviene cerciorarse de que en el aparato no hay fugas, para lo cual se desconecta del de aspiración el tubo de goma del frasco F, se cierra la llave del tubo afilado de éste, se abren las llaves de B y D y la M, cerrándose la N y las del tubo P, se sopla por el tubo de goma y se comprime éste con una pinza, notándose un desnivel en las ramas del tubo de Liebig. Si este desnivel persiste, es que el aparato está en buenas condiciones; si no, es señal de que hay fuga, la cual se busca de elemento en elemento, hasta que se vea dónde está y se corrija. Claro que para esta comprobación debe estar tapado el tubo de entrada del frasco *a* (fig. 36) con el tapón de vidrio *t*.

Comprobado que no hay fugas, se taran los elementos A, B, C, D y E.

Se conecta el extremo *e* del tubo de combustión con el vacío, se quita el tapón *t* del frasco *a*, se cierra la llave N y se abre la M, para que la corriente de aire vaya por el tubo principal, y se conectan los hornos h_1 y h_2 para que circule aire seco, a fin de quitar la humedad del tubo de

combustión, observando el tubo *e*, donde se la verá condensar, y se calienta con una lamparilla de alcohol hasta que desaparezca. Una vez cerciorados de que el tubo está seco, se colocan los elementos A, B, C, D y E de la figura 38, se aprieta bien el tapón refrigerante y se conectan los hornos h_2 y h_4 , poniendo en funcionamiento la trompa de vacío, de manera que la marcha sea de una burbuja por segundo al principio, la que se aumentará a dos, que es la marcha que debe sostenerse. La temperatura se irá elevando, principalmente en los hornos h_1 , h_2 y h_3 , teniendo cuidado de que en el h_4 no sea muy alta. Cuando el tubo empiece a calentarse y esté al rojo sombra la tela de cobre, se abre la llave N y las del tubo P. La corriente de aire favorecerá la evaporación del aceite, cuyos vapores se quemarán en el tubo de combustión, existiendo el aire suficiente para esta combustión al entrar por la parte principal del tubo por estar abierta la llave M.

Deben observarse atentamente el frasco *a* (fig. 36) para juzgar la entrada de aire; el *e* de la misma figura, que va indicando el agua condensada, y el de Liebig, que acusará si el burbujeo corresponde al de la entrada o si hay alguna irregularidad.

Pasado algún tiempo se notará gran condensación en el tubo *e*, el que se calentará con lamparilla de alcohol para arrastrar la humedad al tubito vertical, operación que suele ser preciso repetir una o dos veces.

Desalojada el agua por primera vez, es llegado el momento de introducir oxígeno en la circulación para que la combustión sea más viva y completa, y para ello se conecta el frasco *a* en un tubo de dicho gas, provisto de un distensor para graduar bien su marcha. Se calienta ligeramente el tubo P para evaporar los últimos restos del aceite.

Se conserva este régimen un cuarto de hora y se calienta el tubo *e* con lamparilla hasta que quede seco, se suprime la corriente de oxígeno, se deja entrar el aire otra vez du-

rante un par de minutos para arrastrar el oxígeno que pueda quedar, se obtura *a* con su tapón *t* y se reduce el vacío, y cuando cesen las burbujas en el Liebig se cierra la trompa y se da por terminada la operación.

Se vuelven a pesar los tubos, y las diferencias serán H_2O y CO_2 , de los que se deducen H y C. También conviene pesar el P para comprobar si se ha quemado todo el aceite.

Si se trata de aceites poco volátiles pueden quemarse en la navecilla indicada en la figura 38, bien solos o mezclados con una sustancia inerte como la sílice, bien lavada y calcinada.

Es conveniente poner después del tubo testigo un frasco lavador con disolución de cloruro de paladio que se enturbiará cuando la combustión haya sido incompleta, indicando que debe ser repetida la operación.

También se determinará el azufre por uno de los métodos descritos.

El nitrógeno se habrá determinado en operación aparte por el método Kjeldhal.

Análisis elemental de un carbón por el método abreviado del obús calorimétrico de Mahler (1).—Aprovechando la combustión hecha para la determinación de las calorías del aceite, puede llevarse a cabo el análisis elemental haciendo el montaje indicado en la figura 39 y conduciendo la operación en la siguiente forma:

Primeramente se habrán tarado los elementos A, B, C, D y E, y una vez colocados en el orden indicado, se abren las llaves B y D, a fin de que puedan circular los gases de la combustión, y para ello se abre a continuación la *b* del obús. Como estos gases están a una presión de 25 a 30 kilogramos por centímetro cuadrado, hay que tener cuidado de

(1) Estudio sobre la destilación de algunos carbones españoles.—C. L. SÁNCHEZ AVECILLA y L. MÉNENDEZ Y PUGET.

darles salida lentamente, y como norma debe hacerse a una marcha de unas tres burbujas por segundo y aun menor al principio; es decir, que se empezará con velocidad de una a dos nada más.

Ha de observarse bien la marcha, porque a medida que la presión vaya disminuyendo habrá que actuar sobre la llave *b*, con el fin de conservar la marcha de tres burbujas, y llegará un momento en que aún a toda abertura saldrán con suma lentitud, lo que quiere decir que los gases han salido en casi su totalidad. No debe esperarse a que cese el desprendimiento de burbujas, pues entonces se invertiría la marcha y entraría aire del exterior, lo que entorpecería la operación, o, mejor dicho, la estropearía, ya que los tubos tomarían carbónico y humedad del aire, alterando los resultados.

Así, pues, cuando se vea el borboteo muy lento se cierra la llave *f*, y se abren simultáneamente las *a*, *h* y el grifo F, con lo que se inicia un vacío, y, por consiguiente, la entrada del aire por R, atravesando el $SO_4 H_2$ contenido en esta ampolla, y la torre G cargada de $Cl_2 Ca$, para quitar la humedad del aire. No hemos indicado en la figura un frasco con KOH granulada anterior a la ampolla R, el cual tiene por finalidad absorber el CO_2 del aire.

Al abrir las llaves indicadas se debe encender el mechero de gas, teniendo cuidado de que no pase de 110 grados la temperatura de la mezcla a partes iguales de glicerina y agua en que está sumergido el obús Mahler, tanto porque la operación va muy bien con ese calor, cuanto porque si se elevara más se reblandecería el mástic que lleva el contacto central de la tapa, lo que perjudica el aparato. No hay cuidado a ese peligro si se sigue la marcha indicada.

Al cabo de un rato de marcha se observa que el agua empieza a condensarse en el tubo A, el que de vez en cuando se calentará con una lamparilla de alcohol para arrastrar a la bola las gotas condensadas.

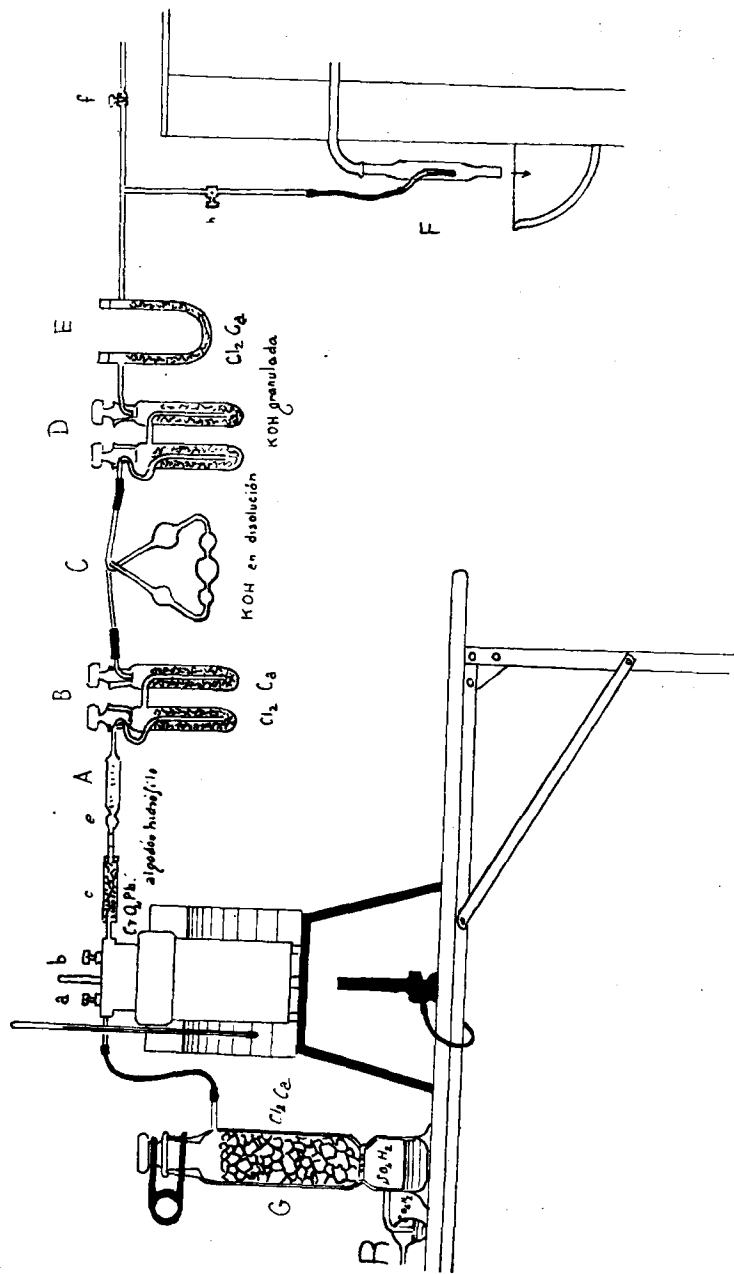


Figura 39.

El fin de la operación se alcanzará cuando la parte estrecha de dicho tubo se quede seca; es decir, cuando ya se ha desalojado toda la humedad.

Como en la combustión en el obús se produce SO_2 , se retiene éste en el tubo *c*, cargado con cromato de plomo, manteniendo caliente dicho tubo mientras dura la operación.

Se apaga el mechero, se cierran las llaves *B*, *D* y *h*, las dos primeras antes, y la operación está terminada.

Enfriados ya los tubos, se pesan, y anotadas las diferencias con sus taras, se hacen las sumas algebraicas de esas diferencias; agrupando *A* con *B* y *C* con *D*, la primera suma nos da el agua y la segunda el CO_2 , de lo que se deducen *H* y *C*.

El tubo *E*, que se coloca solamente como testigo, no debe variar de peso, y en caso contrario sería señal de que la absorción había sido deficiente por mala preparación del contenido de los tubos.

Desde luego habrá que tener en cuenta la composición del algodón para descontar su carbono e hidrógeno de los obtenidos en la operación. Si el aceite es muy volátil y se ha mezclado con otro más fijo, habrá que tener en cuenta la misma observación.

Aunque menos preciso este procedimiento que el anteriormente descrito, es lo bastante para casos que no exijan gran finura, y tiene la ventaja de proceder sobre la misma muestra en que se han obtenido las calorías.

HIDROCARBUROS AROMATICOS HIDROCARBUROS SATURADOS Y NO SATURADOS

La constitución de los aceites naturales y la investigación en ellos de los hidrocarburos aromáticos y no saturados es de capital importancia y el conocimiento de su composición indispensable para los tratamientos a que han de ser sometidos.

La presencia de los hidrocarburos no saturados y su cantidad tiene gran interés en los petróleos lampantes, los cuales, según las investigaciones de Kraemer y Boettcher (1), ven modificadas sus condiciones de luminosidad con la existencia en ellos de dichos hidrocarburos.

La llama de los petróleos lampantes que contienen muchos hidrocarburos no saturados es más oscura que la de los petróleos pobres en dichos hidrocarburos.

Índice de formolita.—Si se trata de un aceite por el aldehído fórmico y el ácido sulfúrico concentrado, quedan sin atacar los hidrocarburos parafínicos y los naftenos saturados; las olefinas dan un líquido pardo rojizo de consistencia de jarabe, los naftenos no saturados un precipitado rojo que se disuelve en el agua y los hidrocarburos aromáticos un precipitado rojo o verde insoluble en el agua que se llama *formolita*.

La cantidad de formolita seca al aire que dan 100 gramos de aceites se llama índice de formolita. El índice de formolita da una cifra de comparación de las leyes en hidrocarburos, capaces de dar precipitados de formolita insoluble en el agua y por consiguiente no da la ley real por ciento en hidrocarburos aromáticos y no saturados.

Por otra parte, según la temperatura, reactivos usados,

(1) Gewerfleiss, 1887.

orden y tiempo de empleo, etc., los resultados obtenidos discrepan bastante.

En los petróleos y aceites líquidos la reacción se efectúa directamente; en los de engrase se disuelven 30 gramos en 50 centímetros cúbicos de esencia normal y sin agitar se añaden 30 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado. Se añade a la mezcla enfriada en agua helada 15 centímetros cúbicos de disolución de aldehído fórmico al 40 por 100 y se agita, siempre dentro del agua fría, hasta que desaparezca el calor de la reacción. El producto de ésta, después de una media hora de reposo a la temperatura ordinaria, se vierte en un matraz de un litro que contiene 200 centímetros cúbicos de agua helada. Se alcaliniza el líquido con amoníaco, efectuando la operación con precaución para evitar proyecciones, y el precipitado que se forma se recoge en una placa filtrante, lavándolo primero con esencia para quitar el aceite que retiene el precipitado y después con agua para eliminar el amoníaco. El precipitado se seca a 105 grados hasta peso constante.

Si se separa la esencia de los líquidos acuosos y la destilamos, tendremos los aceites, que no reaccionarían con el aldehído y el ácido sulfúrico.

Nastjukoff (1) ha encontrado en los aceites americanos para cilindros índices de formolita de 92 a 97, de 58 a 87 para los aceites rusos y de 7,8 a 22 para los de vaselina.

Heor recomienda el empleo del metilal en lugar del aldehído fórmico, pues aquél condensa más cuantitativamente los hidrocarburos bencénicos.

Separación de los hidrocarburos aromáticos por el sulfato de metilo.—El sulfato de metilo a la temperatura ordinaria, disuelve los hidrocarburos aromáticos y deja insolubles los saturados de cadena abierta. En una probeta gra-

(1) NASTJUKOFF.—Petroleum, 4, 1336.—1908-1909.

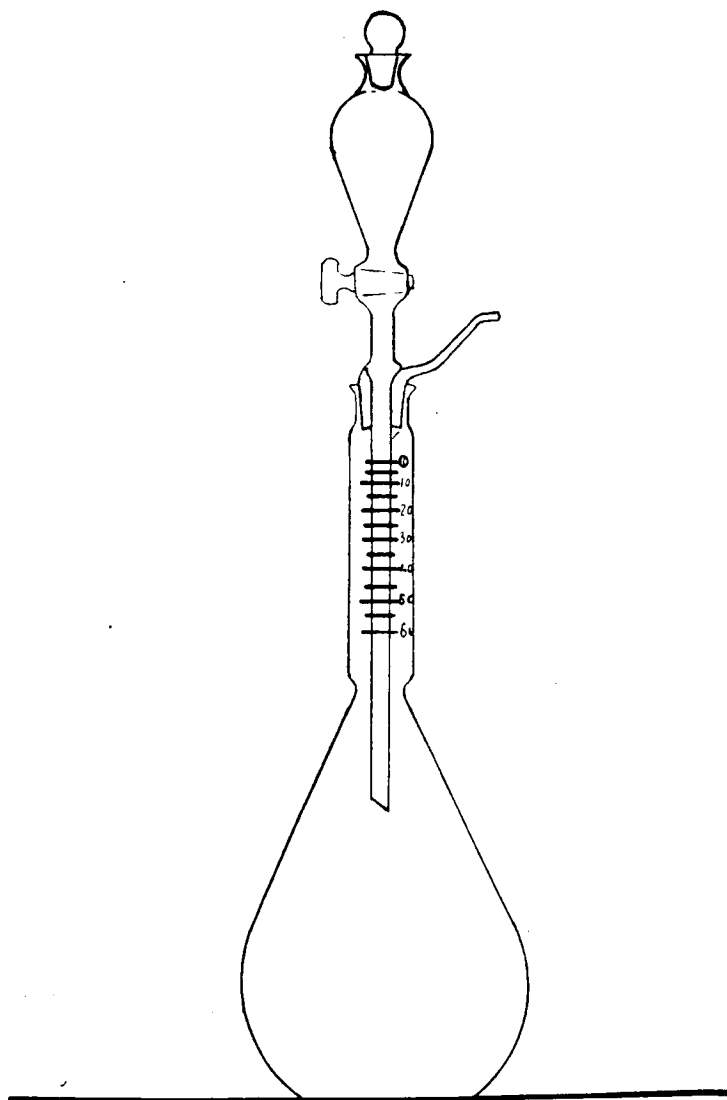


Figura 40.

duada se trata un volumen de aceite con dos volúmenes de sulfato de metilo y se ve la disminución de volumen del aceite que nos dará la cantidad de hidrocarburos aromáticos.

Este procedimiento es muy exacto cuando se opera con mezclas de aceites de alquitrán de hulla de elevado punto de ebullición y aceites minerales. Con los aceites de alquitrán de lignito se comete un error constante de aproximadamente el 10 por 100, debido a la solubilidad de estos aceites (1).

También puede hacerse esta determinación con la anilina, que disuelve los hidrocarburos aromáticos y deja insolubles los alifáticos y nafténicos. Esta determinación con la anilina es exacta cuando se opera con aceites ligeros.

Determinación de los hidrocarburos aromáticos por nitración.—Este procedimiento está fundado en la solubilidad en el ácido sulfúrico de los derivados mononitrados de los hidrocarburos saturados.

En el aparato de Hess representado en la figura 40 se introducen 60 centímetros cúbicos de aceite y 200 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico de 66°,13. El balón, de 500 centímetros cúbicos de capacidad, se coloca en un recipiente con agua helada, agitándolo de tiempo en tiempo durante cuarenta minutos. Por el embudo con llave, que lleva el tubo lateral para la salida del aire, se introducen 50 centímetros cúbicos de ácido para efectuar la nitración.

Este ácido se compone de una parte de ácido nítrico de 43 grados Baumé desprovisto de ácido nitroso, por medio de una corriente de aire a 40 ó 50 grados hasta decoloración, y dos partes de ácido sulfúrico de 66 grados Baumé. Este ácido se deja caer gota a gota, invirtiendo veinte minutos, en que se vacíe el embudo. Durante la operación, la temperatura no debe pasar de 12 grados.

(1) GRAEFF.—Chem. Umsch. 14,112.—1907.

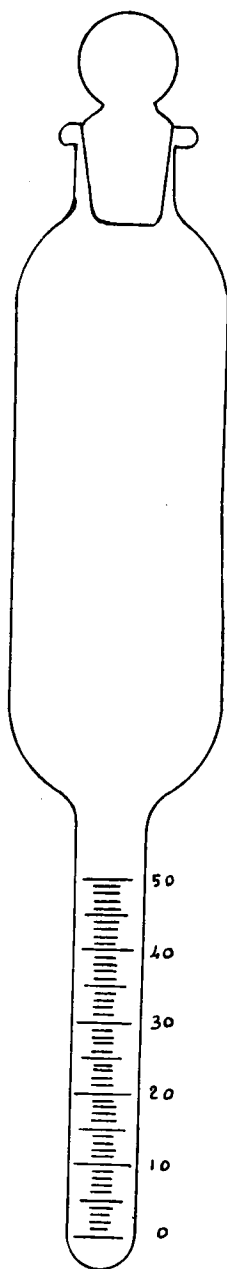


Figura 41.

Terminada la reacción, se quita el embudo y se completa con ácido sulfúrico hasta el cero de la graduación (en centímetros cúbicos) del cuello, se coloca el tapón de cristal y se agita enérgicamente durante quince segundos. Se deja a la temperatura ordinaria durante varias horas y transcurridas éstas se lee el volumen del aceite inatacado, teniendo en cuenta la temperatura y añadiendo un centímetro cúbico por la cantidad de hidrocarburos inatacados disueltos en el ácido sulfúrico. Restando de 60 centímetros cúbicos este volumen tendremos el de los hidrocarburos aromáticos.

Absorción de los hidrocarburos no saturados por el ácido sulfúrico.—

Alquitrán sulfúrico.—El ácido sulfúrico absorbe las combinaciones no saturadas y esta propiedad sirve de fundamento al ensayo del alquitrán sulfúrico, que aunque no es de una gran exactitud tiene el valor de una indicación de los productos no saturados que contiene el aceite.

Su precisión no es grande, pues si sometemos el aceite así tratado a una nueva agitación con ácido sulfúrico, éste absorbe nuevamente hidrocarburos. El índice de yodo suministra sobre este particular datos de mayor precisión.

Para efectuar este ensayo se introducen en el recipiente de vidrio representado en la figura 41, 10 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico de 66 grados Baumé, se añaden dos centímetros cúbicos de gasolina y entonces se verifica la lectura exacta del ácido sulfúrico empleado; 50 centímetros cúbicos del aceite que se ensaya se mezclan con 48 centímetros cúbicos de gasolina y la mezcla se añade al ácido sulfúrico contenido en el aparato, agitándola vigorosamente durante cinco minutos. Se deja reposar a la temperatura de la habitación durante veinticuatro horas, se lee el volumen ocupado por el ácido y de él se resta el que hemos empleado en la operación; esta diferencia, multiplicada por dos, nos dará, por ciento, el alquitrán sulfúrico.

Cuando se trata de aceites muy oscuros y ricos en hidrocarburos no saturados, suele ocurrir que al efectuar la lectura no se aprecia claramente la separación de los dos líquidos, y en ese caso se efectúa la lectura observándolos con luz intensa y por reflexión.

INDICE DE YODO

La determinación de este índice es de suma importancia en las grasas y en los aceites, ya que nos da a conocer la existencia de los ácidos grasos no saturados que contienen, acusando por tanto la existencia de aceites grasos en los minerales, la calidad de no secativos, secativos y semisecativos en los primeros, y la diferenciación de la procedencia terrestre o marítima de los aceites de origen animal.

CLASIFICACIÓN DE ACEITES GRASOS SEGÚN SU ÍNDICE DE YODO (1)

| ACEITES | Índice de yodo |
|--------------------------|----------------|
| Secativos..... | 200 a 130 |
| Semisecativos..... | 130 a 95 |
| No secativos..... | 95 o menos |
| Animales marinos..... | 170 a 100 |
| Animales terrestres..... | 80 o menos |

El índice de yodo es el por ciento de halógeno que una sustancia puede fijar.—Así como la acidez suele expresarse en equivalente de ácido oleico, cualquiera que sea la naturaleza del ácido libre contenido en un aceite, de igual modo se expresa este índice de yodo por el por ciento que pueda absorber el aceite o grasa ensayados, aunque no se haya empleado este halógeno, sino otro cualquiera, tal como el bromo, por ejemplo; así ocurre al determinarlo en el método K. w. Rosenmund et Kuhnfreun.

Las soluciones de yodo, que fueron las primeramente empleadas, no dieron buen resultado porque no actuaban bien sobre las materias grasas, y por ello se procedió en forma

(1) *Manuels de Laboratoire pour les industries chimiques et similaires.*—Número 14.—Par J. MARCUSSON.

distinta usando el yodo en unión de otros cuerpos compuestos, tales como, por ejemplo, el cloruro mercúrico.

Este asunto, que se ha estudiado y debatido y aun lo sigue siendo en la actualidad, ha dado origen a varios procedimientos que se consideran clásicos y que citamos:

- 1.º, el de Hübl.
- 2.º, el de Wijs.
- 3.º, el Hanus.
- 4.º, el K. W. Rosenmund et W. Kuhnhemr.
- 5.º, el Winkler.

Dado el carácter de este trabajo, no creemos procedente ni la detallada descripción de cada uno ni la comparación de unos con otros midiendo inconvenientes y ventajas.

Nos ha parecido más práctico dedicar la preferencia al hoy más generalizado, que dando seguro resultado es a la vez el más sencillo de ejecutar y el más rápido de hacer. Nos referimos al del Sr. Hanus.

Quien más extensión quiera dar al estudio de tan interesante determinación, recomendamos lea la obra del doctor Holde, *Huiles et Graisses, minerales, vegetales et animales, leurs dérivés, leurs succédanés*, traducida por A. D. Jouve de la 6.ª edición alemana.

Método Hanus.—Sobre las ventajas que hemos dicho reúne hay que tener en cuenta una más, no despreciable en laboratorio donde haya cierta intermitencia en los ensayos, y es la gran duración del reactivo una vez preparado.

Cuatro disoluciones es necesario emplear, y son:

- 1.º Monobromuro de yodo en ácido acético.
- 2.º Yoduro potásico en agua.
- 3.º Decinormal de hiposulfito sódico.
- 4.º Engrudo de almidón.

El bromuro de yodo debe prepararse pesándolo en tubo cerrado con tapón esmerilado, y creemos más práctico que pretender hacer la pesada de los 10 gramos justos que son

necesarios, hacerlo de una cantidad aproximada, añadiendo el volumen de ácido acético (que debe ser cristalizable) que corresponda, sabiendo que por cada 100 centímetros cúbicos de este ácido deben emplearse dos gramos de bromuro.

El yoduro potásico se prepara en la relación de 10 gramos de la sal por 90 centímetros cúbicos de agua.

La $\frac{N}{10}$ de hiposulfito sódico requiere pesa 24,822 gramos de esta sal para 1.000 centímetros cúbicos, disolución que se hará en un matraz contrastado de ese volumen, primero en el agua necesaria, completando después con más cantidad hasta dejar el menisco tangente con el trazo de los 1.000 centímetros cúbicos. Esta disolución en las primeras horas de su preparación experimenta variaciones, pero después se hace muy estable; por ello recomendamos se prepare cuarenta y ocho horas antes de usarla, cuyo tiempo pasado se valorará con el procedimiento del yoduro potásico y el bicromato potásico, que es el que nos ha dado mejor resultado. Esta disolución debe prepararse y dosarse muy escrupulosamente, puesto que es la que acusa el punto justo de la operación.

El engrudo de almidón que ejerce función de indicador puede prepararse con el corriente de uso doméstico; sin embargo es más recomendable hacerlo con el llamado en el comercio almidón soluble, en la proporción de dos gramos por 100 de agua.

La marcha de la operación es la siguiente: Se pesan 0,2 gramos del aceite, que se disuelven en 10 centímetros cúbicos de cloroformo, empleando para ello un frasco con tapón esmerilado; se añaden 25 centímetros cúbicos de la solución de *bromuro de yodo*, agitando repetidas veces, teniendo cuidado de destapar después de cada agitación para desalojar los vapores de cloroformo, pero tapando en seguida otra vez. Se deja reposar más o menos tiempo, de un cuarto de hora

a una hora, según la mayor o menor cantidad de halógeno que absorba, para lo cual conviene hacer una primera determinación de tanteo. Pasado el tiempo de este reposo se añaden de 15 a 20 centímetros cúbicos de la solución de yoduro potásico, volviendo a agitar después de esta adición, y en seguida, por medio de una bureta y poco a poco, se va vertiendo $\frac{N}{10}$ de hiposulfito sódico hasta obtener la coloración amarillo paja, en cuyo momento se agregará un centímetro cúbico de engrudo de almidón, que dará su color característica, y se continúa la adición de hiposulfito gota a gota hasta completa decoloración, momento éste que indica el final de la operación.

Simultáneamente se hará un ensayo en blanco, y la diferencia entre los volúmenes consumidos de hiposulfito en la prueba con aceite, y ésta hecha con sólo los reactivos, será la cifra que habrá que tomar para el cálculo, conocida la equivalencia de la solución de hiposulfito sódico con el yodo.

Sean:

P = peso del aceite.

a = centímetros cúbicos de $\frac{N}{10}$ de hiposulfito del ensayo en blanco.

b = centímetros cúbicos de $\frac{N}{10}$ de hiposulfito del ensayo con aceite.

f = factor de la $\frac{N}{10}$ de hiposulfito en yodo por un centímetro cúbico.

$$\text{Índice de yodo} = \frac{(a - b) \times f}{P} \times 100.$$

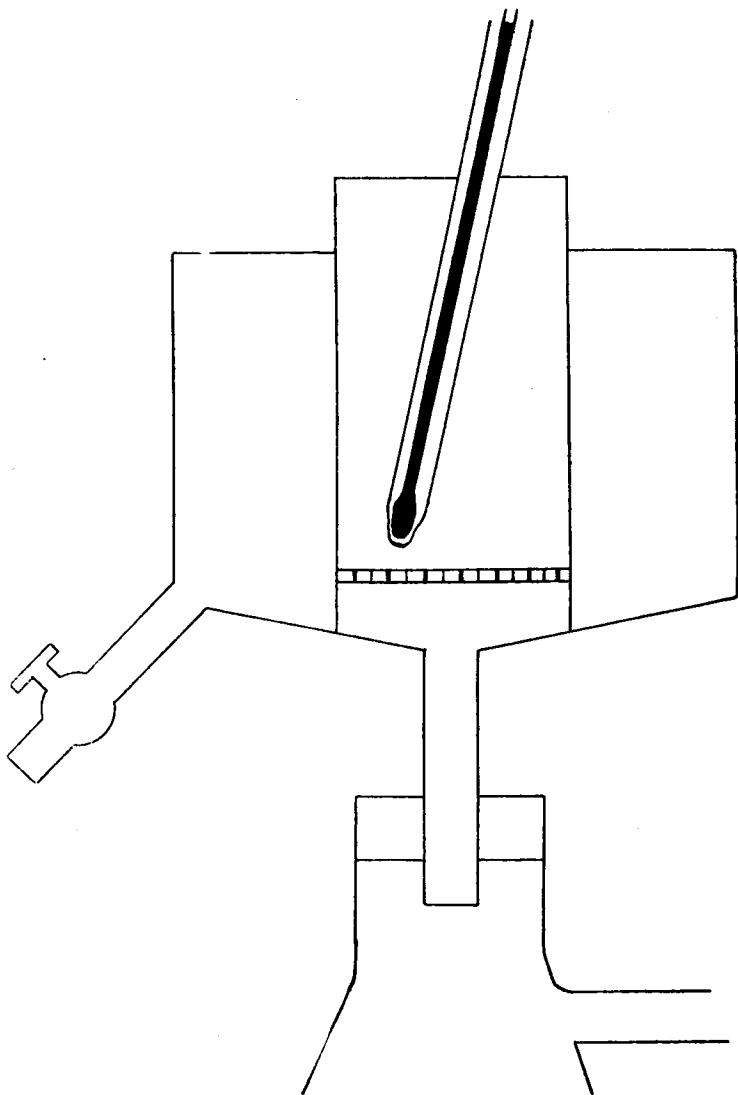


Figura 42.

ENSAYOS QUIMICOS REFERENTES PRINCIPALMENTE A LOS PRODUCTOS DE LA DESTILACION DE LA HULLA.

Determinación de la parafina. Método de Holde.—Para la determinación de la parafina se disuelven cinco gramos de la substancia que se analiza, en una mezcla a partes iguales de alcohol absoluto y éter a la temperatura ordinaria hasta obtener una disolución limpia. Se enfria ésta a -20 grados, añadiendo cantidad suficiente de alcohol y éter para hacer desaparecer las partículas aceitosas. En estas condiciones precipita en copos la parafina y se filtra el precipitado en el aparato de Fleicher representado en la figura 42, en que la filtración se hace con un ligero vacío y manteniendo el líquido a -20 grados. El precipitado se lava con la mezcla fría de alcohol y éter hasta que los líquidos de lavado evaporados no dejan ningún residuo aceitoso. Los líquidos de lavado, que no debe prolongarse mucho, se evaporan al baño-maría y el residuo es nuevamente tratado con la mezcla a -20 grados de alcohol y éter, filtrándose sobre la anteriormente obtenida la pequeña cantidad de parafina que haya podido precipitar.

El precipitado se recoge en una cápsula tarada que se vuelve a pesar después de eliminar al baño-maría el alcohol y éter que pueda contener.

Como se disuelve algo de parafina en la mezcla de alcohol y éter, será preciso hacer una corrección que variará con la substancia examinada. Para los aceites líquidos aquélla será de 0,2 por 100, de 0,40 por 100 para los que presentan partes sólidas a 15 grados y de 1 por 100 para los productos sólidos.

Determinación de las bases.—Los productos de la pirogenación de los carbones contienen, además de las bases pirídicas, amoníaco, la metilamina y sus homólogos, los derivados pirrólicos, etc.

Para la separación de estas bases emplearemos el siguiente procedimiento:

Trataremos de 5 a 10 gramos del alquitrán, diluido si es preciso con éter o bencina, con una disolución al 10 por 100 de ácido clorhídrico o sulfúrico, agitando repetidas veces hasta que el extracto ácido saturado con un exceso de lejía de sosa no separa más aceite insoluble en el agua y el líquido no presenta el olor característico de las bases libres. Holde hace notar que es conveniente tener en cuenta esta circunstancia, pues hay algunas bases (aminas alifáticas inferiores y piridina) fácilmente solubles en el agua.

Las bases puestas en libertad por la sosa se tratan por el éter y después de seca la disolución con el sulfato de sosa o el carbonato de potasa, pues no debe emplearse el cloruro de calcio, que da con algunas bases productos de adición; una vez filtrado el líquido, se destila y el residuo nos da las bases insolubles en agua.

Para determinar las bases que después del tratamiento con éter quedan en el líquido alcalino, se destila éste recogiendo el producto de la destilación en una disolución $\frac{N}{10}$ de ácido clorhídrico y determinando el exceso de ácido con otra $\frac{N}{10}$ de sosa, empleando el metilo de naranja como indicador.

Se calculan las bases así obtenidas, siempre en cantidades muy débiles, como amoníaco, teniendo en cuenta que a cada centímetro cúbico de ácido clorhídrico $\frac{N}{10}$ corresponde 1,7 miligramos de amoníaco.

Como comprobación se destila el extracto obtenido por

el ácido sulfúrico con una lejía de sosa, recogiendo el producto de la destilación en una disolución normal de ácido clorhídrico, que se gradúa con otra también normal de sosa, obteniéndose la basicidad total en bases volátiles. En la disolución después de graduada, se ponen en libertad las bases pirídicas con el bicarbonato de sosa y se hace una extracción con éter. El extracto etéreo se agita con una disolución normal de ácido clorhídrico, se lava con agua y se gradúa con sosa normal; como indicador se emplea el papel al rojo Congo. Así habremos obtenido la basicidad que proviene de las bases pirídicas. La diferencia entre la basicidad total y ésta nos da la que proviene del amoníaco y de la metilamina.

Para la caracterización de las distintas bases, podemos emplear las reacciones siguientes:

La piridina tiene un olor característico, parecido al del humo del tabaco, y forma un ferrocianuro poco soluble en el agua.

La quinoleína forma un bicromato también insoluble en agua.

La anilina da un color violeta intenso a una disolución de cloruro de cal.

Los vapores del piriol y homólogos dan una coloración roja a una viruta de abeto impregnada de ácido clorhídrico.

Separación de las partes ácidas.—Las partes ácidas de los alquitranes están integradas por los ácidos carboxílicos solubles en carbonato de sosa, generalmente en pequeña cantidad, y por los fenoles insolubles en dicho carbonato, pero solubles en la sosa.

Los fenoles se encuentran en cantidad importante en los productos de la destilación de la hulla y del lignito, especialmente en los alquitranes llamados primarios y procedentes de las destilaciones a baja temperatura.

La determinación de los fenoles es de gran importancia, pues nos permite orientarnos respecto a la procedencia de un producto.

Determinación de los ácidos carboxílicos.—El aceite desembarazado de las bases se agita varias veces con una disolución al 10 por 100 de carbonato de sosa; en esta disolución, por tratamiento con ácido sulfúrico diluido, se ponen en libertad los ácidos que se recogen por tratamiento con éter. La disolución en éter después de lavada y seca con sulfato de sosa, se filtra y evapora en una cápsula tarada, lo que nos da el peso de los ácidos carboxílicos.

Los ácidos alifáticos inferiores, tales como el ácido acético, no son convenientes en los alquitranes, y como, por otra parte, son muy solubles en el agua, no los absorbe el éter, y para recogerlos de la disolución sulfúrica se hace pasar por ella una corriente de vapor de agua hasta que el líquido destilado no dé reacción ácida, determinando en él la acidez con una disolución de sosa $\frac{N}{10}$, correspondiendo a cada centímetro cúbico de ella seis miligramos de ácido acético.

Los distintos ácidos podrán separarse por precipitación por sales de plata o transformándolos en éteres metílicos, haciendo pasar por su disolución en alcohol metílico absoluto una corriente de gas clorhídrico y someténdolos a una destilación fraccionada.

Determinación de los fenoles. Procedimiento gravimétrico.—Ya indicamos que los fenoles son solubles en sosa, pero sobre todo cuando se emplean disoluciones concentradas se disuelven también otros constituyentes del alquitrán, y además, por la agitación de éste con el líquido alcalino, se forman emulsiones estables. Sin embargo de estos inconvenientes, la agitación con sosa proporciona un procedimien-

to rápido, que posteriormente describiremos, para la determinación de los fenoles.

El aceite, después de quitadas las bases y carboxílicos, se agita con una disolución de sosa al 5 por 100 hasta que una pequeña porción del líquido acidificada, con sulfúrico diluido, permanece transparente. En la disolución alcalina se precipitan los fenoles con el ácido sulfúrico diluido o con una corriente de ácido carbónico, y se reúnen en una capa aceitosa oscura que sobrenada encima del líquido. Esta capa aceitosa se separa y se lava varias veces con agua para eliminar el ácido sulfúrico y las sales disueltas. En la capa acuosa y en las aguas de lavado se extraen los fenoles que se han disuelto, con éter, añadiéndose la disolución etérea a la parte principal. Se seca con sulfato sódico y filtra, recogiendo el líquido en una cápsula tarada en la que se pesan los fenoles después de la eliminación del éter.

Por la reacción con una disolución de percloruro de hierro pueden caracterizarse los fenoles o los polifenoles.

El fenol da una coloración violeta; la pirocatequina, verde, y la resorcina, violeta oscuro. Con el acetato de plomo la pirocatequina precipita en disolución neutra, la hidroquinona en disolución amoniacal y la resorcina no precipita.

Determinación volumétrica de los fenoles.—Como indicamos anteriormente, los fenoles se disuelven en las disoluciones de sosa, fundándose el procedimiento en esta propiedad.

En un tubo graduado se introduce una disolución de sosa de 38 grados Baumé de manera que ocupe 30 divisiones, y después 50 divisiones del producto que se estudia, se agita varias veces y se introduce el tubo en agua caliente para facilitar la separación de los líquidos. Transcurrida una media hora, se retira el tubo del agua caliente y se deja enfriar. Se observarán tres (fig. 43) capas de líquido; la

inferior estará formada por el exceso de sosa, la superior por el aceite libre de fenoles y la central por las sales sódicas de los fenoles. El número de divisiones que ocupa la capa central nos da el tanto por ciento en volumen de los fenoles. El supuesto de que la capa central está formada por partes iguales de creosota y de sosa y agua no es completamente exacto (1), pero, dada la sencillez del procedimiento y los resultados comparables, puede prestar muy buenos servicios en los laboratorios industriales.

En los aceites ricos en creosota da mejores resultados el empleo de lejías de sosa más diluídas. En este caso se opera con una disolución de sosa de 20 grados Baumé en la misma forma antes descrita, y entonces se habrán formado dos capas (fig. 43), la de aceite y la de la sosa, conteniendo los fenoles. La disminución de volumen experimentada por el aceite multiplicada por 2 nos dará los fenoles por ciento en volumen. Por este procedimiento se pueden determinar pequeñas cantidades de fenoles.

Hemos de hacer la misma observación que hicimos al tratar del alquitrán sulfúrico, y es que cuando el aceite contiene muchos fenoles y la disolución sódica toma un color obscuro análogo al del aceite no se ve claramente la separación de los dos líquidos, y en este caso conviene observarlos con luz intensa y reflejada.

Para los aceites pobres en fenoles es preferible emplear las disoluciones de sosa concentrada, leyendo el volumen de la capa central, y en los aceites ricos es más conveniente el empleo de disoluciones diluídas y apreciar la disminución de volumen del aceite.

Diazorreacción.—Cuando se quieren determinar cualitativamente pequeñas cantidades de fenoles se agita el aceite con una disolución normal de sosa. Al líquido acuoso

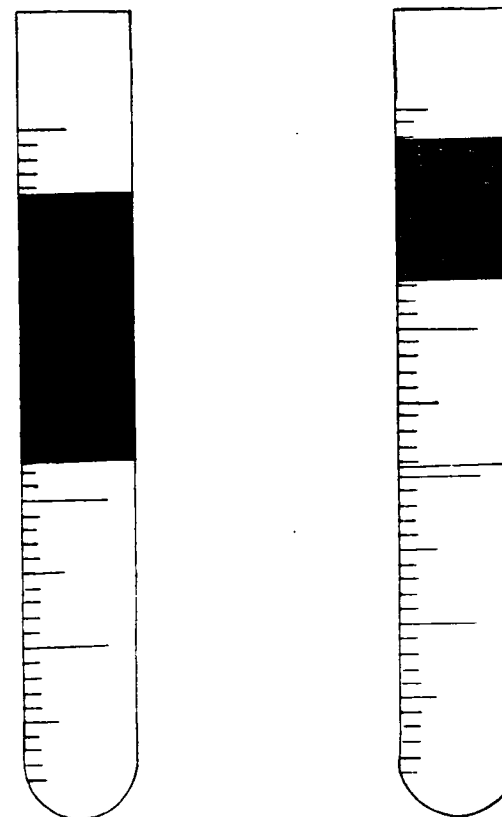


Figura 43.

(1) ED. GRAEFE: *Braunkohle*, núm. 17, 1907.

separado del aceite se le añaden unas gotas de una disolución, recientemente preparada, de cloruro de diazobenceno, y la presencia del fenol será acusada por una fuerte coloración roja.

En lugar del cloruro de diazobenceno, que requiere una preparación reciente, se puede emplear ventajosamente una disolución acuosa de ácido diazobencénico sulfónico, disolución que puede conservarse algún tiempo.

PETRÓLEO BRUTO

Antiguamente se suponía que el petróleo procedía de materias inorgánicas, y aun hoy día tiene, especialmente en América, sus partidarios esta teoría. Así, entre ellos, Mendelejeff supone que el petróleo procede de la acción del vapor de agua sobre el carburo de hierro.

Según Sabatier y Senderems, el hidrógeno y el acetileno provienen, de una parte, de la acción del agua sobre los metales alcalinos y alcalinotérreos, y de otra sobre los carburos, habiendo encontrado metales que, obrando como catalizadores, dan parafinas e hidrocarburos sólidos.

Engler ha obtenido *petróleo artificial* destilando la grasa de los animales marinos, y supone que el petróleo procede de la descomposición, bajo presión, de los residuos grasos de los seres vivos, mientras que las materias albuminoides se transforman, por putrefacción, en combinaciones sulfuradas y nitrogenadas solubles en agua.

Los enormes depósitos de diatomeas que se encuentran en los mares deben haber constituido la substancia madre del petróleo (1).

En apoyo de la teoría del origen orgánico del petróleo se aduce su poder rotatorio, que fué descubierto por Biot, existiendo las hipótesis de su origen animal, vegetal y mixto.

El petróleo es dextrógiro, a semejanza de los aceites y grasas vegetales; esto induce a los defensores del origen vegetal a atribuirle dicha procedencia, puesto que los productos animales son levógiros; pero a esto arguye Engler que no todas las substancias vegetales son dextróginas, y que, por otra parte, el poder levógiro del petróleo puede

(1) STAHL: *Chem. Ztg.*, 23,15, 1899.

ser la suma algébrica de un poder dextrógiro y otro levógiro de mayor valor absoluto.

El petróleo bruto es un líquido de color verdoso azulado obscuro, llegando en ocasiones hasta el pardo negruzco. Su consistencia está comprendida entre el petróleo empleado en el alumbrado y la del alquitrán espeso, pudiendo ser pastoso cuando su ley en parafina es muy considerable.

Constitución química del petróleo.—El petróleo está fundamentalmente constituido por carbono e hidrógeno combinados, formando hidrocarburos. Unidos con el hidrógeno y carbono, y en pequeñas cantidades, se encuentra azufre, oxígeno y nitrógeno.

En los aceites brutos el carbono varía de 80 a 89 por 100; el hidrógeno, del 10 al 15 por 100; oxígeno, de 0,00 a 5,00 por 100; nitrógeno, de 0,00 a 1,80 por 100, y el azufre, de 0,01 a 5,00 por 100.

A continuación damos el análisis elemental de algunos petróleos:

| | Carbono. — Tanto por ciento. | Hidrógeno. — Tanto por ciento. | Azufre. — Tanto por ciento. | Nitró- geno. — Tan to por ciento. | Oxi- geno. — Tan to por ciento. |
|------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|--------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| Pensilvania..... | 86,06 | 13,88 | 0,06 | 0,00 | 0,00 |
| Texas..... | 85,05 | 12,30 | 1,75 | 0,70 | 0,00 |
| California..... | 84,00 | 12,70 | 0,75 | 1,70 | 1,20 |
| Méjico..... | 83,70 | 10,20 | 4,15 | » | » |
| Busterani (Prahowa)... | 86,30 | 13,32 | 0,18 | » | » |
| Lima (Ohío)..... | 85,00 | 13,80 | 0,60 | 0,68 | » |

Los hidrocarburos saturados de la serie grasa están ampliamente representados en los petróleos y constituyen las partes más volátiles de ellos. Son hidrocarburos saturados que tienen una relación muy pequeña entre su peso específico y la temperatura de ebullición. No son atacados por el ácido sulfúrico, ni sufren la nitración por su tratamiento con el ácido nítrico, siendo muy refractarios a las reacciones

químicas, de donde les procede el nombre de parafinas. La presencia de los hidrocarburos más pesados de la serie establece la diferenciación de algunos petróleos; así, en los de Pensilvania se encuentran estos hidrocarburos pesados.

Los naftenos, hidrocarburos cíclicos, apenas se encuentran en las partes ligeras de los petróleos, pero en las partes pesadas son bastante corrientes. Tienen una relación más alta entre su peso específico y el punto de ebullición que las parafinas; resisten a la acción del ácido sulfúrico y algunos tipos pueden ser distinguidos por el índice de formolita. Los petróleos de Rusia y Luisiana contienen naftenos ligeros.

Los hidrocarburos aromáticos existen en algunos petróleos de California, Borneo y Rumania. Tienen una relación elevada entre su peso específico y su temperatura de ebullición. Los compuestos aromáticos se atacan por el ácido nítrico con formación de nitroproductos y proceden de las parafinas y naftenos por descomposición pirogénica a temperaturas próximas a los 540 grados.

Las oleínas son carburos no saturados, que generalmente no existen en los petróleos brutos, pero que resultan de su exposición a temperaturas elevadas. Son atacados por el ácido sulfúrico concentrado, procedimiento usado en el proceso de la refinación de los petróleos. Dan gasolinas de olor muy desagradable, que es más intenso en las combinaciones con el azufre.

Los petróleos se clasifican generalmente en dos tipos: uno rico en naftenos y pobre en parafinas (de 0 a 1 por 100), que da poca esencia y aceites lampantes y bastantes aceites de engrase difícilmente solidificables, entre ellos figuran los petróleos de Bakou, y otro más rico en parafina (del 3 al 8 por 100), que generalmente contiene cantidades grandes de esencia y aceites lampantes y de engrase, fluidos, que acompañan a las parafinas. Entre estos petróleos podemos citar los de Pensilvania, Boryslaw, Tustanowice y los ligeros de Wietz y Alsacia.

ENSAYOS DE LOS PETRÓLEOS BRUTOS

Los ensayos a que hay que someter los petróleos brutos en los establecimientos de refinación son: peso específico, color, olor, transparencia, agua y residuo, destilación fraccionada y azufre. En ocasiones también se determina el punto de inflamación, viscosidad, calor de combustión, asfaltos y parafinas. Aunque con menos frecuencia, también se investiga el residuo carbonoso, la composición elemental y los hidrocarburos no saturados.

A continuación indicaremos los procedimientos más convenientes para estas determinaciones:

Peso específico.—Para la determinación del peso específico podemos emplear, si se trata de productos fluidos, el procedimiento del hidrómetro descrito en la página 15 (1) o el de la balanza de Mohr, que también hemos descrito.

Cuando se trate de petróleos muy espesos puede emplearse el método de Lunge.

Color.—La determinación del color se efectúa, cuando los petróleos son claros, con el colorímetro de Stammer o de Saybolt. Cuando los petróleos son de color oscuro se emplea el tintómetro de Lovidond.

Olor.—El olor de los petróleos puede ser etéreo, aromático, graso, a creosota, ácido, acre a hidrógeno sulfurado y a bases pirídicas. El olor a hidrógeno sulfurado es característico de los petróleos mejicanos muy ricos en azufre. El olor a piridina es consecuencia de un gran contenido

(1) Ver el número 164 de este Boletín.

de nitrógeno y es característico de los petróleos canadienses.

Estos olores pueden ser intensificados por la adición de ácido o álcalis.

Transparencia.—La transparencia de un aceite puede ser expresada por el espesor de una capa de dicho petróleo, a través de la cual es visible el filamento de una lámpara Mazda de 50 vatios. Puede también observarse con luz reflejada si el aceite es fluorescente y el tono azulado, verdoso o amarillo de esta fluorescencia ofrece gran interés apreciada con los rayos ultravioleta, pues permite identificar productos de distinta procedencia.

La transparencia se relaciona con el color y su ausencia la suele producir la mezcla de petróleos.

Agua y residuos.—El agua y el residuo pueden determinarse por centrifugación siguiendo el procedimiento indicado.

Destilación fraccionada.—Los petróleos dan por destilación hasta 150 grados las esencias ligeras y pesadas, de 150 a 300 grados los aceites lampantes, y por encima de esta temperatura los aceites de engrase.

La destilación de los petróleos brutos se efectúa en el aparato de laboratorio, descrito cuando tratamos de la destilación fraccionada (pág. 27) (1), siguiendo las indicaciones que entonces hicimos.

Cuando cae la primera gota del extremo del condensador se hace la lectura en el termómetro y se toma esta temperatura como punto inicial de ebullición. En este momento se pone el extremo del refrigerante de manera que toque a las paredes de la probeta graduada en que se recogen los productos de la condensación.

(1) Ver el número 164 de este BOLETÍN.

La temperatura se va aumentando uniformemente, de modo que hasta los 150 grados la elevación sea de cuatro grados por minuto y de 150 grados en adelante 8 a 10 grados durante el mismo tiempo. De 10 en 10 grados se ve el volumen del producto destilado.

Cuando se llega a la temperatura hasta la que ha de considerarse una fracción, en este caso 150 y 300 grados, se deja de calentar hasta que la temperatura descienda 20 grados, volviendo a elevarla al punto de fraccionamiento considerado y repitiendo la operación hasta que no destile más de cinco o seis gotas.

Cuando se ha destilado el 90 por 100 del petróleo, la temperatura puede ser elevada con más rapidez para recoger las fracciones más pesadas.

La destilación se da por terminada cuando, a pesar de activar la calefacción, el termómetro está fijo o baja algunos grados. La temperatura más alta registrada se considera como punto final de la destilación.

Cuando tratamos de la destilación fraccionada ya dijimos que al destilar a temperaturas superiores a 350 grados es conveniente operar en el vacío para evitar la descomposición de los productos, empleando el montaje indicado en la página 27 (1).

También nos referimos a las correcciones debidas a la temperatura y a los cambios de presión.

Si al efectuar la destilación recogemos el volumen del producto sometido a ella en veinteavas partes, podemos construir la curva térmica tomando como abscisas las temperaturas de destilación y como ordenadas los volúmenes destilados a estas temperaturas.

En las distintas fracciones tomamos el peso específico que permitiera su identificación.

Si, como decíamos anteriormente, destilamos por vein-

(1) Ver el número 164 de este BOLETÍN.

teavas partes, podemos trazar la curva de composición tomando como abscisas las temperaturas y como ordenadas las densidades.

Calor de combustión.—El calor de combustión se determina con la bomba calorimétrica de Mahler.

El petróleo, en cantidad de aproximadamente 0,500 gramos, se coloca en la cápsula de combustión del calorímetro, impregnando varias capas de algodón previamente pesado y cuyo poder calorífico se ha determinado con anterioridad.

Al mismo tiempo que se determina el poder calorífico del petróleo se puede aprovechar la operación para obtener el azufre siguiendo el procedimiento descrito cuando tratamos de dicho cuerpo.

También puede efectuarse el análisis elemental operando en la forma descrita cuando nos ocupamos de esta materia.

Punto de inflamación.—El punto de inflamación en vaso cerrado lo determinaremos por el método de Abel, y en vaso abierto por el de Marcusson o por el de Cleveland.

Parafina.—La investigación de la parafina puede efectuarse por el procedimiento de Holde descrito anteriormente.

Viscosidad.—Para la determinación de la viscosidad podemos emplear cualquiera de los procedimientos descritos al tratar de esta materia, pero convienen especialmente los de Engler y Saybolt.

(Continuad.)

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de enero de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 391.625 |
| Antracita..... | 1.643 |
| TOTAL..... | 393.268 |

Coque 12.274 toneladas.
 Aglomerados..... 15.771 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.965 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 2.010 |
| Lignito..... | 12.255 |
| TOTAL..... | 14.265 |

Producción de coque: toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 38.759 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 23.290 |
| Antracita..... | 16.123 |
| TOTAL..... | 39.413 |

Briquetas..... 7.430 toneladas.
 Coque..... 4.732 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 931 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 61.460 |
| Antracita .. | 23.970 |
| TOTAL..... | 85.430 |

Agglomerados 13.479 toneladas.
 Coque..... 332 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 19.421 |
| Antracita .. | 14.720 |
| TOTAL..... | 34.141 |

Agglomerados..... 14.414 toneladas.
 Coque..... 4 —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.848 |
| Coque de gas..... | 338 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 15.100 |
| Aglomerados de hulla... | 7.787 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito | 11.891 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.553 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|--------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla ... | 326 toneladas. |
|--------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-------------------|
| Coque..... | 31.252 toneladas. |
| Aglomerados..... | 2.850 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | 512 |
| Lignito..... | 3.787 |
| TOTAL..... | 4.299 |

Aglomerados..... » toneladas.
 Coque de gas..... » —

Producción de combustibles durante el mes de enero de 1931

| | Enero |
|------------------------|----------------|
| | Toneladas |
| Antracita | 56.456 |
| Hulla | 552.177 |
| Lignito..... | 33.677 |
| TOTAL..... | 642.310 |
| Coque metalúrgico..... | 56.485 |
| Aglomerados..... | 62.057 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Mes de enero de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Enero |
|-------------------------------|----------------|
| | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero) .. | 287.162 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 20.641 |
| Solvent-nafta (pesado) . . . | 59.108 |
| Otros tipos..... | 32.424 |
| TOTAL | 399.335 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 2.578.124 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | |
|----------------------------|---------|
| Aceites crudos | 517.210 |
| Gasolinas y similares..... | 61.858 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESSENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales e
España durante el mes de enero de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|------------------------------------------|----------------|
| Almería | 45.027 |
| Badajoz | 3.846 |
| Coruña (Galicia) | 6.768 |
| Granada-Málaga | 31.375 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra | 1.817 |
| Huelva | 11.862 |
| Jaén | 295 |
| Murcia | 6.979 |
| Oviedo | 6.980 |
| Santander | 34.015 |
| Sevilla | 9.940 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel | 37.497 |
| Vizcaya | 154.231 |
| Zaragoza | 358 |
| TOTAL..... | 350.990 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|-------------------|---------------|---------------|-----------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona | > | 60 | > | > | > |
| Coruña | > | > | 839.300 | 518.000 | > |
| Guipúzcoa | 1.017 | 2.451 | > | > | > |
| Oviedo | 9.534 | 12.043 | > | > | > |
| Santander | 4.218 | 3.981 | > | > | > |
| Sevilla | > | > | > | > | > |
| Valencia | 10.232 | 8.755 | > | > | > |
| Vizcaya | 26 962 | 33.947 | > | > | > |
| TOTAL..... | 51.963 | 61.237 | 839.300 | 518.000 | > |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|------------------------|---------------|------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería | > | > |
| Badajoz | > | > |
| Barcelona-Lérida | 535 | > |
| Ciudad Real | 536 | > |
| Córdoba | 45 | 211 |
| Guipúzcoa | 599 | > |
| Murcia | 2.121 | > |
| Oviedo | > | 680 |
| Santander | 6.215 | > |
| TOTAL..... | 10.051 | 891 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL — Toneladas | METAL | | | |
|----------------------|---------------------------|--------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|-----------------------------------|
| | | Cobre Blister — Kgrs. | Cobre refinado — Kgrs. | Cobre electrolítico — Kgrs. | Cáscara de cobre — Kgrs. |
| Córdoba .. | > | > | > | 587.681 | > |
| Huelva.... | 293.239 | 1.430 | > | > | > |
| Murcia.... | > | > | > | > | > |
| Oviedo.... | > | > | 44.983 | 36.771 | > |
| Sevilla.... | 655 | > | > | > | 19.000 |
| TOTAL.. | 293.894 | 1.430 | 44.983 | 624.452 | 19.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|--------------------|--------------|
| Huelva | 1.103 |
| Oviedo..... | 60 |
| TOTAL | 1.163 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|----------------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 366 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona . . . | 411 | 144 |
| Ciudad Real..... | 972 | » |
| Córdoba..... | 2.336 | 3.578 |
| Granada-Málaga | 92 | 1.142 |
| Guipúzcoa..... | 68 | 203 |
| Jaén..... | 5.954 | 634 |
| Murcia..... | 1.373 | 3.996 |
| Santander..... | 408 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL | 11.980 | 9.697 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se nombra Ingeniero Jefe del Distrito minero de Granada a D. Luis Sánchez Blanco.

Se destina al Consejo de Minería al Ingeniero 1.º don Francisco González del Valle.

Se destina al Distrito minero de Córdoba al Ingeniero 3.º D. José Gómez de la Bárcena.

Se destina a la Escuela práctica de Obreros mineros, fundidores y maquinistas de Bémez al Ayudante 1.º don Emilio Porras Rivilla.

Se nombra Jefe del Distrito minero de Valencia a don José Martínez Soriano.

Con motivo de la jubilación del Sr. Díaz Caneja se produce el siguiente movimiento de escala:

Se nombra Inspector general, Presidente de Sección, a D. Vicente Kindelán y de la Torre.

Se nombra Inspector general a D. Luis García Ros.

Pasa a Ingeniero Jefe de 1.ª clase, con carácter definitivo, D. Alfonso Fernández y Menéndez Valdés.

Se nombra Ingeniero Jefe de 1.ª clase a D. Serafín Orueta y Estévez Calderón, quien continúa en situación de supernumerario.

Se nombra Ingeniero Jefe de 1.ª clase, en condición de excedente activo, con todo el sueldo, a D. Juan Manuel Mazarrasa y Quintanilla.

Se nombra Ingeniero Jefe de 2.^a clase a D. Luis Suárez del Villar y Argüelles.

Se nombran Ingenieros a los Sres. D. Enrique Centeno Alonso y D. Julián Palacios Gutiérrez, por hallarse ambos en situación de supernumerarios, y a D. Manuel Albacete Mendicuti.

Ingeniero 2.^o al Ingeniero D. Francisco Lacasa Moreno.

Se concede el ingreso como Ingeniero 3.^o a D. José Gómez de la Bárcena.

Fallece el Ingeniero 1.^o D. José Lacal Planells.

Se concede el reingreso al Ingeniero 1.^o D. Enrique Conde Díez.

Se destina a prestar su servicio en la Escuela de Capacidades facultativas de Minas de Bilbao al Ingeniero 1.^o don Enrique Conde Díez.

Se destina al Negociado 2.^o de la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas al Ingeniero 3.^o D. Manuel García Peña y Rubio.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de febrero de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras.

b) Concesiones e incidencias.

c) Catalogación de yacimientos minerales.

d) Cámaras oficiales mineras.

Concesiones mineras tituladas en el mes de febrero de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-----------|------------------------|-------------------------------|------------|------------------------------|----------------------------------------------|
| Badajoz | Calera de León | Peñablanca | Hierro | 20 | D. Teodosio Riscos Ortiz. |
| Idem | La Parra | Teresa | Idem | 6 | » José Gamero Pérez. |
| Idem | Santa María | Reserva | Idem | 141 | » Guillermo F. Poole. |
| Idem | Santa Marta | 2. ^a Reserva | Idem | 40 | Idem. |
| Idem | Azuaga | Luis | Plomo | 8 | D. Antonio Marchivaut García. |
| Idem | Idem | Consolidación | Idem | 12 | » Francisco Fernández Coizo. |
| Idem | Idem | Segunda Esperanza | Idem | 18 | C. ^a Minera Bético-Manchega. |
| Idem | Bonal de los Montes | Tremenda | Idem | 30 | Idem. |
| Idem | Granja de Torrehermosa | Demasia a Juanita | Idem | 3,13 | Idem. |
| Idem | Higuera de la Serena | Las Loberas | Idem | 36 | Idem. |
| Idem | Monterrubio | Monterrubiana 5. ^a | Idem | 4 | Idem. |
| Idem | Idem | Monterrubiana 6. ^a | Idem | 4 | Idem. |
| Idem | Idem | Monterrubiana Este | Idem | 25 | Idem. |
| Baleares | Santa Eulalia (Ibiza) | Sigfrido | Hierro | 18 | D. Federico de la Villa Jové. |
| Idem | Idem | Fortuna | Idem | 15 | Idem. |
| Idem | Idem | Santa Cecilia | Idem | 24 | Idem. |
| Idem | Idem | 2. ^a Escipión | Idem | 30 | D. Enrique Fajarnés Ramón. |
| Idem | Palma | Navidad | Lignito | 54 | Sociedad Crédito Balear. |
| Idem | Selva | San Nicolás | Idem | 20 | D. ^a María Ignacia Campaner Capó. |

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-------------|-------------------------|--------------------------------------------------------|-------------------------------|------------------------------|-----------------------------------------|
| Cáceres.... | Torremocha..... | Gregorio..... | Fosfato de cal.. | 100 | S. A. Fosfatos Logrosam. |
| Idem..... | Idem..... | Ramón..... | Idem..... | 60 | Idem. |
| Idem..... | Cáceres..... | La Liebre..... | Hierro..... | 60 | D. César Rubio Sandoval. |
| Idem..... | Alía..... | Mimbrera..... | Plomo..... | 20 | Sdad. Minera Bético-Manchega. |
| Idem..... | Granadilla..... | 3. ^a Ampliación a La Plomiza.. | Idem..... | 36 | Sdad. La Plomiza de Granadilla. |
| Idem..... | Acebo..... | Sorpresa..... | Wolfram.. | 35 | D. Faustino Gutiérrez Palacio. |
| Cádiz..... | Villamartín..... | Demasia a San José... | Petróleo .. | 120 | Sdad. Anónima Minera La Hispalense. |
| Idem..... | Idem..... | 2. ^a Demasia a San José. | Idem..... | 110 | Idem. |
| Lérida.... | Caneján-Vilach..... | Filomena..... | Blenda.... | 52 | D. Hermenegildo Goya. |
| Idem..... | Bosost..... | Demasia 2. ^a a Victoria 4. ^a ... | Idem..... | 0,7650 | Sdad. Minera Victoria. |
| Idem..... | Arrés y Bosost..... | Demasia 1. ^a a Victoria 4. ^a ... | Idem..... | 2,554216 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia 2. ^a a Tres Amigos.. | Idem..... | 1,066564 | Idem. |
| Idem..... | Vilach..... | Josefa..... | Idem..... | 11 | D. Hermenegildo Goya. |
| Idem..... | Idem..... | Isabelita..... | Hierro.... | 18 | C. ^a Minera Bético-Manchega. |
| Idem..... | Idem..... | Zezett..... | Idem..... | 15 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Susana segunda..... | Idem..... | 16 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Eugenia 2. ^a | Idem..... | 14 | Idem. |
| Idem..... | Almatret..... | Germania..... | Lignito... | 1,421 | Electroquímica de Flix. |
| Teruel.... | Alcorisa..... | Nani..... | Areilla refract. ^a | 8 | D. Luis Cucurny San Martí. |
| Idem..... | Gargallo..... | Z..... | Carbón.... | 185 | • Juan A. Sabino Martín. |
| Idem..... | Utrillas y Escucha..... | Angeles..... | Idem..... | 56 | • Julio García Argüelles. |
| Idem..... | Tormón..... | María Luisa..... | Cinabrio... | 82 | • Jesús Calvo Nieto. |
| Idem..... | Vilhel..... | El Pilar..... | Indeterminado.. | 10 | • Daniel Saiz. |

200

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero en las provincias de Badajoz, Baleares, Cáceres, Cádiz, Lérida, Teruel y Vizcaya.
Igualmente se ha practicado la rectificación anual en las provincias de Alicante, Castellón, Teruel, Valencia, Murcia, Albacete y Ciudad Real.

Legislación

MINISTERIO DE FOMENTO

Real orden disponiendo que durante el mes actual rijan los mismos precios que en el mes de enero próximo pasado para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo. ("Gaceta" del 1.)

Núm. 10.

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

S. M. el Rey (q. D. g.) ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de febrero rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, efectuada por dicho organismo, los mismos precios vigentes en el mes de enero actual, o sean los establecidos por Real orden de 22 de diciembre último. (*Gaceta* del 26.)

De Real orden lo digo a V. I. para su conocimiento y efectos. Dios guarde a V. I. muchos años. Madrid, 30 de enero de 1931.—P. D. *José de Luna*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Dirección general de Minas y Combustibles.

Fijando los precios que han de regir en el año actual para la producción y venta de sales potásicas. ("Gaceta" del 9.)

Excmo. Sr.: Tengo el honor de notificar a V. E. que cumplidos todos los trámites reglamentarios, esta Oficina Reguladora de la Producción, Fábrica y venta de Sales potásicas, ha fijado las cifras que, según el artículo 11 de la ley de Sales Potásicas y los artículos 17 y 18 del Reglamento

interior de esta Oficina, han de regir para la producción y venta de sales potásicas nacionales en el año 1931.

Dichas cifras son las siguientes:

Producción máxima: 180.000 toneladas de cloruro potásico del 80 al 85 por 100, u otras cifras de producción con igual equivalencia en cloruro potásico.

Precio máximo para el mercado nacional: 250 pesetas por tonelada de cloruro potásico del 80 al 85 por 100, sobre estación de origen.

Precio mínimo para la exportación: Superior en un *uno por ciento* al que haya regido en España el mes anterior.

Cantidad máxima exportable: La que sea posible, teniendo abastecido el mercado nacional.

Esta Oficina eleva a V. E. este acuerdo a los efectos del artículo 9.º del Reglamento para su régimen interior, para su inserción en la *Gaceta de Madrid* y *Boletín Oficial* de la provincia de Barcelona.

Lo que comunico a V. E. para su conocimiento y efectos oportunos. Dios guarde a V. E. muchos años. Madrid, 22 de enero de 1931.—El Presidente, *Lorenzo Alonso Martínez*.

Excmo. Sr. Ministro de Fomento.

Circular (rectificada) fijando las cantidades de producción, precios para el mercado nacional y para la exportación y cantidad máxima exportable, para las sales potásicas. ("Gaceta" del 18.)

Excmo. Sr.: Tengo el honor de notificar a V. E. que cumplidos todos los trámites reglamentarios, esta «Oficina Reguladora de la Producción, Fábrica y venta de Sales potásicas», ha fijado las cifras que, según el artículo 11 de la ley de Sales Potásicas y los artículos 17 y 18 del Reglamento interior de esta Oficina, han de regir para la producción y venta de sales potásicas nacionales en el año 1931.

Dichas cifras son las siguientes:

Producción máxima: 180.000 toneladas de cloruro potási-

co del 80 al 85 por 100, u otras cifras de producción con igual equivalencia en cloruro potásico.

Producción mínima: 45.000 toneladas de cloruro potásico del 80 al 85 por 100, u otras cifras de producción con igual equivalencia en cloruro potásico.

Precio máximo para el mercado nacional: 250 pesetas por tonelada de cloruro potásico del 80 al 85 por 100, sobre estación de origen.

Precio mínimo para la exportación: Superior en un *uno por ciento* al que haya regido en España el mes anterior.

Cantidad máxima exportable: La que sea posible, teniendo abastecido el mercado nacional.

Esta Oficina eleva a V. E. este acuerdo a los efectos del artículo 9.º del Reglamento para su régimen interior, para su inserción en la *Gaceta de Madrid* y *Boletín Oficial* de la provincia de Barcelona.

Lo que comunico a V. E. para su conocimiento y efectos oportunos. Dios guarde a V. E. muchos años. Madrid, 22 de enero de 1931.—El Presidente, *Lorenzo Alonso Martínez*.

Excmo. Sr. Ministro de Fomento.

INDICE

Páginas

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <i>Ensayos industriales para caracterización de los aceites y grasas en sus principales aplicaciones industriales. (Combustión y engrase.)</i> Por los Ingenieros de Minas D. Ceferino López-Sánchez AVECILLA y D. Laureano Menéndez y Puget..... | 111 |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|

ESTADÍSTICA:

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de enero de 1931 | 190 |
| Producción de combustibles durante el mes de enero de 1931..... | 193 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante el mes de enero de 1931..... | 193 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de enero de 1931..... | 194 |

SECCIÓN OFICIAL:

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Personal..... | 197 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de febrero de 1931..... | 199 |

LEGISLACIÓN:

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Ministerio de Fomento.—Real orden disponiendo que durante el mes actual rijan los mismos precios que en el mes de enero próximo pasado para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 202 |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|

Páginas

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Fijando los precios que han de regir en el año actual para la producción y venta de sales potásicas | 202 |
| Circular (rectificada) fijando las cantidades de producción, precios para el mercado nacional y para la exportación y cantidad máxima exportable, para las sales potásicas | 203 |

**Boletín Oficial de Minas, Metalurgia
y Combustibles**



BOLETÍN OFICIAL
DE
MINAS, METALURGIA
Y COMBUSTIBLES

FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE

ENSAYOS INDUSTRIALES PARA CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEITES Y GRASAS EN SUS PRINCIPALES APLICACIONES INDUSTRIALES. (COMBUSTION Y ENGRASE.)

POR LOS INGENIEROS DE MINAS

D. CEFERINO LÓPEZ-SÁNCHEZ AVECILLA
Y D. LAUREANO MENÉNDEZ Y PUGET

(Continuación.)

Asfaltos.—Se distinguen las sustancias asfálticas duras y de alto punto de fusión, separables por el tratamiento con la bencina, y los productos blandos que funden por debajo de 100 grados, insolubles en la mezcla de alcohol y éter. Estas sustancias están esencialmente formadas por combinaciones oxigenadas y frecuentemente sulfuradas. Cuanto más bajo es su punto de fusión menor es su ley en oxígeno y más se aproxima su composición a la de las partes líquidas del petróleo.

Se supone que las sustancias asfálticas están formadas por oxidación y polimerización de los constituyentes terpénicos del petróleo.

A igualdad de constitución, el valor de un petróleo es tanto mayor cuanto más pobre es en sustancias asfálticas, por lo que es muy interesante su determinación.

Determinación del asfalto duro.—De dos a cinco gramos del petróleo se agitan en un matraz de un litro con 300 centímetros cúbicos de esencia de 0,696 a 0,700 de densidad y cuyo punto de ebullición esté comprendido entre 65 y 95 grados.

Después de doce horas, en que la temperatura de la esencia debe ser de 15 a 20 grados, se filtra el precipitado que se haya formado, lavándolo con esencia hasta que la evaporación del líquido de lavado no dé residuo de aceite. La parte insoluble que ha quedado en el filtro se disuelve en bencina caliente y se recoge en una cápsula tarada, volviéndose a pesar después de la evaporación de aquélla, con lo que se obtiene el peso del asfalto duro.

Cuando se trata de ensayos comparativos es muy importante la naturaleza de la esencia empleada, así como sus límites de ebullición.

Determinación del asfalto blando.—Se disuelven cinco gramos de petróleo en veinticinco veces su volumen de éter; el disolvente debe estar a 15 grados. Por medio de una bureta se añade a la disolución, gota a gota y agitando continuamente, una cantidad de alcohol de 96 grados igual a 12,5 veces el volumen del aceite empleado. Después de cinco horas de reposo a 15 grados se filtra el asfalto insoluble y se lava el precipitado con una mezcla de un volumen de alcohol y dos volúmenes de éter, hasta que en los líquidos de lavado no pasen sustancias aceitosas.

Se disuelve el asfalto en benzol y el líquido se recoge en una cápsula tarada, y como puede haber disuelto algo de parafina, el residuo de su evaporación se calienta con alcohol de 96 grados, hasta que los extractos no dejen nada de parafina por evaporación. Se seca el residuo a 105 grados durante un cuarto de hora y se pesa la cápsula que contiene el asfalto blando.

Azufre.—La determinación del azufre podemos hacerla por el procedimiento de la bomba Mahler o por el de Hempel-Graefe; pero preferimos el de Hauser, que es más exacto que los anteriores por la más perfecta combustión del aceite.

Determinación por el método de Klissling (1) del índice de resinificación.—Se calientan, en un matraz a 150 grados y durante doce horas, 50 gramos del petróleo. Se forma un depósito pulverulento, que se hace pasar por medio del éter de petróleo a un balón aforado de 500 centímetros cúbicos, que se llena hasta el trazo. Después de doce horas de reposo se filtra sobre un filtro tarado y se lava el precipitado con éter de petróleo hasta que éste no deje residuo por evaporación; después de seco el filtro, se pesa y tendremos el índice de resinificación.

Alquitrán Kissling (2).—El alquitrán Kissling se determina calentando en un matraz y a 80 grados 50 centímetros cúbicos del aceite con 50 centímetros cúbicos de una disolución alcohólica de sosa y se agita vigorosamente la mezcla durante cinco minutos. La disolución alcohólica de sosa se obtiene añadiendo 100 gramos de alcohol a 100 gramos de disolución de sosa al 7,5 por 100. La mezcla se coloca en un embudo separador y cuando los líquidos se hayan separado por la diferencia de su densidad, se recoge el líquido alcalino que contendrá los fenoles y después de filtrado se lleva a un embudo separador, donde se acidifica con clorhídrico y se efectúa una extracción con 50 centímetros cúbicos de benzol. Esta extracción se repite con otros 50 centímetros cúbicos de benzol y se recogerán los líquidos. Se evapora el benzol en una cápsula tarada y el peso obtenido referido a 100 nos dará el valor del alquitrán Kissling.

(1) *Chem. Ztg.*, núm. 77, 1906.

(2) T. DAY: *Text. method*, núm. 47, pág. 714.

Carbono fijo.—El residuo de carbón se determina empleando el método de Conradson descrito cuando tratamos de esta materia.

Hidrocarburos no saturados.—La determinación de los hidrocarburos no saturados se efectúa por medio del ácido sulfúrico empleando el procedimiento descrito al determinar el alquitrán sulfúrico.

Como este procedimiento es el que se emplea industrialmente para el refinado, esta determinación nos da también la pérdida en la refinación.

Indicaciones de más precisión se obtienen determinando el índice de yodo.

Determinación de los hidrocarburos aromáticos.—La determinación de los hidrocarburos aromáticos se efectúa por nitración empleando el aparato de Hess o por el método de sulfonación los que describiremos al tratar de las gasolinas.

Análisis elemental.—El análisis elemental lo efectuamos por combustión, siguiendo el método indicado al tratar de esta materia. El petróleo podemos quemarlo en la navicilla mezclado con una substancia inerte como la sílice bien lavada y calcinada.

Distinción de los petróleos de distintas procedencias.—Los ensayos referentes a la determinación del origen de un petróleo se concretan a la investigación del peso específico, al tratamiento con bromo, a la solubilidad en la mezcla de cloroformo y alcohol y a la determinación del grado Maumené.

Peso específico.—El peso específico de los petróleos americanos está generalmente comprendido entre 0,780 y 0,805, mientras que los rusos son más densos y su peso específico oscila entre 0,820 y 0,825.

Esta diferencia de densidad se aprecia mejor en las fracciones, que a igualdad de punto de ebullición tienen una diferencia en el peso específico de 0,04 de más en los productos de los petróleos rusos.

Tratamiento con el bromo.—Si tratamos tres centímetros cúbicos de petróleo con una gota de bromo, los petróleos americanos no toman coloración, mientras que los rusos y de otras procedencias adquieren un color amarillo anaranjado.

Índice de solubilidad.—Riche y Halphen (1) han hecho interesantes investigaciones a fin de comprobar el origen americano o ruso de un petróleo, fundándose en la diferente solubilidad que presentan, a una temperatura dada, los destilados de los petróleos, en una mezcla de volúmenes iguales de cloroformo y de alcohol de 93 grados.

En un matraz Erlenmeyer se introducen cuatro gramos del producto y con una bureta se añade gota a gota el disolvente cloroformo-alcohol, agitando el matraz para favorecer la mezcla de los líquidos. Al principio se produce una turbidez que va aumentando, pasa por un máximo, decrece y desaparece rápidamente. Cuando llega este momento se lee el número de centímetros cúbicos empleados.

Los resultados obtenidos por Riche y Halphen pueden resumirse en el siguiente cuadro:

(1) *Journal de Pharmacie et de Chimie* 5.^a serie, t. XXX, pág. 268.

| Densidad de las fracciones | Petróleos americanos | | | Petróleos rusos | | |
|----------------------------|----------------------|------|-------|---------------------|------|-------|
| | Centímetros cúbicos | | | Centímetros cúbicos | | |
| | max. | min. | medio | max. | min. | medio |
| 0,750 | 4,9 | 3,5 | 4,2 | | | 4,3 |
| 760 | 5,0 | 3,7 | 4,3 | | | 4,0 |
| 770 | 5,3 | 3,9 | 4,6 | 3,9 | 3,75 | |
| 780 | 6,0 | 4,4 | 5,2 | 4,8 | 3,4 | 4,1 |
| 790 | 6,9 | 5,0 | 5,9 | 4,9 | 3,5 | 4,2 |
| 800 | 7,8 | 5,5 | 6,6 | 4,3 | 3,8 | 4,0 |
| 810 | 8,8 | 6,6 | 7,7 | 4,5 | 3,9 | 4,2 |
| 820 | 11,0 | 8,0 | 9,5 | 4,8 | 4,3 | 4,5 |
| 830 | 18,0 | 9,6 | 11,3 | 5,6 | 4,4 | 5,0 |
| 840 | | | | 6,1 | 5,0 | 5,5 |
| 850 | | | | 7,0 | 5,8 | 6,4 |
| 860 | | | | 10,1 | 6,3 | 8,2 |
| 870 | | | | 12,7 | 6,8 | 9,7 |
| 880 | | | | 15,4 | 8,5 | 11,9 |

Con estos datos se pueden construir unas curvas obtenidas tomando como abscisas las densidades de los productos destilados y como ordenadas los centímetros cúbicos necesarios para disolver cuatro gramos de ellos.

De la observación del cuadro se deduce que tomando los resultados medios la distinción de los petróleos se acusa claramente en las fracciones de densidad superior a 0,800 y por lo tanto la determinación debe hacerse sobre las fracciones cuyo peso específico esté comprendido entre 0,800 y 0,830.

Determinación del grado Maumené.—Método de Kissling (1).—El calentamiento que se produce al agitar los aceites con ácido sulfúrico concentrado puede servirnos para la caracterización de los petróleos, puesto que es proporcional a la cantidad de hidrocarburos capaces de reac-

(1) *Chemiker Zeitung*, núm. 81, 1905.

cionar con dicho ácido. En los productos de la destilación del petróleo, solamente en las esencias de *cracking* puede este método dar indicaciones interesantes.

La operación se efectúa en el tubo con dos llaves representado en la figura 44.

Este tubo lleva en uno de sus lados un termómetro cuya graduación, en décimas de grado, está comprendida entre 10 y 50 grados.

El aparato va dispuesto en una caja de madera forrada de corcho, de manera que después de la agitación se encuentre bien aislado y no pierda calor por radiación.

Se introducen en el tubo 25 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico que contenga 5 por 100 de anhídrido y después, con cuidado y procurando que no se mezclen los líquidos, 50 centímetros cúbicos del petróleo que se ensaya.

Se introduce el aparato en la caja, procurando no agitarlo, y se hace la lectura en el termómetro cuando la temperatura esté fija. Se agita para que se efectúe la mezcla de los líquidos, y se observa la temperatura máxima marcada por el termómetro.

La diferencia entre la temperatura inicial y la temperatura máxima da una medida de la ley del producto examinado en hidrocarburos, que reaccionan con el ácido sulfúrico.

A continuación damos un cuadro con los resultados obtenidos operando sobre productos de distintas procedencias:

| ORIGEN | Temperatura inicial | Temperatura final | Diferencia |
|-----------------------------------|---------------------|-------------------|------------|
| Pensilvania... | 24°,3 | 39°,4 | 15°,1 |
| Galicia..... | 25°,6 | 46°,5 | 20°,9 |
| Alemania (Wietze), ligero..... | 23°,2 | 44°,3 | 21°,1 |
| Idem id., pesado..... | 22°,7 | 46°,1 | 23°,4 |
| Rumania..... | 24°,7 | 49°,8 | 25°,1 |
| Java..... | 23°,9 | 51°,0 | 27°,1 |
| Japón..... | 24°,5 | — | más de 50° |

ESENCIAS

Las esencias son las fracciones más volátiles de los petróleos, obtenidas por la destilación de éstos hasta 150 grados. Estos productos se llaman esencias en Francia, bencinas en Alemania, nafta en América, y *esprit* en Inglaterra.

El rendimiento de los petróleos en esencias es muy variable. Según Holde, el de los petróleos de América varía del 40 por 100, que dan ciertos productos de Oklahoma, al 1 por 100 que dan los petróleos mejicanos de Panuco. El rendimiento medio de los petróleos de los Estados Unidos, que suministran la mayor parte de la producción mundial, ha sido en estos últimos años del 11 por 100.

El enorme consumo de esencias, aumentado considerablemente por el extraordinario desarrollo del automovilismo, aviación, etc., y la escasez cada día mayor de petróleos ricos en esencias, ha hecho desarrollarse extraordinariamente en estos últimos años la destilación destructiva o *cracking* de los hidrocarburos pesados. Principalmente para esta operación se emplean los *gas oil*, que se prestan mejor a ella.

Estas esencias, obtenidas por descomposición de los hidrocarburos pesados, se diferencian de las naturales por su elevado porcentaje en combinaciones no saturadas, su color amarillento y el olor característico llamado de *cracking*. El índice de yodo de estas esencias es muy elevado; así, una esencia obtenida de *gas oil* bajo una presión de cinco atmósferas dió un índice de yodo que se elevó a 139, mientras que las esencias obtenidas por destilación del petróleo, formadas por hidrocarburos saturados y nafténicos, tienen un índice de yodo sumamente débil.

Kissling distingue las siguientes esencias:

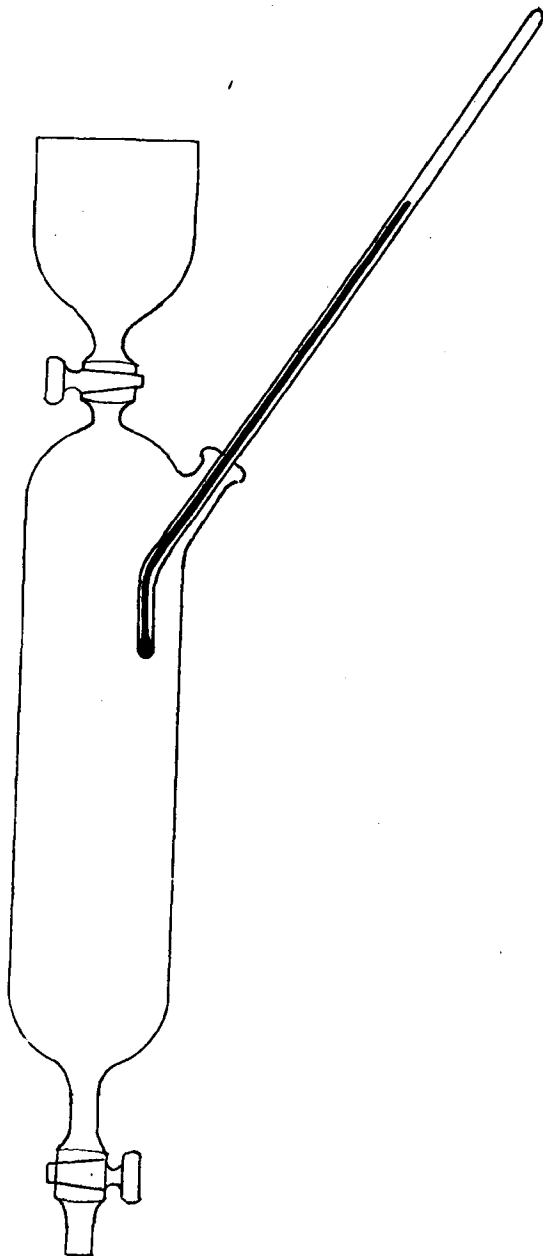


Figura 44.

Esencias ligeras.—A este grupo pertenecen el rigoleno y el cinogeno (1), la gasolina o éter de petróleo, así como las esencias de motores, cuya densidad varía de 0,695 a 0,725, según que sean destinados al turismo o a pesos pesados.

Esencias medias.—Comprenden la esencia mineral del comercio $d = 0,710/0,735$, la esencia de limpieza $d = 0,725/0,750$, y la esencia para lámparas de minas que por razones de seguridad y para evitar las deflagraciones no debe tener, según Broockmann, fracción que pase por debajo de 60 grados ni fracciones elevadas que dejen después de la extinción espontánea de la lámpara olor pronunciado a petróleo.

Las esencias destinadas a la limpieza deben hervir por bajo de 100 grados, pues las fracciones que lo hacen a temperaturas superiores tienen olores desagradables, que es difícil eliminar de las telas que se han limpiado con ellas.

Esencias pesadas.—En ellas está comprendida la esencia que se empleaba en el antiguo alumbrado doméstico, la esencia pesada de motores $d = 0,735/0,770$ y la esencia de barniz.

Las esencias se comportan de muy distinta manera, según los petróleos de que proceden, en cuanto a su poder disolvente, a la cantidad de aire que necesitan para su combustión y a otras propiedades.

Análisis de las esencias.—Las determinaciones que conviene efectuar con las esencias son: destilación fraccionada, peso específico, color, transparencia, olor, ensayo *Doctor*, hidrocarburos no saturados y corrosión y substan-

(1) Tipos americanos: el primero contiene pentano $d = 0,630$, y el segundo butano $d = 0,590$.

cias resinosas. Con menos frecuencia se determina el calor de combustión, hidrocarburos aromáticos, acidez, tensión de vapor, azufre, viscosidad y análisis elemental.

Destilación fraccionada.—La destilación fraccionada se efectúa en el aparato Engler-Ubbelohde siguiendo el procedimiento indicado cuando tratamos de dicha materia y efectuando las correcciones de temperatura y presión cuando ésta es inferior a 755 milímetros y superior a 765. Como esencias se consideran los productos que contienen el 10 por 100 de fracciones superiores a 150 grados.

Destilando por veinteavas partes, como dijimos al tratar de la destilación fraccionada del petróleo bruto, se pueden construir las curvas térmica y de composición.

Peso específico.—El peso específico de las esencias puede determinarse con los hidrómetros, con el picnómetro o con la balanza de Mohr.

Color.—Las esencias son incoloras o ligeramente amarillentas, y para la especificación de su color se puede emplear el colorímetro de Stammer o el de Saybolt.

Transparencia.—Las esencias son transparentes, determinándose su grado de transparencia por el mismo procedimiento que en los petróleos brutos.

Olor.—Las esencias deben tener un olor agradable, pues los productos de olores pronunciados y desagradables son ricos en azufre y proceden del *cracking* de aceites pesados.

Ensayo Doctor.—Este ensayo es muy interesante porque permite juzgar del estado de las esencias, sobre todo de las gasolinas.

El reactivo *Doctor* se prepara disolviendo 125 gramos

de sosa en un litro de agua. Se añaden 70 gramos de litargirio (PbO) y se agita el líquido vigorosamente durante quince o treinta minutos, dejándolo en digestión durante veinticuatro horas, agitando de vez en cuando. El líquido claro se decanta y se conserva en una botella bien tapada.

Para verificar la determinación se agitan en un tubo de ensayo durante quince minutos dos volúmenes de esencia y uno del reactivo *Doctor*. Se añade un poco de flor de azufre, agitando por espacio de otros quince minutos.

Si la esencia se decolora y la película de azufre, que habrá quedado en la superficie de separación de los dos líquidos, se oscurece hasta desaparecer el color amarillo, la reacción será positiva y puede decirse que el producto está agrio. Por el contrario, si el azufre no cambia de color o se pone ligeramente gris, la reacción es negativa y el producto está en buenas condiciones.

Corrosión y sustancias resinosas.—Este ensayo se efectúa en una cápsula hemisférica de cobre, recientemente pulimentada y de nueve centímetros de diámetro, la cual se llena con una cantidad determinada de esencia y se coloca en un baño de vapor hasta que desaparezca la parte volátil. Si la gasolina contiene azufre o compuestos corrosivos de él, el fondo de la cápsula se oscurecerá y los residuos resinosos quedarán en aquél y pueden pesarse. También puede reconocerse la presencia de residuos ácidos.

Punto de inflamación.—El punto de inflamación, tratándose de productos volátiles, lo determinamos en vaso cerrado y podemos emplear el método Abel, que es el que mejor se presta para las esencias.

Viscosidad.—Puede determinarse por cualquiera de los procedimientos descritos, pero el más indicado para las esencias es el método Baumé-Vigneron.

Calor de combustión.—Su determinación se hace con la bomba Mahler, siguiendo las indicaciones hechas al tratar del petróleo. El calor de combustión de las esencias es, aproximadamente, de 11.200 calorías. Para el hexano (punto de ebullición, 69 grados) es de 11.500 calorías y de 11.370 para el heptano (punto de ebullición, 99 grados).

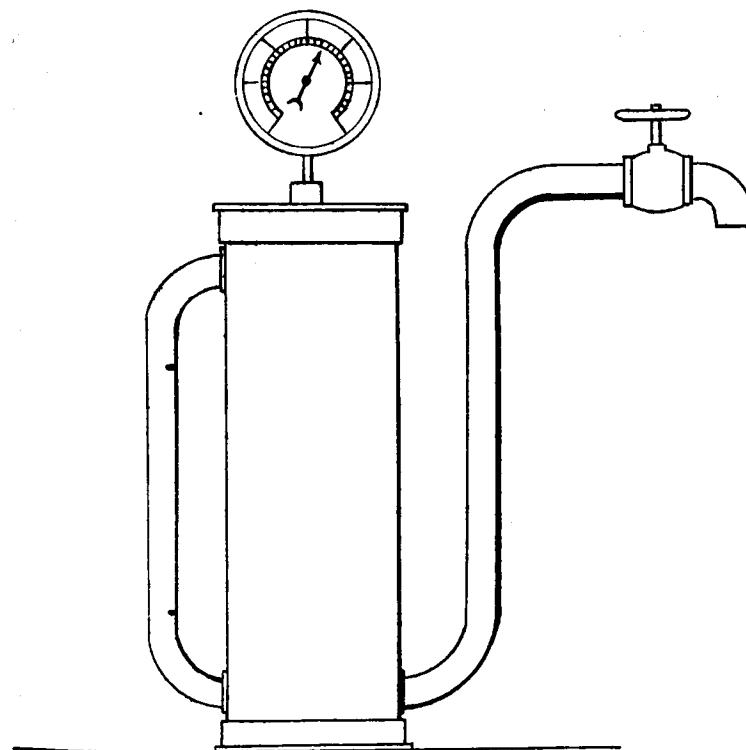


Figura. 45

Tensión de vapor.—El aparato empleado en este ensayo consiste en una bomba de latón (fig. 45) de 50 milímetros de diámetro y de 238 de alto, y en cuya parte superior va atornillado un manómetro. En uno de los lados de la bomba va un tubo de cristal que permite ver la altura del líquido en el cilindro de latón.

El tubo de cristal lleva dos marcas: una en la parte superior, que indica que hay 200 centímetros cúbicos de espacio libre sobre el líquido, y la inferior marca que el espacio es de 400 centímetros cúbicos. Al otro lado de la bomba existe, en su parte inferior, un tubo con una válvula de aguja que sirve para introducir la esencia en el aparato.

La operación se conduce de la siguiente manera: se llena el cilindro con la esencia. La bomba se coloca en un lugar caliente, eliminando el exceso de líquido. Se pone la bomba a una temperatura de 35 o 38 grados, metiéndola en un baño de agua hasta que la esencia adquiere dicha temperatura. Se saca la bomba del baño y se extrae esencia hasta que marque el nivel 200 centímetros cúbicos, introduciéndose nuevamente en el baño a la misma temperatura y hasta que el manómetro marque una presión constante, de la cual se toma nota.

Se saca el cilindro nuevamente del baño y se extrae esencia hasta la marca de 400 centímetros cúbicos, se vuelve al baño y cuando la presión es constante, conservándose siempre la temperatura a 38 grados, se efectúa la lectura en el manómetro.

La tensión de vapor de la gasolina a la temperatura indicada vendrá dada por dos veces la diferencia entre la segunda y la primera lecturas.

Cuando se desea conocer la tensión de vapor a varias temperaturas se sigue un procedimiento análogo, usando varios baños a las temperaturas deseadas.

Esta determinación tiene interés para cuestiones de almacenaje, depósitos, etc.

Acidez.—La acidez se determina por el procedimiento que ya hemos descrito.

Azufre.—La determinación del azufre se hace por cualquiera de los procedimientos indicados, tomando, si se usa el procedimiento Hauser, las precauciones debidas para cuando se opera sobre un aceite volátil.

Análisis elemental.—El análisis elemental lo efectuamos por el método de combustión en el horno eléctrico pesando el aceite en el tubo adicional que indicamos al describir el procedimiento.

Determinación del sulfuro de carbono.—Para investigar el sulfuro de carbono, que procede generalmente de la adición de esencia bruta a las cabezas de bencina, se tratan 10 centímetros cúbicos de la esencia con cuatro o cinco gotas de fenilhidraeína y se deja digerir una hora u hora y media, agitando frecuentemente. Hasta 0,03 por 100 de sulfuro de carbono produce un precipitado perfectamente visible de fenilhidraeína-fenilsulfocarbocina.

Determinación de la esencia de trementina y del aceite de pino.—La esencia de trementina, por su elevado precio, no se emplea para mixtificar las esencias, pero se usa corrientemente el producto llamado *sustitutivo de la trementina*, que no tiene las características de ésta y cuyo olor se le da con el terpineol. Por otra parte, cuando la esencia tiene un olor demasiado pronunciado a consecuencia de un refinado defectuoso, se disimula este olor con la trementina o con el aceite de pino con la acción simultánea de un álcali.

Para determinar cualitativamente la presencia de aquellas sustancias en la esencia se añade una gota de disolución de yodo Waller a cinco centímetros cúbicos de aquélla, que se colorea en rosa, conservando esta coloración durante media hora si no existen la trementina o el aceite de pino, que la decoloran.

Hidrocarburos no saturados y aromáticos.—La determinación de los hidrocarburos no saturados se hace por los procedimientos empleados en los petróleos brutos; esto es, la investigación del alquitrán sulfúrico y muy principalmente el índice de yodo, que en las esencias de *cracking* es muy elevado.

La determinación del grado Maumené es de un gran interés para apreciar la constitución de una esencia. Se encuentran en el comercio esencias de poco valor obtenidas por *cracking* y compuestas principalmente de carburos no saturados. Estos productos se diferencian de las esencias naturales por su elevado grado Maumené, como se puede comprobar en el siguiente cuadro:

| | Temperatura inicial | Temperatura final | Diferencia Calentamiento |
|-------------------------------|---------------------|-------------------|--------------------------|
| Esencia americana..... | 27°3 | 38°,00 | 10°,7 |
| Idem de la India..... | 27°,2 | 38°,40 | 11°,20 |
| Idem de Rumania..... | 23°,6 | 36°,00 | 12°,40 |
| Idem de <i>cracking</i> | 24°,0 | 74°,00 | 50°,00 |

Los hidrocarburos aromáticos se determinarán por refracción como en los petróleos.

También pueden determinarse por el procedimiento adoptado por el *Forest Products Laboratory*. Se introducen 10 centímetros cúbicos de la esencia en una probeta graduada y se añaden 40 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico 37 N. Este ácido se prepara añadiendo la conveniente cantidad de sulfúrico fumante al ácido de 1,84 de densidad. Los 40 centímetros cúbicos se añaden en porciones de 10 centímetros cúbicos y la mezcla después de estar a una temperatura de 100 grados por espacio de una hora se deja enfriar y se lee el aumento de volumen experimentado por el sulfúrico, que nos dará la cantidad de hidrocarburos aromáticos atacados por dicho ácido.

Este mismo procedimiento puede seguirse en el examen de los petróleos brutos y de los productos de la destilación de la hulla.

Si se quiere comprobar rápidamente la existencia de carburos aromáticos se añade al producto ensayado una pequeña cantidad de asfalto pulverizado y previamente lavado con gasolina.

Si el líquido queda incoloro podemos concluir la existencia de hidrocarburos aromáticos.

Análisis químico de las esencias por el método de la temperatura crítica de disolución en la anilina. (T. C. D.)

Este método rápido de análisis es aplicable a las esencias que destilan por bajo de 140 grados y que por lo menos contienen de 15 a 20 por 100 de hidrocarburos aromáticos y una pequeña cantidad de etilénicos.

Emplearemos las siguientes fórmulas cuyos coeficientes han sido determinados por la experiencia:

$$T' = T + 0,4 E$$

$$Ar = 1,18 (T'' + 0,2 - T')$$

$$C = \frac{72 - (T'' + 0,2)}{72 - 39,5} (100 - Ar - E)$$

$$Ac = 100 - Ar - C - E$$

En ellas representan:

E — el porcentaje de hidrocarburos etilénicos expresados en amileno.

Ar — el de aromáticos (benceno, tolueno, xilenos).

C — el de hidrocarburos cíclicos saturados.

Ac — el de carburos acíclicos.

T — la temperatura crítica de disolución (T. C. D.) de la esencia en la anilina.

T' — la T. C. D. de la esencia privada de los hidrocarburos etilénicos.

T'' — la T. C. D. de la esencia después de eliminados los hidrocarburos etilénicos y aromáticos por tratamiento con ácido sulfonitrico.

En el valor de C, 72 representa la T. C. D. global de los acíclicos saturados y 39,5 la de los cíclicos saturados.

El problema, por consiguiente, queda reducido a determinar E, T y T''.

Valor de E.—Esta determinación se efectúa hallando el índice de bromo.

En un frasco de tapón esmerilado se echan 10 centímetros cúbicos de una disolución al 20 por 100 de ácido sulfúrico de 66 grados y cinco centímetros cúbicos de la esencia que se estudia. Con una bureta se añade una disolución de bromuro y bromato de potasio que tiene la siguiente composición:

| | |
|-------------------------------------|--------------|
| Bromuro de potasio..... | 9,917 gramos |
| Bromato id. | 2,783 » |
| Agua: hacer un litro de disolución, | |

hasta que una ligera coloración anaranjada persiste después de agitación durante cinco minutos.

Si se han añadido *n* centímetros cúbicos el valor de E vendrá dado por

$$E = \frac{0,7 n}{0,7 \pm 10\delta}$$

suponiendo que la densidad de la esencia es igual a $0,7 \pm \delta$.

Determinación de T.—En un tubo de ensayo se echa un centímetro cúbico de anilina pura y por medio de una pipeta graduada de un centímetro cúbico se añaden unas décimas de la esencia que se estudia. Se tapa el tubo con un tapón que ajuste bien y que lleva un buen termómetro (0° — 80°) dividido en décimas.

Se sumerge el tubo en un baño-maría, agitándolo para que los líquidos se mezclen bien, se retira el fuego del baño y se deja enfriar hasta una temperatura *t*, a la que claramente se observa una turbidez en el líquido. *t* es la tempe-

ratura de saturación correspondiente a la concentración C de la esencia.

Se añade esencia en cantidades de décimas de centímetro cúbico y se hallan de la misma manera las temperaturas *t*₂, *t*₃—que corresponden a las concentraciones C₂, C₃—etcétera. Con estos datos se construye una curva, tomando como abscisas las concentraciones y las temperaturas como ordenadas. Esta curva presenta un máximo y la temperatura correspondiente a ese máximo es la T. C. D. de la esencia estudiada con respecto a la anilina.

Cuando la esencia es rica en productos volátiles que destilan antes de 60 grados, es preciso operar en un tubo cerrado a la lámpara, conduciendo la operación en la misma forma.

Conociendo E y T tenemos el valor de T' y no nos queda más incógnita que T''.

Determinación de T''.—Para la determinación de T'', que se efectúa en la forma descrita para T, hay que eliminar por nitración los carburos aromáticos y etilénicos.

Para efectuar la nitración se introducen en un frasco con tapón esmerilado y de una capacidad de 200 centímetros cúbicos, 50 centímetros cúbicos de esencia, a la que se añade lentamente y en frío la mezcla sulfonítrica constituida por dos partes, en peso, de ácido sulfúrico del 90 por 100 y tres partes de ácido nítrico fumante de 89 por 100, agitando el matraz cada vez que se adiciona y procurando mantenerlo frío. Se decanta la esencia y se repite la operación con nueva mezcla ácida hasta que ésta no se enturbia aunque se someta a una baja temperatura.

Después de la nitración se trata la esencia con su volumen de ácido sulfúrico, que absorbe los productos nitrosos y los dinitrocarburos que han quedado en disolución; esta operación se repite dos o tres veces, con lo cual tenemos la esencia en condiciones de determinar T''. Una vez conoci-

dos los valores de E, T, T' y T'' podemos obtener los de Ar, C y Ac.

La anilina destinada a estos ensayos debe ser químicamente pura y estar completamente seca. Debe conservarse en la obscuridad y en frascos negros.

Este procedimiento, debido a L. S. Simón y Chavame (1), es sencillo y da resultados muy aproximados, siendo fácil su manipulación.

(1) C. R. Acad. Sc. t. 168, núm. 22, 1919.

ACEITES LAMPANTES

La fracción comprendida entre las esencias y los aceites de engrase se llama en Francia aceite lampante, en Alemania se la designa con el nombre de petroleum y en América con el de keroseno. Los aceites lampantes comerciales suelen contener una cantidad variable de productos inferiores y superiores, respectivamente, a 150 y 300 grados, pero las buenas calidades no contienen más que aceites comprendidos entre dichas temperaturas. Los buenos petróleos lampantes deben tener un punto de inflamación superior a 21 grados (ensayo Abel) y arder en cualquier lámpara con llama clara, de altura constante y sin dar humo ni mal olor.

Los distintos petróleos producen aceites lampantes de calidades muy diversas. Se distinguen los aceites ordinarios de punto de inflamación bastante elevado; los ligeros, ricos en hidrógeno, y los pesados, de elevada ley en carbono. Entre los ligeros figuran los americanos de Pensilvania, de 0,800 de densidad; el *Water white*, de punto de inflamación más elevado y de 0,790 de densidad, y el Korffs Kaiserol, de punto de inflamación muy elevado. Entre los tipos pesados figuran los procedentes de los petróleos rusos, austriacos y rumanos.

Las determinaciones que se efectúan en estos aceites son: destilación fraccionada, peso específico, color, olor, transparencia, viscosidad, punto de solidificación, punto de inflamación y combustión, azufre, ensayo *Doctor* y ensayo de precipitación. Con menos frecuencia se determina: potencia calorífica, acidez, corrosión y residuo resinoso, presión del vapor, análisis elemental, hidrocarburos aromáticos, hidrocarburos no saturados y éter sulfúrico.

Destilación fraccionada.—La destilación fraccionada se efectuará, lo mismo que en las esencias, en el aparato Engler-Ubbelohde. Según Holde (1), un aceite lampante debe contener cuando más el 10 por 100 de productos que destilen antes de 150 grados, y 15 por 100 de aceites que lo hagan por encima de 300 grados. Una proporción grande de aceites que destilan por encima de 300 grados provoca una combustión defectuosa. Los buenos petróleos lampantes contienen por lo menos 90 por 100 de fracción media y menos de 5 por 100 de productos superiores a 300 grados. Kissling (2) opina que no se puede llegar a la conclusión de la bondad o mala calidad de un petróleo lampante partiendo de la destilación fraccionada y que los resultados no deben ser tomados más que como datos comparativos.

Como en el caso de los petróleos brutos y esencias podemos trazar las curvas de composición y térmica.

Peso específico.—El peso específico lo podemos determinar por los hidrómetros, balanza de Mohr o procedimiento del frasco, efectuando las correcciones que indicamos, cuando, en general, tratamos de este asunto.

Color.—El color de los aceites juega en su comercio un papel preponderante.

Un petróleo lampante normal, bajo un espesor de 10 centímetros debe ser completamente transparente y a lo más estar teñido de un ligero color amarillento. El *Water white* es incoloro y lo mismo sucede con las clases refinadas.

La determinación del color puede efectuarse con los colorímetros de Stammer, Saybolt o Wilson. Este último se emplea mucho en Bakou y el Saybolt en los Estados Unidos.

(1) HOLDE, *Huilles et graises*, pág. 170-1929.

(2) *Manuel de Laboratoire pour l'Industrie du pétrole*, 1924, pág. 57.

Olor.—El olor del petróleo no debe ser acre ni trascender a productos sulfurados.

Transparencia.—Ya hemos dicho que los buenos lampantes deben ser transparentes y limpios. Se puede apreciar el grado de transparencia empleando el mismo procedimiento indicado en los petróleos brutos.

Viscosidad.—La viscosidad se determina por el procedimiento de Engler o por el de Saybolt.

Punto de solidificación.—El punto de solidificación se puede determinar por el método del tubo de ensayo.

Punto de inflamación y combustión.—El punto de inflamación y combustión puede determinarse por el procedimiento Abel. En Rusia emplean el Pensky-Martens.

Azufre.—Desde el momento en que se han explotado petróleos como los de Texas y Ohio que contienen cantidades elevadas de azufre, su determinación es de gran interés en los aceites lampantes, pues su ley elevada de azufre produce durante la combustión un olor muy desagradable. Sin embargo, el azufre que no está en combinación sulfúrica no tiene acción sobre el poder luminoso del petróleo; en cambio los ácidos sulfuconjugados producen una carbonización de la mecha que disminuye el poder luminoso.

La determinación del azufre puede efectuarse por el procedimiento de Heusler-Engler que ya hemos descrito. Este procedimiento tiene el inconveniente de la manipulación, por lo que preferimos el de Hauser, de resultados exactos y de manipulación sencilla.

Ensayo Doctor.—El ensayo *Doctor* se practica en la forma descrita para los petróleos y esencias.

Ensayo de precipitación.—Los aceites pueden dejar por calentamiento sustancias insolubles, circunstancia que tiene gran interés en los aceites lampantes destinados al alumbrado, pues estas sustancias insolubles producen deflagraciones durante la combustión.

El ensayo se efectúa colocando 300 centímetros cúbicos del aceite filtrado en un erlenmeyer, en cuya boca se pone un corcho con un termómetro.

El erlenmeyer se calienta en un baño de arena, elevando lentamente la temperatura de manera que al cabo de una hora sea de 116 grados, temperatura que se conserva por espacio de seis horas. El aceite se decolorará, y si han precipitado sustancias insolubles podrán apreciarse dando al matraz un ligero movimiento de rotación que las levantará del fondo de aquél.

Potencia calorífica.—La potencia calorífica se determina por medio de la bomba calorimétrica.

El poder calorífico de los aceites lampantes varía entre 11.011 y 11.100 calorías para densidades comprendidas entre 0,793 y 0,812, y puntos de inflamación entre 22 y 35,5 grados.

Hidrocarburos no saturados.—Los hidrocarburos no saturados se determinan haciendo el ensayo del alquitrán sulfúrico. Estos hidrocarburos comunican a la llama del aceite una coloración rojiza que la hace poco luminosa.

El índice de yodo también suministra datos muy interesantes.

La absorción de bromo permite determinar con rapidez el origen de los aceites lampantes. Se tratan tres centímetros cúbicos del aceite con una gota de bromo. Si la decoloración es instantánea, el aceite procede de un petróleo americano.

En los aceites procedentes de los petróleos rusos la colo-

ración rojiza persiste durante algún tiempo.

Hidrocarburos aromáticos.—Los hidrocarburos aromáticos se determinan por nitración siguiendo el procedimiento indicado para los petróleos brutos y las esencias.

Acidez y saponificación.—La acidez y el índice de saponificación se determinan por los procedimientos que se describieron con detalle en la parte general.

Corrosión y residuo resinoso.—Se determinan con la cápsula de cobre, según describimos al tratar de las esencias.

Presión del vapor.—La presión del vapor se determina en el aparato representado en la figura 46, que consiste en un recipiente cilíndrico *a*, resistiendo una presión elevada y análogo a los que se emplean corrientemente para contener oxígeno a presión. En uno de sus extremos lleva ator-

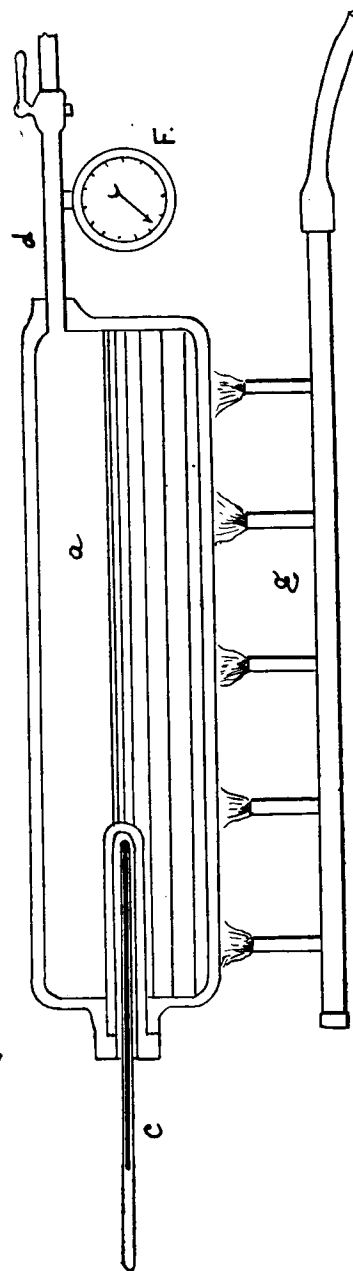


Figura 46.



nillado un termómetro *c* que entra en una cavidad que forman las paredes del cilindro, cuya capacidad es de litro y medio. En el otro extremo lleva un tubo *d* con un manómetro *f* que marca hasta 200 atmósferas, y una llave para dar salida a los gases.

Se introducen en el cilindro 500 centímetros cúbicos del aceite y se calienta lentamente con el mechero *g*.

Cada 15 kilogramos de presión se toma la temperatura correspondiente, trazándose una curva con estos datos. La temperatura no se llevará más allá de 350 grados.

Análisis elemental.—El análisis elemental se efectúa por combustión en el horno eléctrico o en la bomba calorimétrica.

Éter sulfúrico.—Procede del tratamiento con sulfúrico para el refinado y produce la carbonización de las mechas (1).

Para determinar el éter sulfúrico se calienta el aceite en un baño de parafina y a 140 grados con anilina, que en presencia de estos compuestos se transforma en sulfato de anilina, produciendo una turbidez en el líquido. Se puede filtrar el precipitado y determinar en él el ácido sulfúrico, por descomposición del sulfato de anilina con agua.

Ensayo de combustión.—Este ensayo consiste en ver la cantidad de aceite consumido, quemándole en determinadas condiciones y durante un período de tiempo conveniente.

La combustión se verifica en una lámpara tipo provista de un quemador conveniente. A continuación damos las características de algunas lámparas:

| LÁMPARAS QUEMADOR | Magowan Núm. 1. | Saybolt Núm. 2. | Duplex Núm. 3. |
|----------------------------------------------------------------------|--------------------|--------------------|-------------------|
| Modelo de mecha..... | Ribbon | Ribbon | Ribbon |
| Ancho de la mecha..... | 0,016 ms. | 0,025 ms. | 0,028 ms. |
| Depósito de | crystal | metal | metal |
| Capacidad del depósito.... | 525 625 c. c. | 800 c. c. | 900 c. c. |
| Distancia del extremo de la mecha al fondo del depó- sito..... | 0,140 ms. | 0,140 ms. | 0,177 ms. |
| Volumen de aceite usado.. | 500 600 c. c. | 800 c. c. | 600 c. c. |
| Altura de la llama | 0,025 ms | 0,025 ms. | 0,025 ms. |
| Duración del ensayo..... | 8 72 horas | 8-72 horas | hasta sequedad |

Elegido el tipo de lámpara con el quemador y el tubo conveniente y bien limpio éste y la mecha, que conviene cambiar en cada ensayo, se llena el depósito de la lámpara, que se pesa, igualando previamente la mecha de manera que dé una llama uniforme. Se enciende y regula la altura de la llama con arreglo a las dimensiones del cuadro anterior.

Después de arder una hora se ajusta la altura de la llama y se pesa nuevamente la lámpara. La cantidad de aceite consumido debe ser de 43 centímetros cúbicos por hora.

La lámpara sigue encendida continuamente durante setenta y dos horas sin arreglar la mecha y llenando los tres cuartos del depósito cada período de ocho horas, pesando, naturalmente, la cantidad de aceite introducido. Transcurridas las setenta y dos horas, se pesa finalmente la lámpara y se calcula la cantidad de aceite consumido. Se observa cuidadosamente la mecha, la altura y anchura de la llama y el estado del tubo.

(1) *Zeih. fur. angew. Chem.*, 1904, pág. 264.

GAS OIL

Llámanse así los aceites adecuados a la producción de gas, bien para alumbrado bien para motores.

El procedimiento para gasificar los aceites está fundado en su brusca vaporización haciéndolos caer gota a gota sobre una superficie al rojo, lo cual hace comprender que en tales condiciones todo aceite puede producir gas; ahora bien: el méτρο cúbico del obtenido tiene un determinado valor y el precio del aceite empleado para ello puede o no consentir su empleo a tal aplicación. En una palabra, aunque todos los aceites pueden producir gas, económicamente no se aplican a ese fin más que aquellos que no pueden ser vendidos a mayor precio para otras aplicaciones. Reúnen estas condiciones los productos de destilación del petróleo, que serían malos lampantes y malos lubricantes; es decir, las fracciones que destilan entre 200 grados centígrados y 450 grados centígrados.

Según esto, son los aceites de densidad comprendida entre 0,8 y 0,85, viscosidad escasa, 2,1 grados Engler, y bajo punto de ebullición.

Dos factores fijan su valor: el rendimiento en gas y el poder calorífico, cuyo producto llamó Hempel *índice de efecto*.

Sus propiedades físicas pueden determinarse con los mismos aparatos y los procedimientos descritos al hablar de los aceites lampantes. En cuanto al rendimiento en gas se emplean los aparatos de Wernecke, Ubbelohde y Philipide, que no describimos tanto por estarlo muy detalladamente en obras clásicas, como la de Holde por ejemplo, como por ser de demasiada complicación para laboratorios industriales, a menos de tratarse de los directamente interesados en el asunto, quienes ya los poseen y conocen.

ACEITES DE ENGRASE

Dada la inmensa variedad de mecanismos hoy en uso y las diferentes condiciones en que trabajan, se comprende la diversidad de tipos de lubricantes que la industria ha menester. Antes se resolvían los problemas del engrase con aceites de origen vegetal o animal; hoy la cosa ha cambiado al extenderse los productos derivados del petróleo y de la hulla, tanto por su menor costo y gran producción como por muchas cualidades, entre ellas la mayor estabilidad que presentan comparados con los aceites grasos animales y vegetales. La complejidad de las distintas características que han de reunir la variedad de los lubricantes empleados ha traído como consecuencia la introducción de mezclas, agregaciones de cuerpos apropiados, etc., todo con el fin de poner en el mercado productos para todas las exigencias, lo cual trae aparejada una complicada serie de determinaciones y preparaciones muchas veces destinadas a descubrir el fraude, el cual afecta no sólo al mejor o peor empleo del dinero destinado a adquirirlos, sino también al deterioro o mal funcionamiento de la maquinaria; así, vemos aceites minerales mezclados con grasas, adiciones de resinas, jabones, asfaltos, ceras, etc., incorporaciones de aceite de caucho y un sinnúmero de mixtificaciones.

Hay muchos casos en que no puede hacerse el engrase con aceites más o menos viscosos, recurriéndose en ellos a sustancias pastosas en más o menos alto grado, llamados grasas duras o consistentes, así como también a los grafitos, ya solos ya molidos o mezclados con otras materias preparadas de modo especial, constituyendo los llamados grafitos coloidales.

Para proceder con orden en este estudio, empezaremos por considerar los aceites de origen animal y su clasifica-

ción, indicando los procedimientos para su reconocimiento, y en segundo lugar lo relativo a grasas consistentes.

Al hablar de la destilación del petróleo bruto se ha indicado que los distintos productos obtenidos eran: esencias, petróleo lampante, gas oil y mazout. Este último y las fracciones de su destilación son los aceites minerales de engrase que sometidos al refinado dan productos de mayor o menor pureza según los usos a que se destinan.

El refinado se consigue tratando los aceites con ácidos minerales cuyos restos se neutralizan con lejías alcalinas.

Las fracciones obtenidas del mazout son:

- 1.^a Salarol, propio para máquinas de escribir, coser, relojería, etc.
- 2.^a Aceites para máquinas de rotación rápida, etc.
- 3.^a Aceites de engrase para cojinetes, etc.
- 4.^a Aceites para cilindros (valvolinas).

Las condiciones generales que debe satisfacer todo aceite de engrase son las siguientes:

1.^a Tener la viscosidad necesaria para satisfacer su función a las temperaturas límites a que está sometido el órgano cuyo engrase realice.

2.^a No congelarse a las temperaturas más bajas contrastadas en la localidad y conservar en ellas la fluidez precisa al buen funcionamiento.

3.^a No contener ácidos libres que ataquen los metales con ellos en contacto.

4.^a Estar exentos de resinas, asfaltos, etc., que formen costras que aumentan las resistencias.

5.^a Ser de composición estable a fin de que por su alteración no varíen sus cualidades y deje por tanto de reunir las características exigidas.

6.^a No inflamarse a la temperatura máxima que deban soportar, tomando para ello un límite superior sobre el estrictamente exigible.

7.^a No contener materias extrañas que puedan perjudi-

car los órganos de las máquinas ni tapar los conductos de paso.

Como para cada aplicación no siempre hay un aceite puro que reúna todas las condiciones requeridas y ello además resultaría de precio más elevado, el comercio recurre a preparar mezclas diversas con aceites distintos, licitas y no perjudiciales muchas veces, pero otras en cambio constitutivas de verdadero fraude.

Una de las cualidades más exigidas y comprobadas es la viscosidad, razón por la cual es la que primero preparan y componen haciendo incorporaciones de muy distintas naturalezas. Puede aumentarse agregando aceites grasos a los minerales, mezclas llamadas por muchos aceites compound, con cuya incorporación no sólo se eleva dicha propiedad física, sino que también se hace menos variable con la temperatura, ya que es sabido que la de los aceites grasos no disminuye tanto al calentarlos. También la adición de resinas, jabones, etc., aumenta la viscosidad.

Esta adición de aceites grasos se hace de dos maneras, o agregando uno natural o después de haberle sometido a una insuflación de oxígeno (aceites insuflados o sopladados), operación que eleva el grado de viscosidad de los mismos.

También el punto de congelación de un aceite mineral se eleva con el aditamento de uno graso.

DETERMINACIONES DE LAS DISTINTAS PROPIEDADES DE LOS ACEITES DE ENGRASE

Físicas.

Color.—Se determinará con auxilio de la escala Lovibond, procedimiento ya descrito en otro lugar. Este carácter no tiene más que un valor muy relativo. En general varía según las procedencias y el color no suele ser muy claro, oscilando del ámbar al verde amarillento, vistos en lámina de 10 milímetros de espesor.

Olor.—Puede denunciar la existencia del azufre si este elemento entra en ciertas proporciones. También puede dar indicios de la existencia de aceites vegetales.

Densidad.—Al hablar de esta propiedad en el lugar correspondiente, se han detallado los distintos procedimientos; así que según la consistencia podrán aplicarse unos u otros. En general, y salvo caso de aceites muy espesos, el método del frasco da resultados muy exactos. Cuando los aceites son muy viscosos se emplea el método de Lunge.

Viscosidad.—El procedimiento más corriente en España es el Engler, salvo para ferrocarriles, que suelen exigir en sus pliegos de condiciones fluidez Barbey.

Punto de inflamación y combustión.—En vaso abierto Marcusson o en cerrado Pensky.

Punto de congelación.—Se emplea corrientemente el procedimiento del tubo de ensayo, siendo éste, como está establecido, de 15 milímetros de diámetro.

Químicas.

Agua.—Calentando a 100 grados centígrados y agitando se nota el desprendimiento de burbujas y cierto crepitar característico; claro que si entra en cierta proporción.

También la centrifugación puede dar idea de su existencia.

Un medio de apreciación cualitativa es el de la eosina, ya descrito en otro lugar.

Para su determinación cuantitativa lo mejor es hacer la destilación con xilol, recogiendo la parte destilada en un tubo graduado en el que se separan ambos líquidos y leer la parte correspondiente al agua.

Cenizas.—Se determinan quemando primero y calcinando después 50 a 100 gramos de aceite en cápsula tarada de platino. Un buen aceite debe dar menos del 0,0001 por 100. Si el aceite contiene jabones o materias minerales, dejará un residuo más o menos claro, el cual, disuelto en ácido clorhídrico, se someterá al análisis mineral, en el que se determinará el hierro, la cal, los álcalis, la alúmina, etc.

Residuos de coque.—Nos ha dado excelente resultado el método americano de Conradson, página 134, por el que hemos obtenido cifras muy concordantes; requiere cierta práctica, pero obtenida ésta es cómodo y rápido.

Acidez.—Nos remitimos a lo dicho al tratar de esta propiedad, teniendo en cuenta únicamente los detalles allí expuestos respecto al color del aceite. Se calcula generalmente en ácido oleico, pero para tenerlo en cuenta para la saponificación, se hallará también el índice de ácido.

Índice de saponificación.—Se emplea el procedimiento descrito en su correspondiente lugar, allí bien detallado.

Resina.—Cualitativamente se determina tratando unos 10 gramos con anhídrido acético y agitando bien, se decanta luego el anhídrido, al que se añaden dos gotas de ácido sulfúrico de 1,57 de densidad, lo que hará tomar al líquido un color violeta.

Cuantitativamente un medio práctico y sencillo es tratar el aceite con alcohol de 70 por 100 y agitar durante unos minutos, dejándolo después en reposo.

Si se separa el aceite y recoge el alcohol en una cápsula de platino y se deja evaporar éste quedarán las resinas en la cápsula.

Alquitrán sulfúrico.—También en el oportuno lugar hemos detallado el procedimiento y dado la forma, figura 41, del frasco adecuado para su mejor determinación y que permite hacer la lectura con más precisión que en una probeta corriente, ya que el pequeño diámetro del tubo consiente una división más fraccionada.

Parafina.—Al determinar el punto de congelación ya se ve cómo se comporta el aceite desde este punto de vista y podrá apreciarse si es rico o pobre en la substancia que se busca. Tenida ya la idea sobre su poco o mucho contenido se aplicará el procedimiento de Holde, que consiste en tratar 10 ó 5 gramos, según sea el caso, en un matraz con alcohol de 98 por 100 y éter a partes iguales, hasta obtener solución limpia, lo que se consigue añadiendo la cantidad de esa mezcla necesaria para ello. Se introduce el matraz en una mezcla frigorífica que produzca una temperatura de — 20 grados C y se agita insistentemente hasta que desaparezca todo indicio de gotas de aceite y queden sólo a la vista las agujas de parafina. Se filtra a igual temperatura y lava con la mezcla, dejando evaporar parte de ésta para comprobar si aun quedan indicios de aceite, y cuando no los haya se da por terminado el lavado. La parafina se arrastra con benzol a una cápsula tarada, se evapora éste, se calienta a 100 grados centígrados y se pesa.

Materias saponificables.—El índice de saponificación da una idea muy suficiente, y ya hemos dicho que permite calcular aproximadamente la cantidad de aceite graso que contiene un mineral al que se le haya añadido. Hay sin embargo medio de apreciarlo más exactamente. Es el siguiente: se saponifica un peso determinado del aceite por potasa alcohólica $\frac{N}{2}$, por ejemplo.

Se trata el contenido del matraz con éter, que disolverá

el aceite mineral, se evapora el éter y se pesa el residuo, cuyo valor restado del peso total, o sea el del aceite tratado, dará las materias saponificables buscadas.

Pérdida por evaporación.—Se pesa en un cristizador tarado una cantidad de 50 gramos del aceite y se someten durante cuarenta y ocho horas a la temperatura de 100 grados centígrados; la pérdida de peso será la de evaporación o volatilidad del aceite.

Aceites sopladados.—Estos aceites son insolubles en éter de petróleo y los de igual naturaleza que no han sufrido este tratamiento sí lo son. Tratando por tanto el aceite que se estudia con este disolvente nos indicará, según se enturbie o no, la existencia o ausencia de los aceites grasos sopladados u oxidados.

PRODUCTOS DE LA DESTILACIÓN DE LA HULLA

La hulla está formada por una mezcla de ceras, resinas y materias húmicas que provienen de la descomposición de la lignina.

Recientemente se han hecho investigaciones sobre la destrucción bacteriana del ácido lignico de la madera de pino, investigaciones que parecen venir en apoyo de la teoría anterior.

Otros investigadores atribuyen importancia grande en la formación de la hulla a la parte celulósica de la madera, oponiéndose a la teoría de la lignina.

Entre los productos de la destilación de la hulla se distingue:

El alquitrán de las fábricas de gas que con el coque constituye un subproducto en la obtención del gas del alumbrado.

El alquitrán de las coquerías que se obtiene con el gas como subproducto en la fabricación del coque metalúrgico.

El alquitrán de hornos altos que se obtiene en los establecimientos metalúrgicos en que se emplea la hulla para la reducción de los minerales de hierro, y el alquitrán primario obtenido de la destilación de la hulla a baja temperatura.

Los alquitranes procedentes de la destilación de la hulla presentan muy distintas propiedades según los procedimientos que se hayan empleado en su destilación y de la temperatura a que se haya efectuado; así, por lo que respecta a la viscosidad, a continuación damos un cuadro que nos da la de alquitranes de distintas procedencias:

Viscosidad de varios alquitranes en grados Engler (1).

| | A 20 grados. | A 50 grados. | A 100 grados. |
|-------------------------------------|--------------|--------------|---------------|
| Alquitrán de retortas horizontales. | 42,7 a 76,5 | 4,35 a 25,6 | 1,46 a 2,39 |
| Idem íd. id. inclinadas..... | 23,4 a 114,7 | 3,65 a 8,6 | 1,46 a 2,18 |
| Idem íd. id. verticales..... | 2,5 a 51,9 | 1,51 a 4,12 | 1,03 a 1,41 |
| Idem íd. id. coquería..... | 62,1 a 149,1 | 4,93 a 38,4 | 1,40 a 1,73 |

El peso específico de los alquitranes depende naturalmente de sus constituyentes, que varían con las temperaturas a que se han destilado; así los alquitranes de las fábricas de gas y de las coquerías, formados principalmente por hidrocarburos aromáticos, tienen un peso específico comprendido entre 1,06 y 1,24, mientras los alquitranes de hornos altos y los obtenidos en la fabricación del carbón sin humo (coalita), así como los procedentes de la destilación a baja temperatura, principalmente formados por hidrocarburos de la serie grasa y más o menos abundantes en fenoles, tienen densidades inferiores a 1,06.

Los alquitranes de la hulla tienen color oscuro que procede del carbono libre que tienen en suspensión y de los hidrocarburos de elevado peso molecular. El carbono libre procede de la descomposición de los gases en contacto con las paredes muy calientes de las retortas. Estas impurezas son casi eliminadas por los actuales procedimientos de gasificación.

(1) CONSTAN Y SCHLAEPFER: *Z. ver. d. Ing.*, 57, 1715 (1913).

CARACTERES DISTINTIVOS DE LOS DISTINTOS ALQUITRANES

Alquitrán de gas.—Como ya hemos indicado, la composición del alquitrán de las fábricas de gas varía considerablemente en su composición según la manera de obtención, principalmente según las retortas empleadas. Los alquitranes de las retortas horizontales tienen mucho carbono libre, dan mucha naftalina y brea rica en coque; contienen pocos aceites ligeros y medios.

Los alquitranes obtenidos en retortas verticales contienen poco carbono libre y en su consecuencia no son negros, sino de un color pardusco. Dan aceites ligeros y medios con poca naftalina y residuos. Los de las retortas inclinadas están comprendidos entre los de las horizontales y las verticales.

Alquitrán de coquería.—Son generalmente más viscosos y densos que los de retortas verticales. Son pobres en hidrocarburos volátiles y su ley en carbono libre está generalmente comprendida entre 2 y 6 por 100.

Alquitrán de horno alto.—El alquitrán de horno alto contiene más fenoles, cresoles y homólogos superiores que los anteriores; tiene poco benceno e hidrocarburos aromáticos y es rico en parafina.

Alquitrán primario.—El alquitrán primario obtenido por la pirogenación de la hulla a baja temperatura se diferencia de los alquitranes anteriormente descritos por su elevada ley en fenoles y en hidrocarburos alifáticos y nafténicos, así como por la ausencia casi absoluta de hidrocarburos aromáticos.

Fischer obtiene el alquitrán primario sometiendo la hulla a destilación en un cilindro giratorio, calentado por una serie de mecheros de gas, en el cual, para acelerar el desprendimiento de los vapores de alquitrán, se hace pasar una corriente de vapor recalentado.

Este procedimiento tiene el inconveniente de producir aceites muy sucios por el polvo de carbón que se origina al golpearse los trozos de hulla durante el movimiento del cilindro.

Con este aparato se tratan 15 kilogramos de carbón, cantidad elevada tratándose de un ensayo de laboratorio y desde luego pequeña para darnos idea de su tratamiento industrial.

Un aparato de laboratorio que da muy buenos resultados es el ideado por el Sr. Hauser, cuya descripción damos a continuación (1):

Se compone (fig. 48) de una retorta cilíndrica de fundición, de nueve centímetros de diámetro por 31 de altura, para tratar de 500 a 1.000 gramos de substancia, que va dentro de un horno calentado por una resistencia y cuya temperatura puede graduarse perfectamente. En su interior, y paralelamente al eje, hay una cavidad en que se introduce la varilla de un par termoeléctrico que permite registrar la temperatura con toda precisión. La tapa de la retorta, adaptable por medio de una mordaza, tiene el conducto de salida de los gases, que pasan a un recipiente de vidrio sumergido en un baño de aceite de ricino mantenido a 150 grados, con lo cual se consigue un fraccionamiento de productos de la condensación y obtener libres de agua los condensados en dicho recipiente a temperaturas superiores a 150 grados.

Los gases no condensados pasan por dos recipientes convenientemente refrigerados, el primero con hielo y el

(1) C. LÓPEZ SÁNCHEZ AVECILLA y L. MENÉNDEZ Y PUGET: *Estudio de la destilación a baja temperatura de algunos carbonos españoles.*

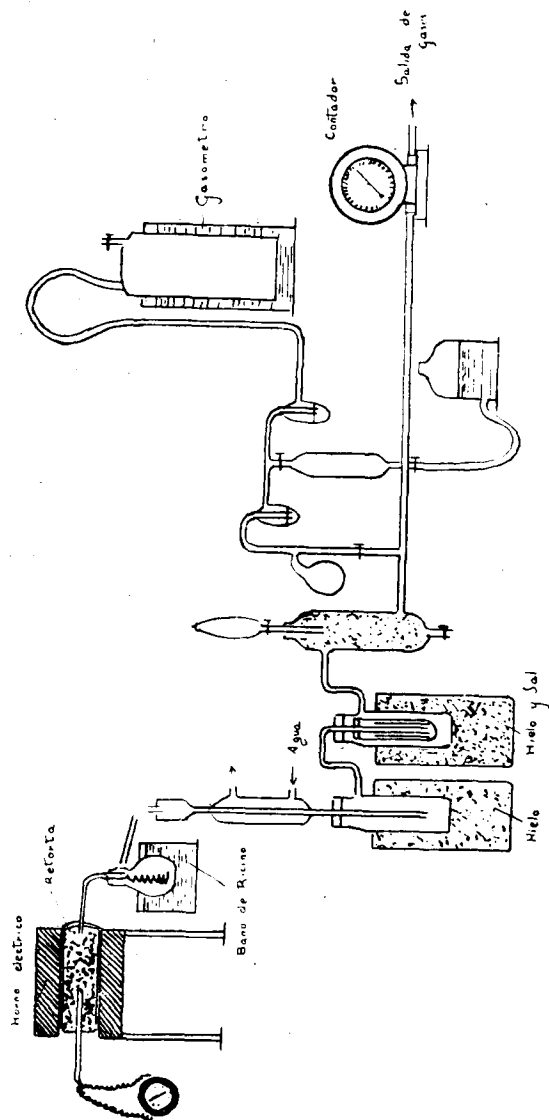


Figura 47.

segundo con hielo y sal; en aquél se recogen generalmente todos los aceites ligeros y las aguas. Los gases pasan por una torre con bolas de vidrio humedecidas con una disolución graduada de ácido sulfúrico que retiene los vapores amoniacales y que pueden ser determinados viendo el exceso de ácido. De aquí pasan los gases al contador para ir a la atmósfera.

Con objeto de tener una muestra media de ellos, mediante dos válvulas de mercurio convenientemente dispuestas, como puede apreciarse en el croquis adjunto (fig. 47), de cada dos litros de gas que pasen por el contador se toman 200 centímetros cúbicos, que se mandan al gasómetro.

Esta es, en resumen, la instalación del horno y condensaciones, que marcha con toda regularidad y produce aceites perfectamente limpios y libres de polvo; el caldeo eléctrico es muy uniforme y el carbón está igualmente calentado en toda su masa.

Reconocimiento del alquitrán primario y del alquitrán normal de hulla.—Ya hemos indicado que el alquitrán de las fábricas de gas y de las coquerías contiene generalmente naftalina; no así el alquitrán primario, a no ser que haya sido recalentado. Por consiguiente, la investigación de la naftalina nos suministra indicaciones sobre el origen del alquitrán.

Determinación de la naftalina.—Se destila en un balón de 1 1/2 litros, 200 centímetros cúbicos de alquitrán, sometándolo a una corriente de vapor a 100 grados y empleando un refrigerante Liebig lo más largo posible. Se recogen tres fracciones de 250 centímetros cúbicos, las cuales tienen en la superficie una capa de aceite.

Si en alguno de los recipientes se solidifica en una masa cristalina, es evidente la presencia de la naftalina. En los

alquitranes que contienen poca naftalina, los cristales no aparecen más que en el último de los recipientes; en ocasiones, después de haberlo enfriado convenientemente con hielo. La presencia de cristales de naftalina es prueba evidente de que el alquitrán ha sido sometido a una temperatura elevada.

Los alquitranes primarios sometidos a este tratamiento dan productos aceitosos que aun después de un enfriamiento prolongado no dan ninguna cristalización.

En ausencia de naftalina.—En ausencia de naftalina se agitan 200 centímetros cúbicos de alquitrán con 300 centímetros cúbicos de éter de petróleo (punto de ebullición de 30 a 65 grados). La parte disuelta en el éter de petróleo se desfenola por agitación con sosa al 20 por 100. Se elimina la sosa lavando con agua y se destila el éter de petróleo en el baño-maría. El residuo aceitoso se destila y se recoge la fracción 200-300 grados. Si se trata de un alquitrán primario su densidad a 20 grados es menor que 0,95; en el caso de un alquitrán normal es mayor que uno. Además, el residuo que no pasa a 300 grados, se solidifica en una masa pastosa y es completamente soluble en el éter y en el éter de petróleo.

Su densidad a 50 grados es menor que uno. En los alquitranes de gas y de coquerías este residuo no es enteramente soluble en el éter de petróleo y en el éter y su peso específico a 50 grados es mayor que uno.

Alquitrán de hulla y alquitrán de lignito.—El alquitrán de lignito es pardo a consecuencia de tener poco carbono libre. Eliminados los fenoles, el producto resultante es muy poco soluble en vez y media su volumen de sulfato de metilo, mientras que los productos análogos de la hulla son completamente solubles en aquél.

ANALISIS DE UN ALQUITRAN BRUTO

Peso específico.—El peso específico se determina por el procedimiento de Lunge descrito en la página 20.

Carbono libre.—Ya dijimos que el carbono libre, que contribuye a dar color a los alquitranes, procede de la descomposición de los gases al contacto de las paredes calientes de las retortas. La cantidad de carbono libre existente en un alquitrán depende del procedimiento de destilación y puede darnos idea del proceso seguido. A continuación damos un cuadro que da las leyes en carbono libre de distintos alquitranes (1).

| | Carbono libre |
|------------------------------------------|---------------------|
| Alquitrán de retortas horizontales | 9,3 a 27,6 por 100 |
| Idem id. inclinadas..... | 10,0 a 19,3 por 100 |
| Idem id. verticales..... | 1,1 a 5,7 por 100 |
| Idem de hornos de cámaras | 2,3 a 3,0 por 100 |
| Idem de coquería..... | 2,2 a 10,3 por 100 |
| Idem de gas de agua..... | 0,0 a 4,0 por 100 |
| Idem de gas de aceite | 0,0 a 4,1 por 100 |

La facilidad de destilación de un alquitrán depende de su ley en carbono libre, así como el rendimiento y la calidad de las breas que de él pueden obtenerse.

El procedimiento más corrientemente empleado para la determinación del carbono libre es el de Kraemer-Spilker, que consiste en calentar en una cápsula un gramo de alquitrán con cinco de anilina. Se vierte el líquido sobre una placa de porcelana cocida que absorbe las partes solubles del al-

(1) CLOSTAN y SCHLAEPFER.

quitrán en la anilina y deja sobre la placa el carbono libre, que se arrastra a la cápsula con dos gramos de piridina para quitar al carbono la anilina poco volátil. El carbono se recoge con una espátula de madera y se lleva a un vidrio de reloj tarado que se pesa después de desecarse durante dos horas en una estufa de agua.

Determinación del agua.—El agua se determina cuantitativamente por el procedimiento de Marcusson o por el de centrifugación que ya hemos descrito en la parte general.

Destilación fraccionada.—La destilación fraccionada se efectúa en el aparato de Engler-Ubbelohde y se obtienen: hasta 170 grados, agua y aceites ligeros; hasta 230 grados, los aceites medios; hasta 270 grados, los aceites pesados, y finalmente los aceites de antraceno y las breas.

Ensayo de los aceites ligeros.—Los aceites ligeros obtenidos en la destilación del alquitrán son generalmente amarillo oscuros; el líquido movable, de olor pronunciado a naftalina y fenoles, tiene un peso específico comprendido entre $d_{15} = 0,910$ y $d_{15} = 0,950$.

Según Kraemer y Spilker, el aceite ligero contiene del 5 al 15 por 100 de fenoles, 1 a 3 por 100 de piridina y pequeñas cantidades de sulfuro de carbono, tiofeno y otros compuestos sulfurados. El resto está formado por hidrocarburos principalmente aromáticos (el 80 por 100), olefinas en la proporción de 3 a 5 por 100 y parafinas e hidrocarburos cíclicos saturados y no saturados en más pequeñas proporciones.

En los aceites ligeros es interesante determinar los límites de ebullición, los fenoles y las bases.

Determinación de los límites de ebullición.—Se destilan 50 centímetros cúbicos del aceite en el aparato Engler-Ubbelohde y se recogen las fracciones de 10 en 10 grados

hasta que se hace pasar el 95 por 100, que debe hacerlo antes de 200 grados. La ebullición comienza generalmente de 80 a 90 grados. Las fracciones hasta 120 grados (límite del benzol) se reúnen y en un buen aceite ligero deben tener una densidad de 0,880 a 0,885. Hasta esta temperatura debe pasar del 30 al 50 por 100 y del 50 al 80 por 100 hasta 160 grados que es el límite de los xiloles. Las fracciones superiores a 180 grados deben depositar la naftalina a la temperatura ordinaria, que puede determinarse sobre una placa porosa que absorberá los aceites que la acompañan.

Determinación de los aceites ácidos (fenoles).—Se determinan sobre 50 centímetros cúbicos por el aumento de volumen de la capa sódica según el procedimiento descrito.

Determinación volumétrica de las bases.—El aceite, al que se han quitado los fenoles por el tratamiento anterior, se agita en una probeta graduada con 15 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico al 20 por 100 y el aumento de volumen experimentado por la capa de ácido sulfúrico nos da la proporción aproximada de las bases contenidas en el aceite ligero.

Aceites medios.—A la temperatura ambiente son sólidos o pastosos a consecuencia de la naftalina que contienen, son generalmente de color oscuro y su densidad media es de 1,020. El 90 por 100 del aceite medio destila hasta 260 grados y después de quitada la naftalina por expresión, el líquido debe hervir a 250 grados y tener una densidad comprendida entre 0,99 y 1,01.

Aunque, como sucede en los aceites ligeros, la composición varía bastante según el procedimiento de destilación, los aceites medios contienen aproximadamente el 40 por 100 de naftalina y del 25 al 35 por 100 de fenoles.

Para la determinación de la naftalina podemos sublimar-

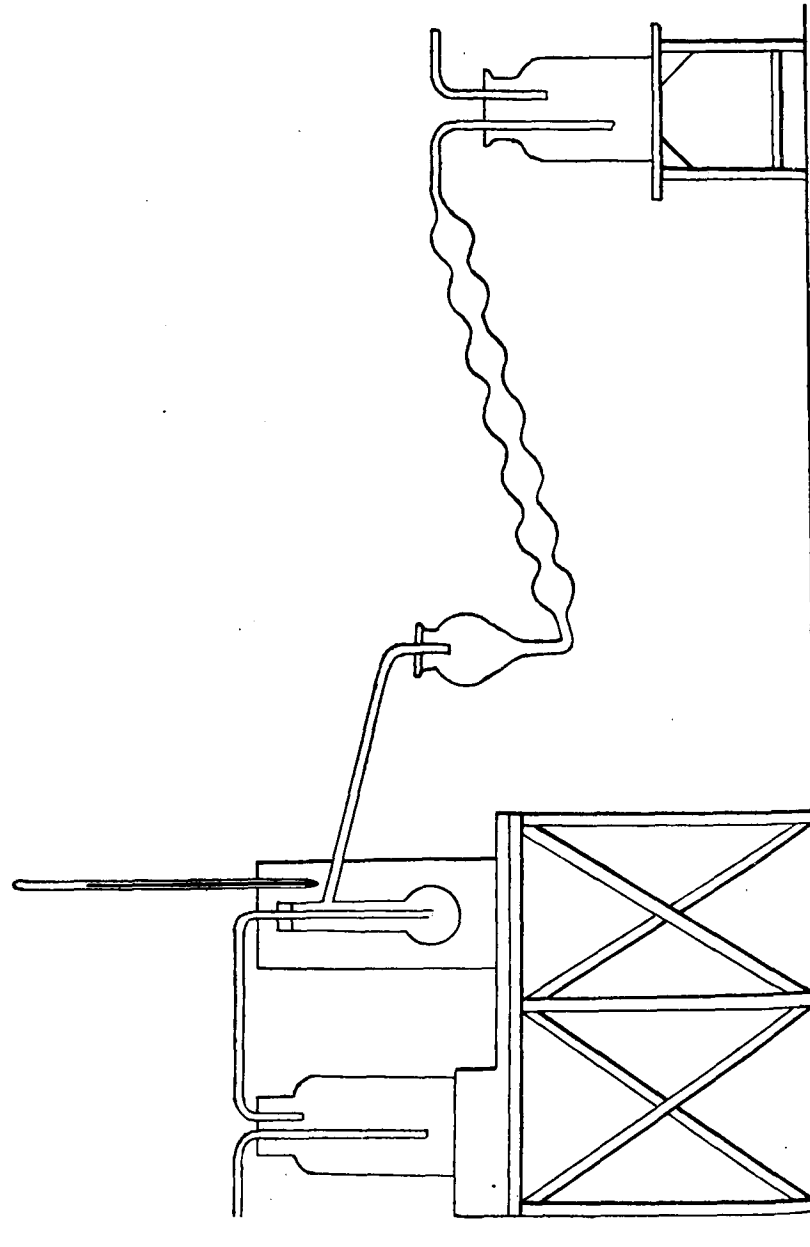


Figura 48.

la haciendo pasar una corriente de aire por el aceite caliente y recogerla en una cantidad conocida de disolución saturada de ácido picrico; en esta disolución es insoluble el picrato de naftalina formado. Se recoge el precipitado en un filtro y en el líquido se determina el exceso de ácido picrico con una disolución de sosa $\frac{N}{10}$, empleando la fenolftaleína como indicador. El montaje del aparato puede verse en la figura 48.

Los fenoles y las bases se determinan por los mismos procedimientos descritos para los aceites ligeros.

En la industria se obtiene de los aceites medios el bencol II y los aceites carbólico y de naftalina.

Aceite pesado.—Los aceites pesados hierven entre 200 y 300 grados y contienen del 14 al 20 por 100 de naftalina e hidrocarburos análogos, 8 al 10 por 100 de aceites ácidos y 6 por 100 de bases pirídicas; el resto está formado por hidrocarburos de composición poco conocida. Estos aceites son semilíquidos y su densidad es de 1,04.

En estos aceites se determinan por los procedimientos indicados la naftalina, fenoles y bases.

Los aceites pesados son empleados en los motores Diesel y deben reunir determinadas condiciones que vamos a sintetizar:

No deben contener más de 0,3 por 100 de sustancias insolubles en xilol. Este ensayo se efectúa tratando 20 gramos del aceite con 20 gramos de xilol y filtrando el residuo insoluble en un filtro tarado, que se pesa después de bien lavado con xilol caliente.

No deben contener más del 0,05 por 100 de cenizas.

Esta determinación se hace por los procedimientos descritos.

La ley en agua debe ser inferior al 1 por 100. Se determina por centrifugación o destilación con xilol.

Por destilación fraccionada, por lo menos el 75 por 100 debe pasar antes de los 350 grados.

El residuo de coque debe ser inferior al 3,5 por 100. Se determina por el procedimiento de Conradson.

El punto de inflamación no debe ser inferior a 65 grados. No deben presentar depósito a 15 grados.

Aceite de antraceno.—El aceite de antraceno es pardo verdoso y tiene un peso específico próximo a 1,1; hierve entre 260 y 400 grados y contiene al lado de partes líquidas de composición poco conocida de 2,5 a 3,5 por 100 de antraceno puro y el 6 por 100 de fenoles.

Estos aceites se emplean en la fabricación de aceites de engrase y en la de sustancias para impregnar determinados materiales. Es interesante hallar el antraceno bruto, determinación que se efectúa dejándole cristalizar durante varios días a la temperatura ambiente y exprimiéndole en una tela.

El antraceno puro se determina tratando un gramo de antraceno bruto con 45 centímetros cúbicos de ácido acético cristalizante y llevando a ebullición; se añade gota a gota y durante dos horas una solución de 15 gramos de ácido crómico en 10 centímetros cúbicos de ácido acético y 10 centímetros cúbicos de agua; se calienta durante dos horas más y se añaden 400 centímetros cúbicos de agua fría y precipita la antraquinona, que se separa por filtración con vacío.

B R E A

El residuo de la destilación del alquitrán constituye la brea, que es obscura, brillante, de fractura concooidal y de densidad comprendida entre 1,20 y 1,33.

La destilación de los alquitranes se lleva hasta obtener las breas duras o las semiduras de briquetas. Las breas blandas son mezclas de las anteriores con aceites pesados, y también se obtienen no llevando la destilación al extremo, de manera que queden aceites de antraceno.

La brea dura funde entre 90 y 100 grados. La semidura funde alrededor de 70 grados y la blanda entre 35 y 50 grados.

La naturaleza de los constituyentes de la brea no es bien conocida; pero desde luego está formada por carbono libre y residuos minerales, antraceno, piceno, pireno, carbazol, etcétera.

A continuación damos el análisis elemental de una brea cuyo punto de fusión es de 44 grados (1):

Carbono, 92,05 por 100.

Carbono libre, 33,70 por 100.

Hidrógeno, 4,83 por 100.

Nitrógeno, 0,95 por 100.

Azufre, 0,92 por 100.

Cenizas, 0,09 por 100.

Oxígeno (por diferencia), 1,16 por 100.

En las breas, además de los ensayos mecánicos, se determina el residuo de coque y la acción de la anilina y la piridina.

Determinación del coque.—Esta determinación se efectúa por el procedimiento de Bochum o el de Conradson.

(1) J. M. WEIS: *I. Ind. Eng. Chem.*, 8, 1811.

Acción de la anilina y la piridina. (Carbono libre).—

La brea se disuelve bien en la anilina y en la piridina, y para determinar el carbono libre se trata durante media hora y al baño-maría un gramo de brea que se pulveriza con cinco centímetros cúbicos de anilina y la disolución caliente se vierte sobre una placa de porcelana, que absorbe la anilina; el residuo que queda sobre la placa se lava con dos centímetros cúbicos de piridina. Se seca, en la estufa a 130 grados, el residuo de carbono libre que queda sobre la placa y se recoge con una espátula de madera y se pesa.

BENZOL

Entre los productos procedentes de la destilación del alquitrán de hulla el de más importancia es el benzol. Los benzoles comerciales reciben los nombres de benzol de 90,50 y 0 por 100, según que destilan estas cantidades a la temperatura de 100 grados.

La bencina tiene múltiples aplicaciones en la industria, sobre todo en la de los colorantes, productos farmacéuticos y explosivos.

El benzol de 90 por 100 se emplea como disolvente en la industria del caucho, en la carburación del gas de agua, y principalmente mezclado a sus homólogos superiores como carburante en los motores de explosión.

Las condiciones establecidas por la National Benzol Association para el benzol para motores son: peso específico, $d = 0,870/0,885$; destilado a 100 grados, del 75 al 80 por 100; a 120 grados, el 90 por 100; a 125, el 100 por 100.

El punto de solidificación debe ser inferior a -14 grados. La ley en azufre no excederá a 0,40 por 100; no debe contener agua, ácidos, álcalis ni hidrógeno sulfurado. Agitados 90 centímetros cúbicos del benzol con 10 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico del 90 por 100, éste no debe obscurecerse más que ligeramente.

Ensayo de los benzoles.—Con los benzoles se efectúan los mismos ensayos que hemos indicado en las gasolinas y en la misma forma, con algunas particularidades que vamos a detallar:

Destilación fraccionada.—La destilación fraccionada se efectúa en el aparato de Engler-Ubbelohde. Para las bencinas puras se utiliza un termómetro dividido en décimas de grado y para los benzoles comerciales en medios

grados. Se debe destilar a una velocidad de cinco centímetros cúbicos por minuto, y la operación se dará por terminada, cuando se trate de productos puros, cuando haya destilado del 90 al 95 por 100 de la substancia ensayada.

Los diversos constituyentes del benzol estudiado se fraccionarán en la siguiente forma:

Para la bencina pura, hasta 79 grados destilan las cabezas, de 79 a 81 grados la bencina y por encima de 81 grados las colas.

Para los benzoles de 50 y 90 por 100 hasta 79 grados destilan las cabezas: de 79 a 85 grados la bencina, de 85 a 105 grados las fracciones intermedias, de 105 a 115 grados el tolueno y por encima de 115 grados el xilol.

Para el tolueno, hasta 109 grados destilan las cabezas: de 109 a 110,5 grados el tolueno y por encima de 110,5 grados las colas.

Para el xilol, hasta 135 grados destilan las cabezas: de 135 a 137 grados el p-xileno, de 137 a 140 grados el m-xileno, de 140 a 145 grados el o-xileno y por encima de 145 grados las colas.

Azufre.—El azufre, que como hemos indicado no debe pasar de 0,40 por 100, se determina por uno de los procedimientos indicados.

Como el benzol suele contener sulfuro de carbono, es conveniente determinar este cuerpo, por lo menos, cualitativamente. Para ello puede emplearse la reacción de la fenilhidracina que describimos al tratar de las esencias de petróleo.

También suelen contener los benzoles tiofeno en cantidad que oscila de 0,05 a 0,5 por 100. Para su investigación cualitativa se emplea la reacción de la isatina. En una cápsula de porcelana humedecida con unas gotas de ácido sulfúrico se echan sobre unos granos de isatina cuatro o cinco centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado y en-

cima se vierte el benzol que se estudia. Se cubre la cápsula con un vidrio de reloj y la existencia del tiofeno será acusada por la formación de unos anillos azules de indofenina alrededor de los granos de isatina.

Hidrocarburos no saturados y substancias resinificables.—Ya hemos indicado que los benzoles deben contener muy pocos hidrocarburos no saturados, y como apenas tiñen el ácido sulfúrico en el tratamiento con dicho ácido, se compara el color que toma el sulfúrico con el de una disolución de bicromato potásico en ácido sulfúrico del 50 por 100. La coloración que los benzoles industriales comunican al ácido sulfúrico debe estar comprendida en las que tienen las disoluciones de 0,5 a 2,5 gramos de bicromato en un litro de ácido sulfúrico de 50 por 100 de ácido.

La determinación se hace tratando en un tubo de ensayo de 20 centímetros cúbicos cinco centímetros cúbicos del benzol con la misma cantidad de ácido sulfúrico; se agita la mezcla, se deja reposar durante unos minutos y se compara con la coloración de cinco centímetros cúbicos de la disolución tipo de bicromato colocada en un tubo igual y adicionada de cinco centímetros cúbicos de bencina pura. Se da como índice de hidrocarburos no saturados la concentración de la disolución de bicromato.

Determinación de los hidrocarburos parafínicos.—Los benzoles apenas contienen hidrocarburos parafínicos. En los de 90, 50 y 0 por 100 no llegan al 1 por 100 y el tolueno no los contiene.

Para su investigación, según el procedimiento de Kraemer y Spilker, se tratan en un embudo grande de decantación 200 gramos del benzol con 500 gramos de ácido sulfúrico fumante de 20 por 100 de anhídrido, dejando reposar la mezcla durante dos horas. Se separa el ácido sulfú-

rico y se repite el tratamiento por dos veces con la misma cantidad de ácido.

Con él, los hidrocarburos, excepto las parafinas y naftenos, habrán sido transformados en ácidos sulfoconjugados solubles en el ácido sulfúrico.

Los líquidos ácidos de los tres tratamientos se reúnen y se vierten agitando continuamente sobre kilogramo y medio de hielo pulverizado, procurando que la temperatura no exceda de 40 grados. Como en el líquido ácido han podido ser arrastrados hidrocarburos saturados, se destilan los líquidos sobre un embudo de decantación, dejando pasar además del líquido aceitoso 50 centímetros cúbicos de agua. Se separa el aceite y se añade al que ha quedado de los tratamientos con ácido sulfúrico, volviendo a repetirlo con 30 centímetros cúbicos de ácido hasta que no disminuya el volumen de aceite, que se lava varias veces con agua, se seca y su peso nos dará el de los hidrocarburos parafínicos contenidos en los 200 gramos del bencol examinado.

Determinación de la velocidad de evaporación.— Para determinarla se colocan, al abrigo de corrientes de aire y a la temperatura ambiente (alrededor de 20 grados), 10 centímetros cúbicos del producto examinado en un cristal de reloj de 10 centímetros de diámetro y de uno de profundidad y se observa el tiempo que tardan en evaporarse completamente. Es conveniente examinar el residuo y ver si la evaporación es regular o más rápida al principio que al final de la operación.

Una bencina se evapora en dos horas y un bencol para motores en tres horas y media.

Las demás determinaciones que efectuamos en las esencias de petróleo son aplicables a los benzoles.

BREAS, BETUNES Y ASFALTOS

El residuo de la destilación del petróleo bruto y de los alquitranes, que no es apto para emplearse como aceite de calefacción o para la confección de grasas consistentes, se denomina brea o asfalto de alquitrán, si bien se designan especialmente con el nombre de breas los productos viscosos y poco consistentes y con el de asfaltos los más duros. Según su consistencia y otras propiedades tienen distintas aplicaciones.

Los productos asfálticos existentes en la naturaleza, puros o adicionados de aceites minerales, en pequeñas cantidades para aumentar su fluidez, se llaman asfaltos naturales, mientras que los que provienen de los petróleos u otros alquitranes se denominan asfaltos artificiales o se designan, según su procedencia, con los nombres de brea de petróleo, brea de alquitrán de lignito, brea de alquitrán de hulla, brea esteárica, etc.

En su obra sobre los aceites y grasas, Holde considera como betunes, en el sentido estricto de la palabra, los betunes brutos naturales, tales como el petróleo, cera mineral, alquitrán mineral, asfalto natural, pizarras bituminosas, etcétera, y en su sentido más lato, los productos obtenidos artificialmente por la destilación seca o por gasificación de la hulla, así como los asfaltos artificiales.

Sin embargo, en el análisis industrial de los asfaltos y sucedáneos, no se consideran como betunes las sustancias ricas en carbono insolubles en la bencina y sulfuro de carbono y suministradas por los alquitranes de hulla, lignito, etcétera.

Entre los betunes asfálticos distingue Richardson los siguientes hidrocarburos: los *petrolenos*, que se volatilizan al cabo de siete horas de calentamiento a 180 grados; los *mal-*

tenos, solubles en la esencia de petróleo de 0,729 de densidad; los *asfaltenos*, solubles en tetracloruro de carbono, y los *carbenos*, que se disuelven en sulfuro de carbono. La parte insoluble no se considera como betún.

La consistencia, punto de fusión, ductilidad, dureza, etc., son propiedades interesantísimas de los betunes que no solamente permiten juzgar de su procedencia, sino también discernir sobre su mejor aplicación.

Entre las propiedades físicas las más importantes son el peso específico y el punto de fusión.

Peso específico.—El peso específico puede determinarse por el procedimiento de Lunge que ya hemos descrito.

Si solamente se quiere saber si el betún es más o menos denso que el agua se deja caer en dicho líquido a 15 grados una gota del betún fundido, pero no recalentado, y se observa si al cabo de media hora flota o se ha ido al fondo.

La densidad nos da una idea de si el producto procede de una destilación llevada muy a fondo o no.

Determinación del punto de fusión.—Para la determinación del punto de fusión seguiremos el método de Kraemer-Sarnow, que es de fácil aplicación y exacto.

Un tubo de cinco milímetros de altura y seis de diámetro interior, con las extremidades esmeriladas, se coloca sobre un vidrio también esmerilado y húmedo y se llena con la breá cuyo punto de fusión se quiere determinar. Cuando esté fría y se haya solidificado, con un cortaplumas se corta la que haya rebasado del tubo. Este se une a tope por medio de un tubo de goma a otro de vidrio del mismo diámetro y de 10 centímetros de longitud, introduciéndose en él cinco gramos de mercurio, y se coloca dentro de un vaso lleno de agua que a su vez está dentro de otro también con agua, colocando en el primero un termómetro cuyo depósito de mercurio está a la altura de la breá. Se calienta el agua del

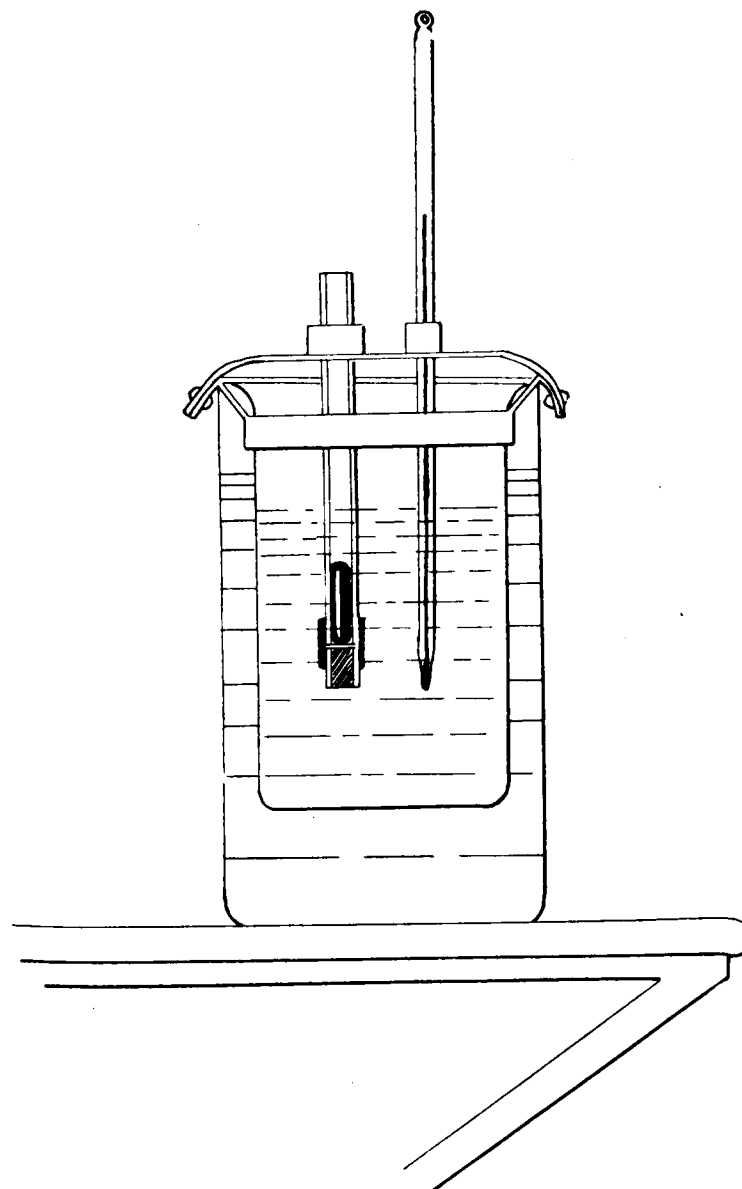


Figura 49.

vaso exterior, observando cuidadosamente el termómetro cuya columna se procura que se eleve con lentitud y se toma la temperatura que marque cuando caiga el mercurio por haberse fundido la brea (fig. 49). Para las breas que fundan por encima de 100 grados se puede emplear un baño de glicerina.

El procedimiento del punto de gota de Ubbelohde da resultados que no concuerdan con el que hemos descrito, pues en aquél el alquitrán no está sometido más que a su propia presión, mientras que en el de Kraemer Sarnow está sometido a la del mercurio.

Punto de reblandecimiento.—El procedimiento oficial seguido en los Estados Unidos se practica con el aparato representado en la figura 50. Consiste en una cápsula de aluminio *a* a cuyo fondo se adapta un tapón cónico de latón *B* que tiene $\frac{3}{8}$ de pulgada de diámetro en la parte más estrecha y $\frac{1}{2}$ pulgada en la parte más ancha. El peso de la cápsula y tapón es de 50 gramos. El tapón se coloca con la parte más estrecha sobre una placa de latón amalgamada con mercurio y se llena con la brea fundida, procurando que no se formen burbujas de aire. Después de frío el tapón, se quita con un cortaplumas el exceso de alquitrán. Se enfría con agua a cuatro grados durante quince minutos y se coloca en la cápsula de aluminio, que se introduce de manera que flote en el baño-maría que está a una temperatura determinada y constante. Al ablandarse la brea, el agua penetra en la cápsula y ésta se va al fondo del baño. El tiempo que transcurre desde la introducción de la cápsula en el baño hasta su caída al fondo se cuenta en segundos y nos da una medida de la consistencia de la substancia.

Los productos espesos se ensayan a 32 grados, los semi-sólidos a 50 grados y los duros a 100 grados.

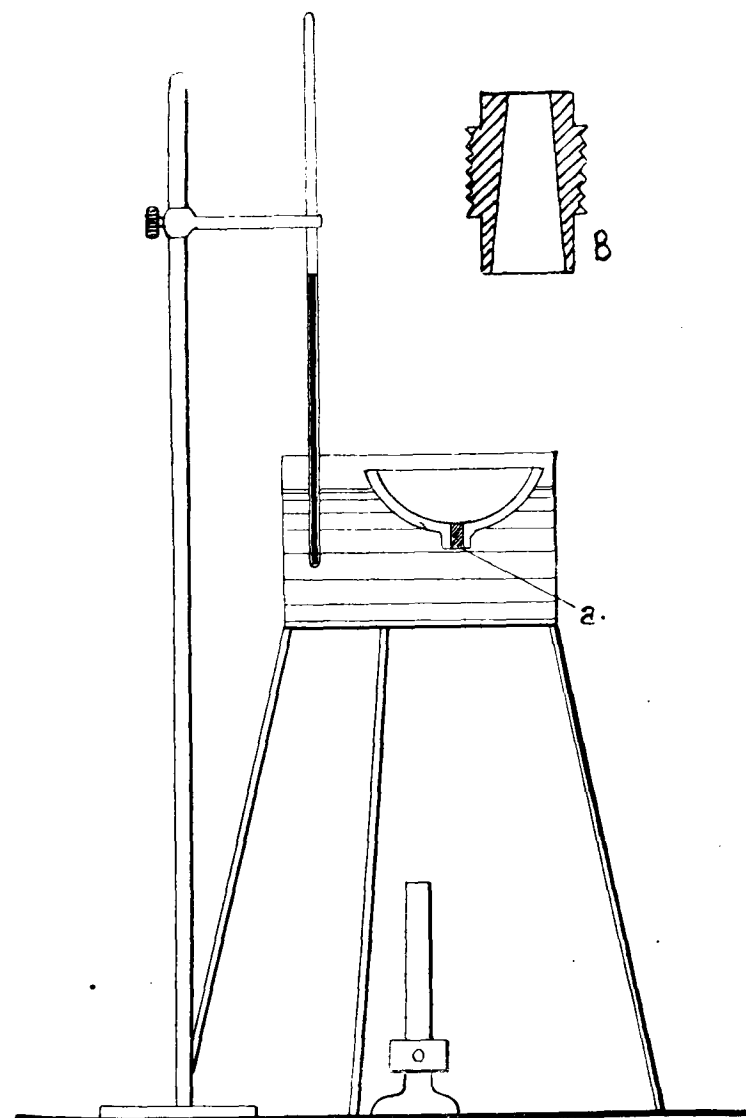


Figura 50.

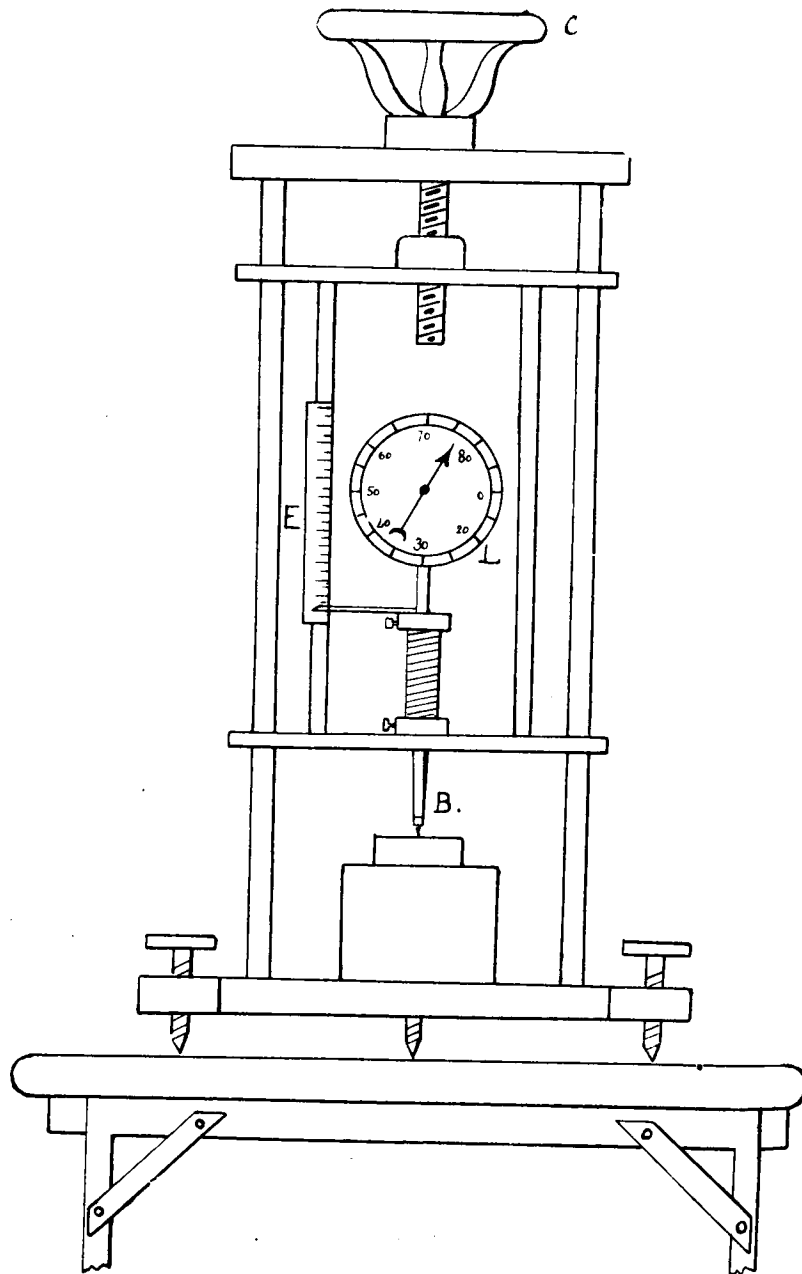


Figura 51.

Ensayos mecánicos.—La consistencia es una de las cualidades más importantes de los betunes y se determina con el aparato de Abraham representado en la figura 51.

Se mide la fuerza producida por la tensión de un resorte A, capaz de hundir en un minuto un centímetro del vástago B, cuya sección es conocida, en la masa de betún sólido o líquido sometido a una temperatura mantenida constante por un baño-maría.

Al vástago que se fija al resorte A se pueden adaptar tres punzones de secciones diferentes. La presión se ejerce por medio del volante C y la tensión del resorte (el aparato lleva dos, uno para las sustancias duras y otro para las blandas) se lee en la graduación E y el tiempo se mide en un cronómetro. La compresión del resorte por medio del volante está ejercida de tal manera que para un hundimiento de un centímetro la aguja G llega en un minuto a la división 60, estando la graduación L hecha en consecuencia.

Penetrómetro de Richardson.—También se emplea este aparato para la determinación de la consistencia del betún. Una cápsula cilíndrica, figura 52, de chapa, de 10 milímetros de altura y 50 de diámetro, contiene el betún que se mantiene a la temperatura de 25 grados. El brazo AB, que puede subirse y bajarse, lleva un disco D dividido en grados y en el cual la aguja K se mueve por el desplazamiento vertical de la cremallera C, cuyo extremo se apoya en el portaagujas E. Este portaagujas lleva el peso P por encima de la aguja F, de punta cónica y de un milímetro de diámetro, y puede quedar inmóvil por la presión del tornillo G. El portaagujas, la aguja y el peso de carga hacen un peso total de 100 gramos.

La aguja se pone en contacto con el betún, se hace descender la cremallera hasta que esté en contacto con E y se deja actuar el sistema con su peso de 100 gramos sobre el

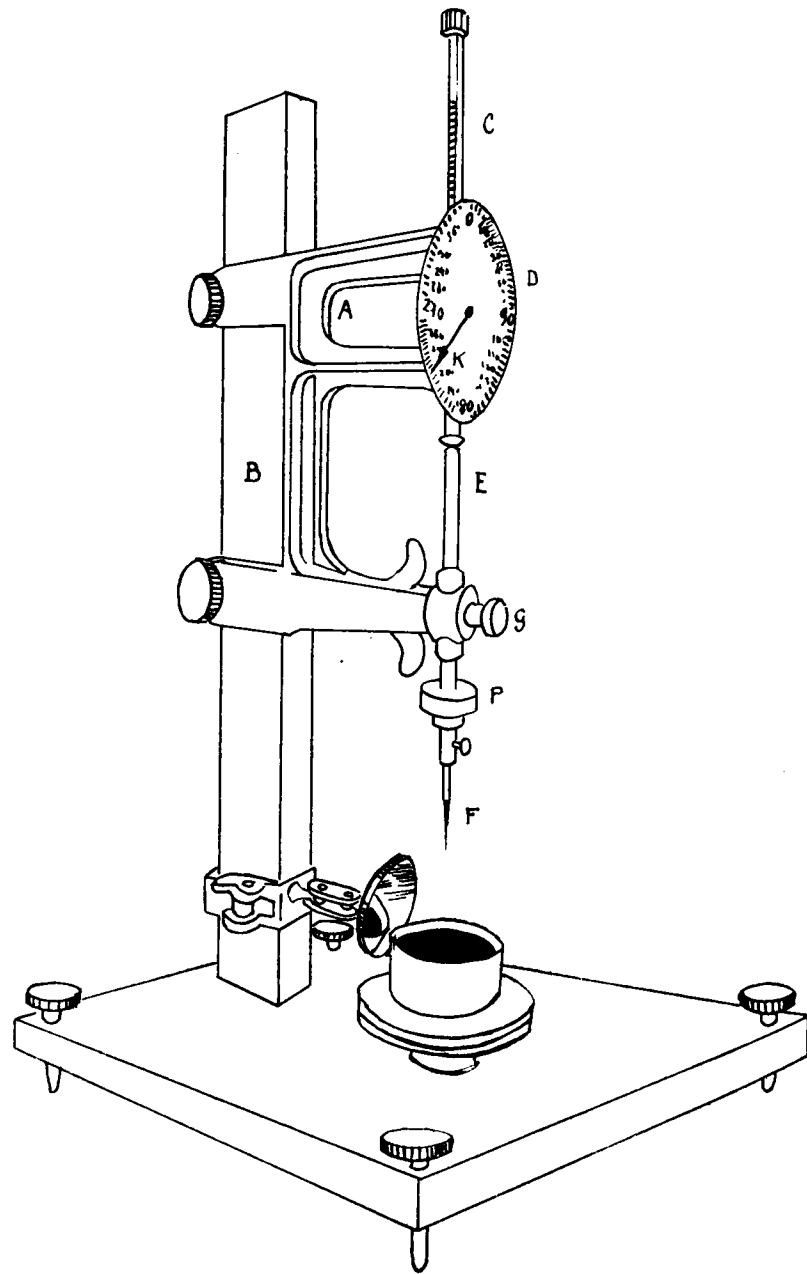


Figura 52.

betún, aflojando el tornillo G durante cinco minutos. La diferencia de lecturas en el disco graduado nos dará el grado de consistencia (1.º = un milímetro de hundimiento de la aguja).

Ensayo de ductilidad.—Otra propiedad importante de los betunes es la ductilidad y puede determinarse con el aparato de Dow (fig. 53).

La substancia que se ensaya se introduce en los moldes desmontables B; esta operación se verifica sobre una placa de vidrio ligeramente engrasada, así como los moldes.

Estos se unen por los anillos, de una parte, a los ganchos de la pieza móvil D, y por otra, a la parte fija G. Por medio del volante H, que actúa sobre los tornillos E y F, se hace avanzar la pieza D hasta que se rompa la probeta de betún, leyendo el estiramiento producido en la graduación que lleva el aparato. Esta determinación se efectúa estando el recipiente A lleno de agua a 25 grados. El movimiento de la pieza D debe ser regular, dando al volante cuatro vueltas por cada cinco minutos.

Los asfaltos de Trinidad y Bermudas tienen una ductilidad de 60 centímetros, mientras que las breas de petróleo, bien fabricadas, tienen cuando más 25 centímetros. Estas, cuanto más ricas en parafinas, son más dúctiles.

(Continued.)

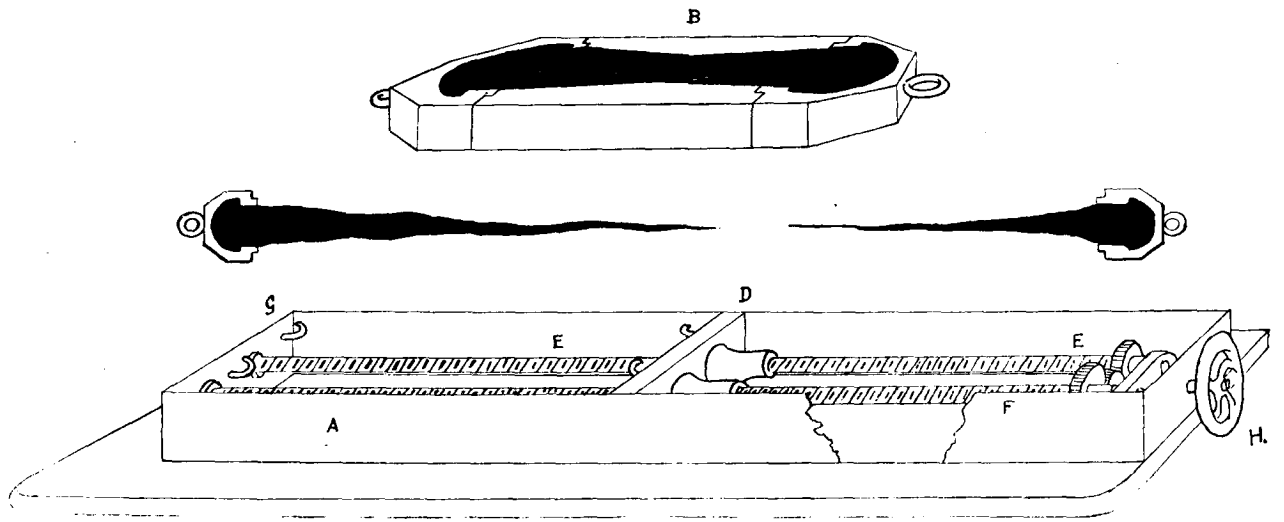


Figura 53.

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de febrero de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 332.900 |
| Antracita..... | 2.391 |
| TOTAL..... | 335.291 |

Coque..... 9.807 toneladas.
Aglomerados..... 10.725 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.580 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 1.698 |
| Lignito..... | 9.649 |
| TOTAL..... | 11.347 |

Producción de coque: > toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 21.552 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 17.886 |
| Antracita..... | 13.087 |
| TOTAL..... | 30.973 |

Briquetas..... 5.293 toneladas.
Coque..... 4.090 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 882 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 50.959 |
| Antracita..... | 25.344 |
| TOTAL..... | 76.303 |

Aglomerados..... 18.783 toneladas.
Coque..... 3.146 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 16.166 |
| Antracita .. | 10.341 |
| TOTAL..... | 26.507 |

Aglomerados..... 13.680 toneladas.
Coque..... > —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.612 |
| Coque de gas..... | 318 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 13.700 |
| Aglomerados de hulla... | 6.272 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 10.518 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 6.672 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|---------------|
| Aglomerados de hulla..... | 274 toneladas |
|---------------------------|---------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|------------------|
| Coque..... | 27.041 toneladas |
| Aglomerados..... | 3.884 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | 386 |
| Lignito..... | 3.336 |
| TOTAL..... | 3.722 |

| | |
|-------------------|--------------|
| Aglomerados..... | » toneladas. |
| Coque de gas..... | 45 — |

Producción de combustibles durante los meses de enero y febrero de 1931

| | Meses anteriores | Febrero | TOTAL |
|------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 56.456 | 51.163 | 107.619 |
| Hulla..... | 552.177 | 455.247 | 1.007.424 |
| Lignito..... | 33.677 | 28.577 | 62.254 |
| TOTAL..... | 642.310 | 534.987 | 1.177.297 |
| Coque metalúrgico..... | 56.485 | 51.074 | 107.559 |
| Aglomerados..... | 62.057 | 58.911 | 120.968 |

Producción nacional de aceites combustibles (1)

Meses de enero y febrero de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Febrero | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|----------------|----------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero) .. | 287.162 | 286.337 | 573.499 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 20.641 | 11.205 | 31.846 |
| Solvent-nafta (pesado) . . . | 59.108 | 61.307 | 120.415 |
| Otros tipos..... | 32.424 | 54.542 | 86.916 |
| TOTAL..... | 399.335 | 413.391 | 812.676 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 2.578.124 | 2.520.162 | 5.098.286 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|---------|---------|---------|
| Aceites crudos..... | 517.210 | 398.910 | 916.120 |
| Gasolinas y similares..... | 61.858 | 72.022 | 133.880 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de febrero de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|-----------------------------------------|----------------|
| Almería..... | 34.041 |
| Badajoz..... | 3.245 |
| Coruña (Galicia)..... | 4.937 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra..... | 1.529 |
| Granada-Málaga..... | 23.583 |
| Huelva..... | 8.312 |
| Jaén..... | 245 |
| Murcia..... | 5.902 |
| Oviedo..... | 5.598 |
| Santander..... | 24.472 |
| Sevilla..... | » |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel..... | 26.465 |
| Vizcaya..... | 115.827 |
| Zaragoza..... | 76 |
| TOTAL..... | 254.232 |
| Meses anteriores..... | 350.990 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 605.222 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|---------------------------|----------------|----------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona..... | » | 38 | » | » | » |
| Coruña..... | » | » | 767.000 | 44.500 | » |
| Guipúzcoa..... | 514 | 1.721 | » | » | » |
| Oviedo..... | 8.157 | 9.736 | » | » | » |
| Santander..... | 3.676 | 3.357 | » | » | » |
| Sevilla..... | » | » | » | » | » |
| Valencia..... | 6.526 | 4.119 | » | » | » |
| Vizcaya..... | 38.452 | 33.811 | » | » | » |
| TOTAL..... | 57.325 | 52.782 | 767.000 | 44.500 | » |
| Meses anteriores..... | 51.963 | 61.237 | 839.300 | 518.000 | » |
| T. A LA FECHA..... | 109.288 | 114.019 | 1.606.300 | 562.500 | » |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|------------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | » | » |
| Barcelona-Lérida..... | 515 | » |
| Ciudad Real..... | 468 | » |
| Córdoba..... | 44 | 191 |
| Guipúzcoa..... | 603 | » |
| Murcia..... | 2.001 | » |
| Oviedo..... | » | 680 |
| Santander..... | 3.905 | » |
| TOTAL..... | 7.536 | 871 |
| Meses anteriores..... | 10.051 | 891 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 17.587 | 1.762 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL Toneladas | METAL | | | |
|-------------------|----------------------|------------------------|-------------------------|------------------------------|---------------------------|
| | | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba.. | » | » | » | 600.815 | » |
| Huelva.... | 273.308 | 1.167 | » | » | » |
| Murcia.... | » | » | » | » | » |
| Oviedo.... | » | 4.185 | » | 31.361 | » |
| Sevilla.... | 649 | » | » | » | 17.000 |
| TOTAL.. | 273.957 | 5.352 | » | 632.176 | 17.000 |
| Meses anteriores | 293.894 | 1.430 | 44.983 | 624.452 | 19.000 |
| T. FECHA.. | 567.851 | 6.782 | 44.983 | 1.256.628 | 36.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|------------------------------|--------------|
| Huelva..... | 972 |
| Oviedo..... | 40 |
| TOTAL..... | 1.012 |
| Meses anteriores..... | 1.163 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 2.175 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|---------------------------------|-----------|-----------|
| | toneladas | toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 382 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona..... | 409 | 133 |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 749 | » |
| Córdoba..... | 1.100 | 3.737 |
| Granada-Málaga..... | 98 | 1.608 |
| Guipúzcoa..... | 67 | 822 |
| Jaén..... | 4.956 | 924 |
| Murcia..... | 1.259 | 4.357 |
| Santander..... | 273 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 9.293 | 11.581 |
| Meses anteriores..... | 11.980 | 9.697 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 21.273 | 21.278 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se nombra Ingeniero Jefe del Distrito minero de Almería a D. Rafael Martínez Espinar.

Se nombra Jefe del Distrito minero de Las Palmas a don Tomás Cordón López.

Se destina al Negociado 2.º de la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas al Ingeniero Jefe de 2.ª clase del Cuerpo de Minas D. Guillermo Garnica Echevarría.

Se destina al Distrito minero de Guipúzcoa al Ingeniero 2.º D. Pablo Fernández Iruegas.

Se destina al Distrito minero de Las Palmas al Ayudante principal D. Pedro Armendáriz Gurra.

Fallece el Ingeniero Jefe de 2.ª clase D. Maximino Pérez Fornies.

Se nombra Jefe del Distrito minero de Zaragoza a D. José Elvira de Apellániz.

Con motivo del fallecimiento del Sr. Pérez Fornies se produce el siguiente movimiento de escala:

Asciende a Ingeniero Jefe de 2.ª clase D. Augusto Gálvez Cañero y Alzola.

Idem a Ingeniero 1.º D. José Gorostiza López.

Idem a Ingeniero 2.º D. Fermín Marquina Borra.

Ingresa como Ingeniero 3.º D. Antonio Mayorga Briones.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de marzo de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Camaras oficiales mineras

Concesiones mineras tituladas en el mes de marzo de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-------------|-----------------------------------|--------------------------------------|---------------------------|------------------------------|------------------------------------------|
| Huelva.... | Almonaster la Real.... | San Francisco..... | Pirita de hierro | 20 | D. Juan Luis Vázquez Caballero. |
| Idem..... | La Granada..... | Ampliación a la Peña.. | Idem..... | 28 | The Peña Copper Mines Ltd. |
| Idem..... | Nerva..... | 2. ^a Ampliación a la Peña | Idem..... | 0 | Idem. |
| Idem..... | Zalamea la Real..... | Ampliación a Aurora.. | Idem..... | 11 | D. Juan Ant. ^o Pérez y Pérez. |
| Idem..... | Idem..... | Juanita..... | Idem..... | 4 | » Juan Ant. ^o López Márquez |
| Guipúzcoa.. | Hernani..... | Constancia..... | Plomo..... | 20 | » Félix Gorospe Ayerbe. |
| Lérida..... | Civís..... | Regina..... | Hierro..... | 43 | » Eladio de Ceano Vivas. |
| Idem..... | Idem..... | Adriana..... | Idem..... | 40 | Idem. |
| Navarra.... | Abarzuza, Allín, Estella y Yerri. | Navarra..... | Potasa.... | 842 | Diputación foral y provincial. |
| Idem..... | Galar, Monreal, Triabas y Elorz. | Elorz..... | Sales gema y potásicas... | 2.835 | D. Manuel Gutiérrez López. |
| Idem..... | Caso..... | Princesa..... | Hulla..... | 92 | » Angel Sánchez Santos. |
| Idem..... | Llanera..... | Prosperidad..... | Idem..... | 133 | Sociedad Orueta e Ibrán. |
| Idem..... | Idem..... | Por si vale..... | Idem..... | 78 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Retrasada..... | Idem..... | 64 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Casualidad..... | Idem..... | 60 | D. Manuel Suárez Argüelles. |
| Idem..... | Idem..... | Fortuna..... | Idem..... | 466 | Sociedad Orueta e Ibrán. |
| Idem..... | Teverga..... | Celsina..... | Idem..... | 100 | D. José Alonso Nart. |
| Salamanca.. | Martín Amor..... | Batanes..... | Wolfran.. | 30 | S. A. de Estudios Mineros de España. |
| Idem..... | Idem..... | Brice..... | Idem..... | 30 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Isabelle..... | Idem..... | 30 | Idem. |
| Sevilla.... | Morón de la Frontera.. | Jesús del Gran Poder | Lignito... | 96 | D. Julio González Martínez de Velasco. |
| Idem..... | Idem..... | Anita..... | Idem..... | 30 | » Antonio María Serrano. |
| Idem..... | Aznalcóllar..... | Arquillos..... | Pirita de hierro | 25 | Sdad. Seville Sulphur Copper Company Ltd |
| Idem..... | Alanís..... | San Daniel..... | Plomo.... | 12 | D. Daniel Arenas. |
| Tarragona.. | Figuerola y Pla de Cabra... | Joaquina..... | Hierro.... | 30 | » José Margalet Martín. |
| Idem..... | Puget y Valls..... | José..... | Indeterminado. | 20 | » José Serrano Garní. |
| Vizcaya.... | Dima, Yurre y Amorabieta... | Laga..... | Hierro.... | 623 | » Marcelino Oreja Elósegui |
| Idem..... | Yurre..... | Perla..... | Idem..... | 24 | » Fernando Bravo Acero. |
| Idem..... | Zarátamo..... | María..... | Idem..... | 18 | » Luis Romo Ugarte. |

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero en las provincias de Huelva, Guipúzcoa, Lérida, Navarra, Oviedo, Salamanca, Sevilla, Tarragona y Vizcaya.

Se ha practicado la rectificación anual del catastro minero en el Distrito de Granada (Granada-Málaga).

Legislación**MINISTERIO DE FOMENTO**

Real orden que dispone se entienda nuevamente prorrogada por un año la suspensión del derecho público de registro de minas de la provincia de Sevilla. ("Gaceta" del 7.)

Ilmo. Sr.: Vistas las Reales órdenes de 7 de marzo de 1927, por la que se suspendió durante dos años el derecho público de registro de minas en determinada zona de la provincia de Sevilla, y la de 5 de marzo de 1929, que prorrogó por igual período de tiempo aquella suspensión:

Considerando que aun practicados por el Estado dos sondeos en aquella zona, y comprobada en uno de ellos la existencia de la formación carbonífera útil debajo de formaciones muy modernas, no es ello suficiente para entender terminado el estudio del subsuelo de una región que ofrece un interés tan marcadamente importante, sino que parece de la mayor conveniencia que la zona se reserve de nuevo por si el Estado, cuando las circunstancias lo aconsejen, intenta reanudar las investigaciones,

S. M. el Rey (q. D. g.), en virtud de lo que determina el apartado segundo de la primera de las Reales órdenes citadas, ha tenido a bien disponer:

1.º Se entienda nuevamente prorrogada por un año la suspensión del derecho público de registro de minas en la zona de la provincia de Sevilla cuya designación consta en dicha Real orden que apareció inserta con el número 68 en la *Gaceta de Madrid*, número 69, correspondiente al 10 de marzo de 1927; y

2.º Que esta resolución se publique en dicho periódico oficial, y se comunique al Jefe del Distrito Minero de Sevilla para su inserción en el *Boletín Oficial* de la provincia.

Lo que de Real orden digo a V. I. para su conocimiento y demás efectos.

Dios guarde a V. I. muchos años. Madrid, 5 de marzo de 1931.—*Cierva*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Real orden anunciando un Concurso para premiar proyectos relativos a las industrias minera y metalúrgica con arreglo a las Bases que se insertan.

Ilmo. Sr.: Consignada en el Capítulo 8.º, Artículo único, Concepto 4.º del Presupuesto vigente la cantidad de 10.000 pesetas para premiar proyectos relativos a las industrias minera y metalúrgica, cuyos autores sean Ingenieros de Minas, con título expedido por la Escuela Especial de Madrid,

S. M. el Rey (q. D. g.) se ha servido disponer que para la debida publicidad de este concurso sea anunciado en la *Gaceta de Madrid* y en el BOLETÍN OFICIAL DE MINAS, METALURGIA Y COMBUSTIBLES, debiendo celebrarse con sujeción a las siguientes bases:

Primera.—Se abre concurso entre Ingenieros de Minas de la Escuela de Madrid, para la presentación de proyectos relativos a cada uno de los temas que siguen:

TEMA 1.º *Estudio general de la electrometalurgia del cinc y aplicación de este tratamiento a sus diferentes menas para llegar a la obtención del metal*, sujetándose al cuestionario siguiente:

a) Tostión previa de los minerales sulfurados y condiciones en que debe efectuarse.

b) Estudios teóricos y prácticos de la disolución del mineral, depuración del electrolito y electrolisis.

c) Proyectos y descripción de los talleres y aparatos para la tostión, disolución, depuración y electrolisis e instalaciones accesorias.

d) Estudio económico del procedimiento y coste de producción.

TEMA 2.º *Fortificación minera y rellenos*.

La Memoria comprenderá:

a) Estudio de la presión de los terrenos y circunstancias que la modifican.

b) Materiales utilizados en la fortificación de las excavaciones mineras.

c) Fortificación de galerías, talleres de arranque y pozos, prescindiendo en la de estos últimos de cuanto se relacione con los métodos especiales de profundización.

La Memoria habrá de redactarse usando la terminología propia de la Minería española.

Segunda.—Cada uno de los estudios que opten a los premios deberá componerse de Memoria, planos y los anejos necesarios.

Tercera.—Se otorgará un premio de 5.000 pesetas a cada uno de los trabajos correspondientes a los dos temas mencionados. Los estudios premiados deberán merecer el favorable informe del Consejo de Minería, con las dos terceras partes de sus Vocales por lo menos, y ser aprobados por el Gobierno, a propuesta del Ministerio de Fomento. El concurso podrá declararse desierto si ninguno de los trabajos mereciera premio o adjudicarse éste a uno solo.

Cuarta.—Los proyectos deberán presentarse en la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas del Ministerio de Fomento antes del día 15 de noviembre de 1931.

Cada proyecto llevará un lema y deberá ir acompañado de un sobre cerrado y lacrado que contenga bajo el mismo lema el nombre del autor.

Una vez adjudicados los premios se abrirán los sobres correspondientes a los trabajos premiados. Los sobres co-

respondientes a estudios no premiados se devolverán con éstos sin abrir.

El Estado se reserva el derecho de publicar los estudios que hayan merecido premio.

De Real orden lo digo a V. I. para su conocimiento y efectos. Dios guarde a V. I. muchos años. Madrid, 30 de marzo de 1931.—Firmado: *Cierva*.—Rubricado.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Real orden disponiendo cómo se han de cubrir las vacantes de Ingenieros cuando no haya voluntarios.

Ilmo. Sr.: El Excmo. Sr. Ministro de Fomento me comunica con esta fecha la Real orden siguiente:

«Ilmo. Sr.: S. M. el Rey (q. D. g.) ha tenido a bien disponer que al ocurrir vacante, sea de Jefe o Subalterno, en plazas cuya provisión no sea por concurso en los servicios dependientes de esa Dirección general de su digno cargo, y en las que por no haber Ingenieros que deseen ocuparlas voluntariamente, no se hayan podido proveer, deberán destinarse, si fuera de Jefe, el último ascendido o reingresado, y si de Subalterno, el últimamente ingresado o reingresado que no ocupen cargo provisto por concurso.»

Lo que traslado V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Dios guarde a V. I. muchos años.—Madrid, 6 de marzo de 1931.—El Director general, *E. O'Shea*.—Rubricado.

Señor Jefe de la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas.

Fijando los precios mínimos de venta de la tonelada de aglomerados producidos en las fábricas de Levante
(“Gaceta“ del 28.)

De conformidad con lo establecido en el Título II de la Base sexta del Real decreto número 1.377 de 1927, el Comité Ejecutivo de Combustibles ha acordado fijar como precio mínimo de venta de la tonelada de aglomerados producidos en las fábricas de Levante, setenta y seis pesetas con setenta y cinco céntimos sobre vagón fábrica en Barcelona y setenta y cinco pesetas con cincuenta céntimos sobre vagón fábrica en Tarragona y Valencia.

Madrid, a 21 de marzo de 1931.—El Director general,
E. O'Shea.

INDICE

Páginas

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| <i>Ensayos industriales para caracterización de los aceites y grasas en sus principales aplicaciones industriales. (Combustión y engrase.)</i> Por los Ingenieros de Minas D. Ceferino López-Sánchez Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget..... | 209 |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|

ESTADÍSTICA:

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de febrero de 1931 | 274 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero y febrero de 1931 | 277 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero y febrero de 1931..... | 277 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de febrero de 1931..... | 278 |

SECCIÓN OFICIAL:

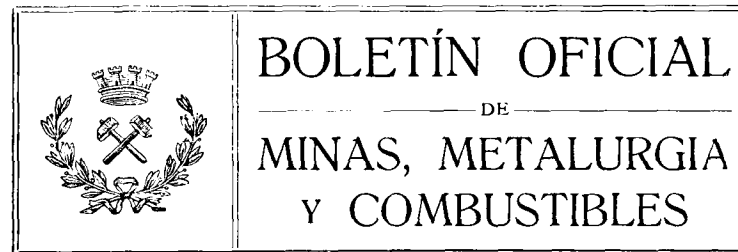
| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Personal..... | 281 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de marzo de 1931 | 282 |

LEGISLACIÓN:

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Ministerio de Fomento.— Real orden que dispone se entienda nuevamente prorrogado por un año la suspensión del derecho público de registro de minas de la provincia de Sevilla..... | 285 |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|

| | <u>Páginas</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Real orden anunciando un Concurso para premiar proyectos relativos a las industrias minera y metalúrgica con arreglo a las Bases que se insertan..... | 286 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Real orden disponiendo cómo se han de cubrir las vacantes de Ingenieros cuando no haya voluntarios..... | 288 |
| Fijando los precios mínimos de venta de la tonelada de aglomerados producidos en las fábricas de Levante. | 289 |

**Boletín Oficial de Minas, Metalurgia
y Combustibles**



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE



ENSAYOS INDUSTRIALES PARA CARACTERIZACIÓN DE LOS ACEITES Y GRASAS EN SUS PRINCIPALES APLICACIONES INDUSTRIALES. (COMBUSTION Y ENGRASE.)

POR LOS INGENIEROS DE MINAS

D. CEFERINO LÓPEZ-SÁNCHEZ AVECILLA
Y D. LAUREANO MENÉNDEZ Y PUGET

(Conclusión.)

ENSAYOS QUIMICOS DE LAS BREAS

Entre las breas podemos distinguir las esteáricas, las breas de petróleo, de hulla, de lignito, etc.; todas ellas tienen las mismas aplicaciones, como substancias aislantes para cables, para la impregnación de cartones para techumbres y para su adición a los asfaltos naturales.

Vamos a dar una idea de los caracteres distintivos de estas breas y la manera de distinguir las.

Destilando una pequeña cantidad de la brea que se estudia e investigando la parafina en el producto destilado, una ley de ésta de más de 10 por 100 nos indica que se trata de una brea esteárica. La destilación seca nos suministra datos que permiten juzgar del origen de la brea; así, las breas esteáricas dan materias ricas en ácidos grasos, mien-

tras que las de petróleo y lignito dan productos de destilación casi exentos de ellos, como puede apreciarse en el siguiente cuadro tomado de Holde (1):

ÍNDICE DE ÁCIDO DE LOS PRODUCTOS DE CRACKING DE DIFERENTES BREAS

| FRACCIÓN | I | II | III |
|---------------------------------|------------|------------|------------|
| Proporción materia destilada | 25 por 100 | 50 por 100 | 25 por 100 |
| Mezcla de breas esteáricas..... | 5,3 | 0,95 | 0,6 |
| Breas duras de petróleo..... | 0,4 | 0,4 | 0,3 |
| Brea de lignito | 0,1 | 0,2 | 0,4 |

Los productos de *cracking* de algunos asfaltos naturales presentan en algunas ocasiones acidez elevada, pero se distinguen de los ácidos obtenidos por la destilación de las breas esteáricas por su consistencia resinosa y su débil solubilidad en el éter de petróleo.

Las breas de lignito contienen creosota y por esta circunstancia se distinguen de la brea de petróleo. Si se calienta la brea con una disolución de sosa diluída, o bien se agita el producto de su destilación con este reactivo, y se separa del aceite el licor acuoso y se trata con unas gotas de disolución recientemente preparada de cloruro de diazobenceno, o mejor de ácido diazobenceno sulfónico (diazorreacción), la aparición de una coloración roja indica la presencia de fenoles y nos acusa que se trata de una brea de lignito o de hulla.

Como esta reacción es muy sensible y no exige más que unas gotas de substancia, Graefe (2) emplea para la destilación un tubo de ensayo en el cual introducimos una vari-

(1) *Hulles et graisses*.—1929.

(2) *Manuel de laboratoire pour l'industrie des goudron de lignite*.—1929.

lla de cristal con el extremo, como indica la figura 54, en forma de seta. Al calentar la brea, los vapores se condensan en la varilla y las gotas se recogen en la ranura que forma el extremo de aquélla. Como las creosotas son muy estables y no se descomponen por la destilación seca, la reacción es de gran seguridad.

Las breas de hulla y de lignito tienen caracteres que permiten distinguir las con facilidad. La brea de hulla es más densa que la de lignito y los productos de su destilación son completamente solubles en el sulfato de metilo, mientras que las del alquitrán de lignito apenas se disuelven. Por otra parte, la brea de hulla contiene una cantidad considerable de carbono libre que no se disuelve en la bencina, mientras que la de alquitrán de lignito casi no deja residuo en aquel disolvente.

La brea de madera también es rica en creosota y se la distingue de las de hulla y lignito porque es insoluble en tetracloruro de carbono y parcialmente soluble en la bencina, apenas contiene azufre y da productos de destilación ácidos.

Por su solubilidad en la acetona pueden diferenciarse las breas y para ello algunos gramos de la substancia son agotados con aquélla; si el extracto es pardo rojizo o pardo obscuro nos indica la presencia de breas de lignito o hulla, mientras que la brea de petróleo y el asfalto natural dan extractos incoloros

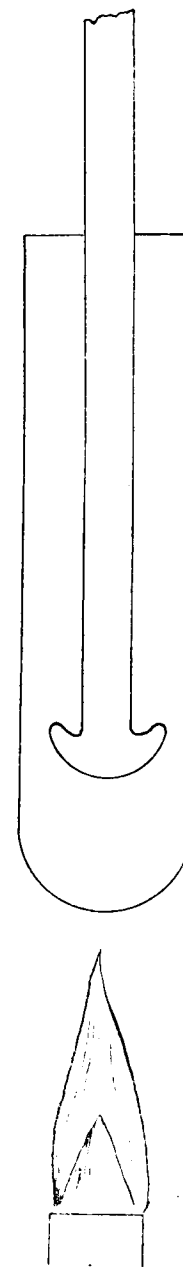


Figura 54

o amarillo limón. Además, el extracto, después de la eliminación por evaporación de la acetona, tratado por la sosa $\frac{N}{2}$ y adicionado de unas gotas de cloruro de diazobenceno, da una coloración roja o un precipitado en presencia de las breas de lignito o hulla, mientras que el asfalto natural da una solución incolora.

El cuadro (1) siguiente da las características de algunas breas:

| | Punto de fusión Kramer y Sarnow | Residuo de extracción por bencina | Azufre | Índice yodo |
|-------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|--------|-------------|
| Brea de alquitrán de lignito. | 89° | 0 | 2,14 % | 93,7 |
| Idem id. hulla..... | 91-92° | 46 % | 0,31 % | 50,0 |
| Idem id. id..... | 32° | 0 | 0,00 | 36,9 |
| Idem de petróleo I..... | 33° | 2 | 1,17 % | 49,4 |
| Idem id. II..... | 73° | 3,5 | 1,09 % | 70,3 |
| Idem id. III..... | 126° | 4 | 1,00 % | 103,5 |
| Idem blanda de lignito..... | 52° | 0 | 1,38 % | 66,5 |
| Idem esteárica..... | 43° | 0 | 0,67 | 40,4 |
| Idem de madera | 195° | 42 % | 0,00 | 140 |

(1) *Chemiker Zeitung*, número 27.

ASFALTOS NATURALES

Los asfaltos naturales proceden, según Engler (1), de hidrocarburos de petróleo privados, a consecuencia de la evaporación, de sus constituyentes volátiles y que han experimentado polimerizaciones, condensaciones y oxidaciones en las cuales el oxígeno ha hecho el papel de catalizador.

Las materias sulfuradas también juegan un papel importante en la formación del asfalto, que contiene de 2 a 12 por 100 de azufre, mientras los petróleos brutos contienen cantidades que oscilan de 0,01 a 5 por 100, lo que demuestra que los constituyentes sulfurados y oxigenados se encuentran de preferencia en las partes menos volátiles.

Frente a esta teoría de Engler existe la de Charitschkoff, el cual supone que los asfaltos (refiriéndose principalmente a los de Siria y Trinidad) son los productos de que proceden los petróleos. Esta teoría la refuta Marcusson (2) poniendo de manifiesto que las partes saponificables extraídas de los asfaltos tienen las propiedades de los ácidos polinafténicos, los que se forman por la oxidación de los productos procedentes de la destilación del petróleo. Además, en los asfaltos naturales apenas se encuentran parafinas, mientras que los petróleos contienen cantidades importantes y por consiguiente los asfaltos pueden proceder de petróleos pobres en parafinas por evaporación de las partes volátiles y resinificación del residuo y transformación en materias saponificables.

Los asfaltos son productos negros o marrón obscuro, viscosos o sólidos a la temperatura ambiente y muy estables, de donde les viene su nombre griego.

(1) *Mitteilungen*, 32, 422, 1914.

(2) *Idem id.*

En los asfaltos el betún impregna materias minerales calcáreas o silíceas. El betún se ablanda a 76 grados y funde a 83 grados; su densidad a 25 grados es 1,032 y su composición es la siguiente:

| | Trinidad | Bermudas |
|----------------|---------------|---------------|
| Carbono..... | 82,30 por 100 | 82,90 por 100 |
| Hidrógeno..... | 10,70 » | 10,80 » |
| Azufre..... | 6,16 » | 5,87 » |
| Nitrógeno..... | 0,81 » | 0,75 » |

Las asfaltitas son una variedad de asfaltos que no se encuentran en la superficie de la tierra sino formando filones.

Las asfaltitas apenas contienen ácidos libres, estando su índice de acidez comprendido entre 0,1 y 0,5, y según Richardson son de ley elevada en carbono y en materias próximas al coque. Apenas contienen sustancias minerales.

Las asfaltitas contienen menos de 7 por 100 de aceites que resisten al ácido sulfúrico, líquidos a 20 grados, y no contienen casi parafinas. Los residuos del petróleo tienen más del 20 por 100 de partes aceitosas que contienen más de 2 por 100 de parafinas, sólidas a 20 grados; en cambio los asfaltos tienen menos del 17 por 100 de aceites.

Ya indicamos que Richardson, basándose en el grado de volatilidad y solubilidad, distingue los petrolenos, los maltenos, los asfaltenos y carbenos.

Teniendo en cuenta las partes saponificables, Marcusson distingue en el betún de asfalto el aceite no modificado, las resinas de petróleo, los asfaltenos, los ácidos asfaltogénicos y sus anhídridos.

ENSAYOS FÍSICOS DE LOS ASFALTOS

Peso específico.—El peso específico de los asfaltos y asfaltitas oscila entre 1,05 y 1,1. El peso específico de las breas de alquitrán de hulla es más elevado, pues está comprendido entre 1,275 y 1,300. Este ensayo se efectúa como en las breas.

Dureza.—La dureza de los asfaltos está comprendida entre 1 y 3, excepto en los productos de las Bermudas, que es inferior a 1. Las asfaltitas tienen su dureza comprendida entre 2 y 3.

Punto de reblandecimiento.—El punto de reblandecimiento está comprendido entre 75 y 145 grados y su determinación se efectúa como hemos indicado en las breas.

Las asfaltitas se reblandecen entre 90 y 217 grados.

Resistencia, ensayo de penetración y ductilidad.—Estos ensayos se efectúan como hemos indicado en las breas y tienen extraordinaria importancia en los materiales que se han de destinar a la construcción.

La ductilidad de los asfaltos de Trinidad a 25 grados llega a 60 centímetros.

Solubilidad.—La disolución de los betunes se efectúa con gran facilidad en el cloroformo y en la esencia de trementina; el poder disolvente del sulfuro y tetracloruro de carbono y de los hidrocarburos bencénicos está en el orden indicado.

Las partes del asfalto ricas en azufre expuestas a la luz, en capa delgada, se hacen difícilmente solubles en los disolventes antes citados, pudiendo por este procedimiento separarse las partes más pobres en aquel elemento.

ENSAYOS QUÍMICOS

Determinación del betún en las rocas asfálticas.—Esta determinación se efectúa por agotamiento de la substancia que se estudia con el sulfuro de carbono puro. La operación puede efectuarse en un extractor Soxhlet. Nosotros hemos empleado con muy buen resultado el aparato representado en la figura 55.

La substancia a estudiar se coloca en un cartucho de extracción de celulosa Schleicher y Schull, que está sujeto al tapón por medio de unos alambres. El tapón conviene recubrirlo con papel de estaño para evitar las pérdidas de vapores de sulfuro de carbono. Éste, al condensarse en el refrigerante, cae sobre la substancia contenida en el cartucho y efectúa la disolución del betún. La operación se da por terminada cuando el sulfuro de carbono sale del cartucho sin color. La calefacción puede hacerse al baño-maría o, mejor, empleando, como indicamos en la figura, una mesilla de metal calentada por una resistencia eléctrica.

Una vez agotada la substancia se recoge el líquido en una cápsula tarada, evaporando el sulfuro de carbono al baño-maría hasta peso constante.

La cantidad de materia empleada oscila de 1 a 10 gramos, según su riqueza en betún.

Para evitar durante la operación una ebullición tumultuosa es conveniente añadir al sulfuro de carbono, que se emplea en cantidad de unos 75 centímetros cúbicos, unos trocitos de piedra pómez previamente secos y pesados. Este peso habrá que descontarlo del obtenido después de evaporación a sequedad, al haberse arrastrado estos trozos a la cápsula.

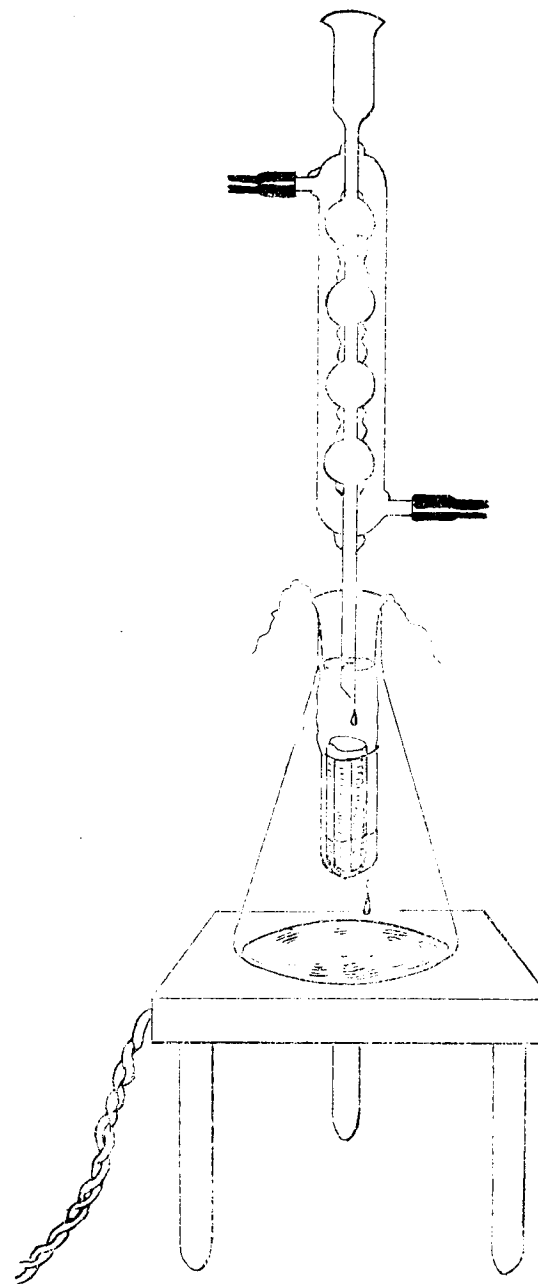


Figura 55.

Azufre.—Ya dijimos que los asfaltos son ricos en azufre, cosa que no ocurre con las breas de petróleo y de hulla, que generalmente son más pobres en este elemento. Su determinación es de gran interés y se puede efectuar por los procedimientos ya descritos de Hempel-Graefe o de Hauser.

Como en los aceites, hemos obtenido muy buenos resultados empleando el último de dichos procedimientos. También puede usarse el procedimiento de Eschka.

Determinación de la brea de alquitrán de hulla en presencia de los asfaltos naturales.—La brea de alquitrán de hulla se mezcla con mucha frecuencia con los asfaltos naturales, sobre todo para la confección de las sustancias impermeables empleadas en construcción. Los productos buenos deben contener por lo menos el 25 por 100 de asfalto natural.

El procedimiento debido a Marcusson (1) está fundado en la transformación de la brea de alquitrán de hulla en sustancias solubles en agua al ser tratadas en caliente por el ácido sulfúrico.

No se puede extraer el betún directamente con el sulfuro de carbono de una tal mezcla porque las materias carbonosas del alquitrán de hulla absorben algo de betún que no es fácilmente extraído por los disolventes. En consecuencia, hay que efectuarla en la forma siguiente: se tratan 10 gramos de la sustancia con 30 centímetros cúbicos de cloroformo en caliente hasta completa división y después se añaden 75 centímetros cúbicos de éter clorhídrico en tres o cuatro veces y agitando continuamente; transcurridos diez minutos se añaden 75 centímetros cúbicos de agua y se calienta al baño-maría para eliminar el éter. El residuo insoluble se filtra y se lava hasta que los líquidos de lavado no den reacción ácida; se seca el filtro y el betún se extrae

(1) *Z. angew. Chem.*, 26-91-1913.

con cloroformo en el aparato antes descrito. Este betún es el que sometemos a la acción del ácido sulfúrico, y para ello tomamos tres gramos que se tratan en un tubo de ensayo y en caliente con seis centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado. Este tratamiento dura cuarenta y cinco minutos y durante él se agita con frecuencia el contenido del tubo; después de frío se arrastra a un Erlenmeyer, haciendo con agua un volumen de aproximadamente un litro. Transcurrida una hora se forma en el fondo del recipiente un precipitado negro pulverulento, que se filtra en un crisol de Gooch o sobre filtro tarado.

Esta filtración debe hacerse con ayuda del vacío, pues el precipitado entrapa el filtro, dificultando el paso del líquido.

Esta filtración se hace por decantación, lavando también por este procedimiento el precipitado y arrastrándolo finalmente al filtro y lavando hasta que el líquido no dé reacción ácida. Por centrifugación se consigue la perfecta separación del líquido y el precipitado.

Seco el filtro a 105 grados se pesa el residuo insoluble de asfalto natural; se refiere este peso a los 10 gramos tratados con ácido clorhídrico, y se hace una corrección de + 4 por 100, pues el asfalto en presencia de la brea de alquitrán de hulla experimenta una ligera sulfuración.

Determinación de la brea de alquitrán de lignito en presencia de los asfaltos naturales.—Esta determinación puede hacerse obteniendo los asfaltenos insolubles en éter de petróleo y calentándolos durante un cuarto de hora en el refrigerante de reflujo con potasa alcohólica $\frac{N}{2}$ para obtener la mayor cantidad de fenoles. Se filtra después de enfriamiento, eliminando el alcohol, y se trata con agua. La solución está generalmente oscura y se puede aclarar con la adición de un poco de cloruro de sodio; se filtra nue-

vamente y se efectúa la diazorreacción, que si es positiva nos indica la presencia de la brea del alquitrán de lignito.

Solubilidad del asfalto en sulfuro de carbono.—La solubilidad del asfalto en sulfuro de carbono, tal como la hemos practicado en la determinación del asfalto en las rocas asfálticas, indica la pureza de la substancia. Cuando ésta es grande es preferible pesar el residuo insoluble en lugar del betún disuelto.

Este residuo insoluble puede estar constituido por substancias minerales u orgánicas y para determinarlas se procede a la calcinación de ellas, pesando las minerales después de dicha calcinación.

Solubilidad en tetracloruro de carbono.—Esta determinación se efectúa cuando se sospecha que el asfalto ha sido recalentado durante el proceso de su elaboración.

Se tratan en la misma forma que con el sulfuro de carbono, dos gramos del asfalto, efectuando la operación en la obscuridad, pues por la acción de la luz se forman compuestos insolubles.

La diferencia entre la cantidad de asfalto soluble en el sulfuro de carbono y la soluble en tetracloruro no da los carbenos.

Solubilidad en esencia de 0,666 de peso específico.—Se efectúa el tratamiento en iguales condiciones que para el sulfuro de carbono.

El asfalto disuelto en la esencia se llama petroleno y la parte insoluble asfalteno.

La relación entre el primero y el segundo nos suministra indicaciones importantes sobre las propiedades físicas del asfalto.

Si el contenido en petroleno es muy pequeño, el asfalto tendrá un escaso poder aglutinante; si la cantidad de petroleno es muy elevada, el asfalto será muy susceptible a los

cambios atmosféricos y su poder aglutinante será considerable.

Determinación de la pérdida por volatilización.—Es muy importante esta determinación y consiste en ver la pérdida que experimenta el asfalto al ser calentado a una temperatura determinada y en condiciones bien precisas. También es importante ver el efecto que este calentamiento ha producido en el asfalto modificando determinadas cualidades como la penetración, que conviene determinar en el producto después de someterlo a esta prueba empleando el procedimiento indicado al tratar de las breas.

Para efectuar este ensayo se colocan 50 gramos del asfalto en una cápsula de 55 milímetros de diámetro y 35 de altura, la que se introduce en una estufa que está a 163 grados. Esta estufa, calentada por gas o eléctricamente, debe estar provista de un termorregulador, al objeto de conseguir una temperatura constante.

El platillo perforado de la estufa en que se coloca la cápsula está sujeto por un eje vertical que mediante un pequeño motor gira a una velocidad de cinco revoluciones por minuto.

La operación dura cinco horas, al cabo de las cuales se vuelve a pesar la cápsula.

Carbono fijo (1).—Su determinación da una idea de la calidad del asfalto y se efectúa pesando un gramo de éste en un crisol de platino con tapa que adapte perfectamente. Se coloca sobre un triángulo de platino y se calienta durante siete minutos con un mechero Bunsen, regulando la llama de manera que tenga una altura total de 20 centímetros y 8 en la parte azulada. El crisol se coloca medio centímetro por encima de ésta. Transcurridos los siete minutos indicados y frío el crisol, se pesa nuevamente y obtendremos

(1) *American Chemical Society*, v. 21.

el carbono fijo más las cenizas. Se calcina el crisol destapado, así como la tapa, y obtendremos las cenizas, que deducidas del peso anterior nos dan el carbono fijo.

Si la materia mineral contiene carbonatos, se tratan las cenizas con unos centímetros cúbicos de una disolución saturada de carbonato amónico y se calienta a baja temperatura, hasta que se elimina el exceso de carbonato, obteniéndose el peso corregido de las cenizas.

Los ensayos de punto de fusión y de inflamación se efectúan por los procedimientos indicados al tratar de las breas.

ACEITES INDUSTRIALES

Terminadas ya las generalidades y expuestos los procedimientos seguidos para las determinaciones de las propiedades físicas, físicoquímicas y caracteres de los aceites y grasas, vamos ahora a reseñar las condiciones que deben llenar los correspondientes a cada empleo, indicando además los ensayos que deben hacerse en cada caso para poder admitir o desechar aquellos que se estudien.

Aceites para transformadores e interruptores.—Las condiciones de trabajo de los transformadores varían extraordinariamente según el clima y el tipo de aparato empleado y también según el lugar de emplazamiento del mismo. Un transformador moderno con dispositivo para su calefacción evidentemente no requiere un aceite de igual calidad que otro sin esa disposición colocado a la intemperie en invierno y en un clima frío. Así, pues, lo primero que debe tenerse en cuenta para admitir o rechazar un aceite es estudiar bien las condiciones en que el transformador ha de trabajar. Claro es que todo aceite para este empleo ha de satisfacer a determinadas características fijas para todos, pero esas en circunstancias distintas pueden quedar satisfechas por aceites de diferente naturaleza; es decir, que pueden evitarse los mismos inconvenientes con aceites no iguales. Exigir, por ejemplo en Andalucía, que un aceite no se congele hasta -40°C sólo porque los pliegos de condiciones de Alemania lo exijan para los colocados a la intemperie, es, además de absurdo, poco económico.

Un aceite para transformadores ha de estar en primer lugar exento de agua, puesto que ésta es un buen conductor y además un elemento oxidante que perjudica grandemen-

te. Tampoco debe contener ácidos libres, especialmente minerales que atacan al cobre.

No se enturbiarán por los sedimentos, asfaltos o resinas, que evitarían la buena conductibilidad calorífica del aceite. No deben congelarse en las bajas temperaturas reinantes ni experimentar pérdidas sensibles por evaporación. Su punto de inflamación será lo suficientemente alto para que las chispas no le inflamen.

Según todo esto, deben ser sometidos a las siguientes determinaciones que satisfarán los valores que siguen:

| | |
|-------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|
| Peso específico..... | 0,85 a 0,95 |
| Agua | No contenerla. |
| Acidez..... | No contener ácidos libres. |
| Limpieza..... | No contener materias extrañas. |
| Viscosidad..... | A 20° C. 8 grados Engler como máximo. |
| Congelación..... | Permanecer fluido a temperatura 5° C más baja que la mínima de la localidad. |
| Punto de inflamación en vaso abierto..... | De 145° C. |
| Índice de alquitrán..... | De 0 a 0,3 % |

Sólo de dos determinaciones nos ocuparemos, pues las demás ya están suficientemente detalladas en lo dicho al hablar de cada una de ellas, sin que sea preciso en este caso introducir modificación alguna.

Agua.—Se puede hacer primeramente un tanteo cualitativo con la eosina y si no da humedad ninguna ya está resuelto el caso, aunque creemos preferible operar como sigue:

En Francia suele hacerse la prueba de humedad introduciendo en el aceite una barra de hierro caldeada al rojo oscuro, lo que producirá crepitaciones si hay agua.

Otro medio bastante sensible es probar con sulfato de

cobre anhidro, que de existir agua en el aceite se coloreará de azul.

Ha de tenerse en cuenta que ningún aceite está exento de higroscopicidad, sino que, por el contrario, todos disuelven agua en mayor o menor proporción, llegando, según dice Croschoff, hasta absorber el 3 por 100 de su peso a 95°C. Es por tanto interesante comprobar su contenido cuantitativamente, ya que si las demás cualidades del aceite son satisfactorias y la humedad es poca, podría tal vez secarse bien y ser utilizable.

La determinación cuantitativa se hace del siguiente modo: En una cápsula de vidrio (perfectamente seca) se pesan 10 gramos del aceite calentando en baño maría bien hirviendo, agitando con una varilla (seca también) hasta que la superficie quede tranquila y arrastrando con ella las burbujas que sobrenaden. Dejada enfriar en el secador, se pesa, siendo la pérdida de peso la humedad buscada.

Aconseja Holde se haga un ensayo simultáneo con una cantidad del mismo aceite bien deshidratado con cloruro cálcico, y ello dará idea de la cuantía de pérdida por volatilización, valor que habrá que descontar del obtenido para la humedad para dar con más exactitud el porcentaje de ésta.

Esta determinación de volatilidad es de suma conveniencia, más que para este descuento, para conocer qué grado de ella tiene el aceite, ya que exigiéndose que sean no volátiles para el uso en transformadores, podría ser motivo para desechar el estudiado la obtención de cifra alta. Decimos que su importancia es mayor por este concepto que por el de descuento a la humedad, porque, si como debe ocurrir, el aceite no es volátil o lo es muy poco, ese término subtractivo sería de un orden muy pequeño generalmente.

Formación de depósitos.—La acción del oxígeno del aire, el calor y la catalítica de los metales producen alte-

raciones en los aceites que se manifiestan en forma de depósitos, ya sólidos ya líquidos, que rodeando los arrollamientos dificultan la buena transmisión del calor.

Las pruebas sobre estos puntos, variables de unos a otros países, son todas ellas realizadas sometiendo el aceite a una elevación de temperatura durante lapsos de tiempo más o menos largos y en algunos casos a la simultánea insuflación de oxígeno a presión. Creemos desde luego exagerada esta última operación, pues si bien es el oxígeno una de las causas de la formación de depósitos, no hay que olvidar que en la realidad es solamente el del aire en contacto con el aceite, y es bien distinta la acción de éste y la del industrial a presión; tal vez se dirá que como el aire actúa durante años y las pruebas con inyección son de horas, se quiere compensar la diferencia. Ello no sería así, puesto que declarar por inservible un aceite no es lo mismo que asignarle una vida en régimen de uso más o menos larga. Pudiera esta idea servir (si se llegaran a establecer relaciones) para estudiar este punto; es decir, si tal cantidad de oxígeno en tanto tiempo produce tales depósitos, el aceite podría ser utilizado tantos años o meses, que sería el tiempo que por acción del oxígeno del aire tardaría en producirlos a su vez. Esto sería una orientación más o menos discutible por la diferente manera de ocurrir las cosas, pero ser prueba decisiva, lo creemos exagerado.

La temperatura a la cual se realizan las pruebas es muy variable, y de unos a otros países y entidades oscilan generalmente de 110° C a 200° C. Lo mismo ocurre con las horas de duración de la prueba. Influyen desde luego en las elecciones de estos puntos las condiciones locales, aunque creemos que más que nada la rutina y la imitación.

Como en la realidad los devanados van recubiertos de algodón y hay cobre en los transformadores, muchos experimentadores, al someter los aceites a prueba introducen en ellos tiras y varillas de tales materias.

Teniendo en cuenta las máximas temperaturas alcanzadas en los transformadores y todo lo indicado hasta aquí, la prueba puede quedar reducida a someter la muestra a la acción del calor durante tres días a una temperatura de 110° C, teniendo suspendidas en su seno tiras de algodón de limpieza (cotón) y varillas de cobre.

Se procederá sobre una cantidad de cuatro a cinco litros por lo menos. Dejada reposar la muestra después de enfriada, se sacan las tiras y las varillas, dejándolas escurrir sobre el vaso de la prueba, se decanta el aceite, se pasan los precipitados a un matraz donde se lavan repetidas veces con benzol hasta hacer desaparecer todo vestigio de aceite, se calientan a temperatura baja, 60° C en la estufa, se dejan enfriar y se pesan.

Es desde luego éste un procedimiento aproximado, pero que da una idea suficiente de cómo se comporta el aceite.

Índice de alquitrán.—Da conocimiento del poder de resinificación de la muestra.

El procedimiento que puede adoptarse es el de Marcusson Schwarz (1), que se realiza del siguiente modo:

En un matraz de cuello largo se pesan 25 gramos de aceite calentando durante *cincuenta horas seguidas* a 120° C.

Pasado este tiempo, se deja enfriar y añaden 25 centímetros cúbicos de una solución de sosa cáustica al 3,75 por 100 en agua y alcohol de 96 por 100 a partes iguales, calentando después durante quince o veinte minutos a 80° C con refrigeración ascendente, agitando durante otros cinco. En seguida se traspasa a un matraz de separación y se deja en reposo durante veinticuatro horas, separando después de ello el líquido inferior, que es el que contiene la solución alcalina, que se recogerá en una probeta para pasarlo a un matraz separador, lavando la bureta

(1) *Petroleum*, 18, 741, 1922.

con 30 centímetros cúbicos de gasolina ligera (de aviación), esencia que se tratará con 10 centímetros cúbicos de alcohol de 50 por 100, al que se añadirán unas gotas de lejía de sosa, se agita y este alcohol se unirá al líquido alcalino primeramente separado. Este líquido resultante se tratará con HCl diluído hasta reacción ácida, tratándole luego dos o tres veces por agitación con un volumen total de 50 centímetros cúbicos de bencina. Separada la bencina y lavada con agua hasta desaparición de la reacción ácida, se evaporará el agua que retenga, se secará a 105° C y se pesará el residuo, cuyo valor, multiplicado por cuatro, dará el por ciento.

Rigidez dieléctrica.—Da F. González (1) unas reglas que consideramos razonables y que son las siguientes:

La rigidez no será menor de 40 kilovatios empleando electrodos esféricos de 10 milímetros de diámetro y separados cinco milímetros.

El aceite se ensayará tal como se reciba, sin filtrar ni secar la muestra antes de la operación.

Los electrodos se colocarán verticalmente y el nivel del aceite sobre el superior será de 50 milímetros.

La tensión se hará crecer paulatinamente desde 6 000 voltios con incrementos de 500 por segundo.

La corriente será alterna y de frecuencia industrial (50 períodos). La tensión límite será la reinante en el momento de saltar la primera chispa.

La temperatura del aceite, 20 grados centígrados.

Para una determinación se harán seis ensayos y se tomará la media, desechando toda observación menor de 32.000.

Si se quisiera la rigidez máxima, se calentará el aceite a 80-90 grados centígrados, pues sabido es que la rigidez aumenta con la temperatura.

(1) GONZÁLEZ: *Ensayo y recepción de aceites para transformadores eléctricos*, 1928.

Las demás propiedades, punto de congelación, inflamación, combustión, viscosidad, densidad, acidez, etc., se determinan como se ha indicado al tratar de ellos en la primera parte de este trabajo.

Impurezas mecánicas.—La muestra filtrada por tamiz de 0,3 milímetros de malla no dejará residuos sobre la tela.

Aceites para interruptores.—Las condiciones y pruebas exigidas para estos aceites son las mismas que las indicadas para los de transformadores, teniendo únicamente en cuenta que el punto que hay que exagerar es el relativo a la viscosidad, ya que conviene que el vacío que produce la chispa al cortarse el circuito sea llenado por el aceite lo más rápidamente posible. Por ello no se toleran viscosidades mayores de ocho grados Engler.

Acción sobre los metales.—Sin perjuicio de la determinación de la acidez libre, que ya puede dar una idea de cómo se comportará un aceite con los metales en contacto, sobre todo si esa acidez es mineral, es oportuno hacer pruebas directas de esta acción. Para ello se prepararán diversas chapas de cobre, bronce, latón y acero, que se lavarán con alcohol y benzol, dejándolas luego secar a la estufa. Secas se pesan y se introducen en tubos de ensayo, cada una en uno, y se llenan de aceite; pasados diez días se sacan, se enjugan con papel filtro y se lavan con alcohol y benzol repetidas veces, se secan y se pesan, anotando la diferencia. Suele ser poco tiempo diez días; así que se vuelve a repetir lo dicho por tres veces, o sea que una buena prueba debe durar un mes.

No estaría de más ver las muestras al microscopio antes de meterlas en el aceite por primera vez y después de cada

pesada, porque puede notarse ataques que tal vez a simple vista sean inapreciables.

El lavado después de sacarlas del aceite es necesario, pues si no suele ocurrir que aunque parezca se han secado muy bien con el paño, no lo han sido bastante, o resultar también que éste sea insuficiente para absorber el aceite que pueda quedar en los poros.

ACEITES COMBUSTIBLES PARA MOTORES

Se refiere este capítulo a los aceites para motores tipo Diesel o semi-Diesel, dejando para otro lo relativo a motores de esencia, tanto de automovilismo como de aviación.

Sabido es que en los motores Diesel la inflamación del aceite se produce por la elevación de temperatura desarrollada en el tiempo de compresión.

Se ha visto, y ello es lógico, que los combustibles líquidos más ricos en hidrógeno se inflaman con mayor facilidad, y ello dió lugar a una clasificación de los aceites para este uso en relación con su contenido en dicho gas.

Al principio del empleo de estos motores sólo se usaban aceites muy especiales y seleccionados, prescribiéndose de los de alquitrán de hulla o lignito; ya ha desaparecido la rigidez gracias a las modificaciones y mejoras introducidas en la construcción de motores, y hoy realmente se pueden quemar en ellos aceites que antes no se intentaba siquiera hacerlo.

Las condiciones esenciales principales son tres, y sin perjuicio de que a continuación detallemos cuanto deba tenerse en cuenta, diremos cuáles son éstas:

Conservar la fluidez a temperaturas bajas, considerando como límite 0 grados centígrados; no dejar residuos ni carbon libre que puedan ensuciar tubos y válvulas y alcanzar un poder calorífico de por lo menos 9.000 calorías; éstas son las más esenciales, sin cuyo cumplimiento no son aceptables.

En términos generales y tal como hoy están las cosas en este asunto, sólo se consideran inaptos para los motores tipo Diesel los productos de punto de inflamación muy baja, esencias y petróleos lampantes o los petróleos brutos. Todo lo demás, *gas oil*, aceites pesados y aceites de alquitrán,

son aplicables y se emplean, claro que si satisfacen las condiciones que damos a continuación:

Contenido en agua.—Suelen tenerla aquellos aceites que han sido transportados en vagones, tanques, etc., y debe tomarse la muestra del fondo de la vasija que los contenga, tolerándose el 0,5 por 100 y descontando en la compra un valor equivalente en aceite si pasa del 1 por 100. Si en los depósitos se agita el combustible y se deja reposar el agua irá al fondo; de modo que, en realidad, no hay más perjuicio que el económico.

Color.—Suele darse preferencia a los oscuros, incluso a los bastante opacos; ahora bien, sólo el color no es razón para decidir la admisión o repulsa de un aceite.

Viscosidad.—Se emplea el aparato Engler o sus similares. Esta característica puede llegar a valores muy altos sin inconveniente, ya que el empleo de recalentadores les da la consistencia debida antes de ser introducidos en las tuberías que les conduce al cilindro. El valor corrientemente establecido es de 30 grados Engler a 20 grados centígrados; pero, como decimos, pueden tolerarse valores más altos.

Densidad.—Oscila para los aceites minerales de 0,83 a 0,96. Se puede determinar por los procedimientos descritos anteriormente. El frasco es bueno y si son muy espesos el dado para ellos en el capítulo de densidad.

Puntos de inflamación.—Interesa el límite inferior, que no debe ser menor de 35 grados; el mayor puede ser mucho más alto, ya que la reinante en el cilindro a la compresión es muy superior al que puedan tener.

Punto de combustión.—Puede fijarse el límite inferior de 70 grados centígrados.

Estas dos características se harán en vaso abierto, por cualquiera de los dos sistemas explicados, o en el cerrado de Pensky.

Cenizas.—La máxima tolerancia es el 0,4 por 100. Se hallará esta cifra calcinando en cápsula de platino.

Azufre.—Los aceites de calidad buena no suelen dar más de 0,5 a 0,6 por 100. Sin embargo se tolera hasta el 1 por 100.

Los aceites minerales de punto de ebullición alto dejan residuos de propiedades análogas a los del asfalto y carburan más difícilmente que los ligeros. La mayor cantidad de derivados pesados producen más residuos que ensucian válvulas y cilindros y ocasionan mayor desgaste en la maquinaria. Tales derivados son los de punto de ebullición mayor de 350 grados.

Procede determinar, como anteriormente se indica en su lugar correspondiente, el contenido en asfaltos, breas y similares.

Poder calorífico.—En el caso de tipo de motores que estudiamos es interesante el poder calorífico inferior, ya que el vapor de agua producido en la combustión es arrastrado con los gases de escape y su calor latente no aprovechado.

Puede fijarse un valor a este *poder inferior* de 9.000 a 10.200 calorías.

La determinación se hará en la bomba Mahler ya descrita y el término subtractivo está dado, como ya dijimos en su lugar, por 54 veces el contenido en hidrógeno, que se determina en el análisis elemental por el método abreviado que hemos mencionado, aprovechando la operación de la combustión en el obús para hallar el poder calorífico superior. En aceites minerales este término a deducir suele oscilar entre 600 a 700 calorías.

ACEITES DE ALQUITRÁN DE HULLA

Salvo los benzoles obtenidos de la destilación de la hulla, que se inflaman a punto más bajo que el marcado en las condiciones generales, pueden emplearse todos los aceites derivados de la hulla.

Puede objetarse que si se enfrían estos aceites producen precipitación de compuestos cristalizables parafinosos que harían imposible la aplicación del combustible líquido que tal modificación experimente; pero debe tenerse en cuenta que antes de desechar el aceite debe probarse si esos precipitados son o no solubles en él, elevando la temperatura, pues si esto ocurre pueden emplearse sin peligro alguno.

Las características de los aceites de alquitrán de hulla deben ser:

Densidad, 1 a 1,10.

Color =, son bastante oscuros.

Contenido en agua.—Debe hacerse la determinación como se ha dicho antes y tener en cuenta, al dejar posar en los depósitos, que en estos alquitranes en lugar de quedar en el fondo sobrenada en el aceite.

Viscosidad.—En grados Engler suele ser de 2 a 2,1 grados.

Prueba de impurezas.—Sobre un papel de filtro se vierte una gota del aceite y se ve si deja o no huellas negras; si las deja puede suponerse que hay carbono libre u otras impurezas.

Cenizas.—El contenido en cenizas no debe ser superior al 0,1 por 100.

Azufre.—De 0,5 a 1 por 100 como máximo.

Punto de inflamación.—Puede señalarse 30° C.

Punto de combustión.—De 60 a 70° C.

Breas.—El peligro mayor del empleo de estos aceites es su contenido en derivados que se vaporicen a 400° C, los que producen ensuciamientos y rápido desgaste de la maquinaria.

Poder calorífico inferior.—Se halla en igual forma que hemos dicho para aceites minerales. Está comprendido entre 8.800 y 9.200 calorías. Las correspondientes al agua formada son 350 a 400 calorías.

ALQUITRANES

Los alquitranes de hulla obtenidos de la fabricación de gas, principalmente los de retorta vertical, se usan también, pero siempre que se emplee a su vez aceite especial de encendido y otro de engrase para los cilindros.

En general es preferible usar los aceites tanto minerales como de alquitrán de hulla, dejando los alquitranes para casos en que no pueda disponerse de aquéllos.

Sus propiedades son:

Densidad.—De 0,95 a 1,12.

Viscosidad.—20° Engler a 20° C.

Inflamación.—Superior a 30° C.

Color.—Oscuro.

Impurezas.—Se hará la prueba de la mancha en el papel.

Cenizas.—No pasarán de 0,1 por 100.

Azufre.—Llega hasta 2 por 100 y no debe tolerarse más.

Breas.—Pueden llegar los productos que ebullean a 350° C a 45 por 100, pero no pasar de ese valor.

Los alquitranes producen grandes ensuciamientos. Insistimos en que estos productos no deben emplearse más que en último extremo.

Aceites de engrase para cilindros y cojinetes de motores tipo Diesel.

Para cilindros.—Tres son los fines que se persiguen en estos aceites de engrase: aminorar el efecto de estanquidad de los pistones, disminuir la fricción y conducir el calor desde el pistón a las paredes del cilindro que están en contacto con el agua de refrigeración.

Como la temperatura en los cilindros es muy alta, deben usarse aceites que no se descompongan ni depositen impurezas, principalmente materias sólidas y resinosas.

No contendrán ácidos libres, su viscosidad será la suficiente para que en las partes frías de los órganos de distribución de engrase puedan circular bien en los días de más baja temperatura, y sus puntos de inflamación y combustión serán altos.

Los valores medios de estas características son:

| | |
|----------------------------|--------------------|
| Viscosidad a 20° C..... | 170 grados Engler. |
| Idem a 50° C..... | 25 id. |
| Punto de vaporización | 120° C. |
| Idem de inflamación | 280° C. |
| Idem de combustión..... | 320° C. |

Para cojinetes.—Pueden emplearse las mismas calidades para los cojinetes y bombas de aire bajo las características siguientes:

| | |
|---------------------------|-------------------|
| Viscosidad a 20° C..... | 40 grados Engler. |
| Idem a 50° C..... | 8 id. |
| Punto de vaporización... | 85° C. |
| Idem de inflamación | 200° C. |
| Idem de combustión..... | 235° C. |

ACEITES PARA CALEFACCION

Se emplean para el caldeo de hornos y para los generadores de vapor, tanto en barcos como en ferrocarriles. En la Marina, principalmente, tienen enorme ventaja, tanto por el menor volumen ocupado para igualdad de poder calorífico como por la rapidez y economía que supone el repostado. Son el combustible ideal para las armadas de guerra.

Las condiciones exigibles son: punto de inflamación relativamente alto por el enorme peligro que representa en buques y locomotoras el uso de aceites fácilmente inflamables; bajo contenido en azufre; fluidez suficiente a temperaturas bajas para permitir su circulación desde los depósitos a los hogares, y ausencia de impurezas que puedan obstruir los pasos.

Son aplicables a estos servicios: los petróleos brutos, el mazout, los aceites de alquitrán de hulla, lignito y pizarras.

Son preferibles, sobre todo en la Marina, los pesados a los ligeros por seguir éstos ardiendo sobre el agua en casos de hundimiento en las batallas navales o accidentes marítimos.

Las condiciones establecidas por el Almirantazgo inglés son las siguientes:

| | |
|--------------------------------------------------------|---------|
| Punto de inflamación en vaso cerrado por lo menos..... | 79° 5 C |
| Viscosidad Engler a 0° a..... | 33° |
| Azufre..... | 0,75 % |
| Acidos solubles en agua (en oleico).. | 0,05 % |
| Agua..... | 0,50 % |
| Impurezas extrañas.... | 0,00 % |

Punto de inflamación.—Está indicado para ello el aparato Pensky-Martens, descrito en su lugar con todo detalle.

Viscosidad.—Está fijada en la tabla de condiciones la graduación Engler; así que será preferible el uso de tal aparato. Ahora bien: de no disponer de él y si otro modelo y sistema, recúrrase a las tablas insertadas para pasar de unos a otros.

Azufre.—El aparato Hauser es de excelentes resultados; de no tenerlo a mano recúrrase a los otros procedimientos descritos en el correspondiente lugar.

Agua.—Destilación con xilol o el método descrito al hablar de este asunto en los aceites de transformadores.

Impurezas.—Pasar la muestra por tamiz de 0.3 milímetros en malla y comprobar si quedan en la tela.

Acidos solubles en agua.—Trátrase la muestra, 10 gramos por ejemplo, por agua agitando unos minutos. Decantada el agua valórese la acidez con $\frac{N}{10}$ KOH.

Para calcular el ácido oleico equivalente téngase presente la tabla que insertamos en el capítulo dedicado a la acidez.

AUTOMOVILISMO

Emplea el automovilismo como combustible la gasolina ordinaria, que da fracciones en su destilación hasta 180° C.

Caracteres.—*Color.*—No debe tener ninguno; el tinte antrillento que se observa en algunas gasolinas es debido a una oxidación y a que la evaporación que va experimentando la hace perder sus fracciones más volátiles.

Evaporación.—La prueba de esta propiedad se realiza pesando 10 centímetros cúbicos de esencia en un vidrio y al cabo de dos horas debe haberse evaporado completamente.

Evaporando unas gotas sobre un papel filtro no deben dejar mancha aceitosa alguna.

Acidez.—No debe admitirse más de 0,8 por 100.

Reacción Doctor.—La estimamos muy recomendable; es sencilla de efectuar y define la bondad o mala calidad de una gasolina.

Corrosión.—El ensayo en cápsula de cobre, evaporando en baño maría, puesto que puede dar indicios de existencia de azufre y de materias resinosas perjudiciales.

Índice de yodo.—Debe ejecutarse la prueba.

Solubilidad en alcohol.—La gasolina es soluble en alcohol de 96 por 100. Si contiene aceites minerales disueltos se enturbiará.

Poder calorífico.—Se determinará en el obús Mahler. Su valor es de 11.100 calorías.

Engrase.—Los lubricantes empleados varían según el

mecanismo a que se apliquen. Para el motor convienen aceites semifluidos, de alto punto de inflamación, sobre todo en las válvulas.

En la caja de cambios de velocidad no se deben emplear grasas consistentes, como suelen hacer muchos mecánicos, sino una mezcla de aceite semifluido y petróleo.

En el diferencial se empleará la misma mezcla.

En los juegos de bolas de las ruedas es también una mala costumbre el empleo de grasas consistentes; es mucho mejor un aceite espeso.

Las determinaciones que deben hacerse con los aceites empleados son:

Densidad, viscosidad (Engler), puntos de inflamación y combustión, acidez, índice de saponificación, determinación de resinas y acción sobre los metales.

Todos estos ensayos siguiendo las normas que ya hemos detallado al describir los métodos para las distintas propiedades.

Para la viscosidad debe tenerse presente la temperatura media del cárter, que es de 35° C; sin embargo, en pendientes largas y fuertes se sobrepasa tal temperatura, llegando a cifras bastante mayores; por eso creemos que en estos aceites, o mejor dicho en los aceites destinados a este fin, debe hallarse la viscosidad no sólo a 35 grados, sino también a 50° C.

Alquitrán sulfúrico.—En el aceite de engrase para los cilindros se determinará esta característica, que tiene importancia.

AVIACIÓN

Las condiciones especiales de este servicio exigen que para un peso de combustible contenga éste un gran número de calorías y además una pureza grande para evitar toda causa de avería en tuberías y válvulas. Por eso no pueden emplearse más que esencias muy ligeras y muy limpias y benzoles de primera calidad. Una gasolina oxidada representa un aumento de peso, o sea una disminución de calorías por kilogramo de carga; otro tanto ocurre si contiene agua, aunque sea en pequeña cantidad, azufre, etc.

Las condiciones exigidas, y que serán por tanto objeto de las comprobaciones, suelen ser las siguientes:

GASOLINA

Color.—Debe ser incoloro; un tinte ligeramente amarillento indica principio de oxidación. Esta característica puede comprobarse en un colorímetro o por comparación con agua destilada y soluciones de bicromato sumamente diluidas, lo justo para que puestos en tubos de ensayo gasolina, agua y la solución no se note diferencia entre la gasolina y el agua.

Humedad.—No deben contener agua en ninguna proporción.

Acidez.—No se admiten más que indicios, pues tal representa el límite impuesto, el cual ya no es tolerable, y que se fija en 0,004 por 100.

Azufre.—El límite máximo adoptado es 0,05 por 100.

La determinación puede hacerse por cualquiera de los procedimientos que hemos indicado para las esencias, y remitimos al lector a lo allí dicho.

Destilación fraccionada.—Esta prueba es la más concluyente para ver si se trata de una esencia pura o si, por el contrario, tiene compuestos de punto de ebullición superior al que a la gasolina corresponde.

La operación se lleva a cabo en el aparato tipo que hemos descrito en el lugar oportuno y cuyas cotas se indican en la figura. Se hará a la presión de 760 milímetros y a una velocidad de dos gotas por segundo, lo cual se aprecia por el péndulo colocado en el aparato y que está calculado para que bata segundos.

La destilación se llevará hasta 150 grados centígrados sobre 100 centímetros cúbicos y los volúmenes recogidos estarán comprendidos entre los límites indicados a continuación:

A 50° C, nada.

A 70° C, de 5 a 15 cc.

A 100° C, de 60 a 80 cc.

A 130° C, más de 90 cc.

A 150° C, más de 96 cc.

Índice de yodo.—Como límite máximo se admite un índice 7 determinado por el método Hanus.

BENZOL

Color.—Incoloro, tolerándose un tinte amarillo muy ligero.

Densidad.—0,870 a 0,890.

Reacción.—Neutra.

Azufre.—Se tolera el 0,09 por 100 como máximo.

Coloración del ácido sulfúrico.—Agitada una mezcla a volúmenes iguales de bencol y sulfúrico con entrado, la coloración que adquiriera éste debe ser menor que la correspondiente a cuatro centímetros cúbicos de $\frac{N}{10}$ de yodo diluidos en 50 centímetros cúbicos de agua destilada.

Destilación.—Verificada en el aparato tipo a 760 milímetros y velocidad de dos gotas por segundo se obtendrán los resultados siguientes:

Antes de 84° C, un volumen no inferior al 5 por 100.

Antes de 100° C, un volumen no inferior al 70 por 100.

Antes de 150° C, se obtendrá el punto seco.

Potencia calorífica superior.—10.000 calorías.

La determinación de estas calorías se hace en el obús Mahler, tomando las precauciones indicadas al tratar del poder calorífico.

ENGRASE PARA LOS CILINDROS DE LOS MOTORES DE AVIACIÓN

En el motor de aviación se requiere una gran regularidad de funcionamiento y la evitación de depósitos y costras en el interior de los cilindros. No hay que olvidar la alta temperatura que reina en estos cilindros, y aunque el sitio de mayor temperatura, la culata, es el que menos aceite recibe, es peligroso lleguen los lubricantes a quemarse, dejando depósitos carbonosos que ensuciarán cilindros y válvulas, siendo causa incluso de accidentes peligrosos.

El aceite que reúne dos condiciones muy especiales para evitar estos inconvenientes, puesto que no se descompone fácilmente por el calor y además es de viscosidad poco variable al aumentar la temperatura, es el de ricino. A él se recurre, por tanto.

Las condiciones corrientemente exigidas en los pliegos son las siguientes:

Color.—Incoloro o ligeramente amarillo.

Impurezas.—No debe dejar impurezas en la prueba con papel de filtro.

Densidad.—0,959 a 0,968.

Viscosidad.—En el aparato Engler a 50 grados centígrados debe obtenerse un valor superior a 16, y a 100 grados centígrados será superior a 2,5 grados.

Acidez.—Debe estar exento de acidez mineral, y en cuanto a ácidos orgánicos libres no contendrá más del 0,3 por 100 expresado en anhídrido sulfúrico.

Disolución al alcohol.—Un volumen de aceite tratado con cinco de alcohol de densidad 0,83 a 15 grados centígrados debe permanecer transparente durante cinco minutos sometida la mezcla a una temperatura de 0 grados centígrados.

Ensayo de refrigeración.—Calentando aceite a 30 grados y dejándole después veinticuatro horas para que tome la temperatura ambiente, se le someterá después durante cuatro días a — 10 grados centígrados, y observado al cabo de ese período no debe presentar partícula sólida alguna.

Residuo de coque.—El obtenido en el aparato Conradson no será superior al 0,3 por 100.

Índice de saponificación.—El aceite de ricino no es miscible con los minerales, de modo que parecía por esta propiedad libre de ser mistificado mezclándole con ellos; sin embargo, Stern-Sonneborn descubrió que sometido en autoclave durante muchas horas a una temperatura de 300 grados centígrados se hacía miscible con aquéllos, por lo cual puede hoy hacerse dicha mezcla. Como el índice de saponificación del ricino puro es 181 a 181,5, si determinado el de una muestra de este aceite se obtuviera un valor menor se podría pensar en la adulteración con aceite mineral.

Esta determinación del índice de saponificación es en realidad una comprobación del ensayo anterior de solubilidad en alcohol, ya que esta última nos indica si existen o

no aceites minerales, puesto que, dada la débil solubilidad de éstos en el alcohol, su presencia se haría manifiesta.

Índice de yodo.—Al aceite le corresponde 84,4 y el de los ácidos ricínico y recinólico 86,3 y 88,3, cuya presencia se reconoce sometiendo el aceite a tres grados centígrados.

Adulteraciones.—Una adulteración frecuente, o por lo menos empleada, es la adición de sulforricinato amónico, que tiene el inconveniente de atacar los metales del cilindro y el pistón. Su presencia se aprecia bien por su característico olor a amoníaco.

FERROCARRILES

En los engrases de los distintos servicios de un ferrocarril hay tres puntos a considerar: cajas de engrase de los ejes de vagones, órganos de transmisión de las locomotoras y engrase de los cilindros de las mismas.

Consideraremos los tres:

Ejes de vagones.—Lo más convenientemente empleado es el mazout, siendo las características exigidas las siguientes:

1.^a No contener otras clases de aceite; es decir, estar exento de aceites grasos, animales o vegetales.

Esta condición puede comprobarse por medio del índice de saponificación o separando las materias saponificables por los procedimientos que ya hemos descrito en su lugar.

2.^a Estar clarificado.

Puede verse por simple filtración a través de un tamiz.

3.^a No contener más del 15 por 100 de alquitrán sulfúrico.

Sígase para ello el procedimiento detallado en que se hacen observaciones sobre el modo de apreciarlo en casos en que parece no contenerlo.

4.^a Su densidad debe ser 0,890 a 0,945.

5.^a Punto de congelación, — 8° C o menos.

6.^a Punto de inflamación, 145 grados.

Se determinará en vaso abierto (Marcusson) o en vaso cerrado Martens-Pensky. Muchos ferrocarriles exigen lo sean en el Luchaire, que nosotros no hemos descrito, pero que no vemos el motivo de la preferencia, ya que para el uso a que se destina nos parece sobradamente seguro el límite dado, sea el que sea el método empleado.

Viscosidad.—Los ferrocarriles exigen generalmente el método Barbey; por ello daremos las cifras en esa graduación:

| | |
|---------------------------------------------|-------------------|
| Fluidez mínima a 20 grados centígrados..... | 11 grados Barbey. |
| Idem media 35 id. id. | 37 a 50 Barbey. |
| Idem máxima 50 id. id. | 120 Barbey. |

Aceites para cilindros (Valvolinas).

Para vapor recalentado.—Requieren también ausencia de aceites grasos.

Reacción neutra.

Densidad de 15 grados centígrados, 0,890 a 0,945.

Punto de congelación, 0 grados centígrados.

Punto de inflamación, 315 grados.

Alquitrán sulfúrico, 15 por 100 como máximo.



Fluidez Barbey.

| | |
|------------------------------|-----------|
| A 35 grados centígrados..... | 4 a 12 |
| 50 id. id. | 12 a 25 |
| 70 id. id. | 30 a 55 |
| 100 id. id. | 130 a 180 |

Viscosidad Engler a 50 grados centígrados. 35 grados minimum.

Todas estas determinaciones se harán por los métodos corrientes que tenemos descritos.

Aceites para cilindros de vapor saturado.

No contener otros aceites.

Estar clarificados.

Alquitrán sulfúrico, 15 por 100 como maximum.

Densidad, a 15 grados centígrados, 0,890 a 0,945.

Punto de congelación, cero grados centígrados.

Punto de inflamación, 250 grados centígrados.

Fluidez Barbey.

| | |
|------------------------------|-----------|
| A 35 grados centígrados..... | 4 a 12 |
| 50 id. id. | 12 a 25 |
| 70 id. id. | 30 a 55 |
| 100 id. id. | 130 a 180 |

Viscosidad Engler a 50 grados centígrados. 35 grados minimum.

A estas condiciones añadiremos nosotros no contener resinas ni jabones.

Estos pliegos de condiciones se refieren a suministros anteriores al establecimiento del Monopolio, hoy rigen los siguientes:

Engrase de coches y vagones.

| | |
|-------------------------------------------|-----------------------|
| Viscosidad Engler a 50 grados centígrados | 6 a 7 grados. |
| Punto de congelación..... | 5 grados centígrados. |
| Alquitrán sulfúrico..... | 15 por 100 máximo. |

Engrase para mecanismos y movimientos de locomotoras.

| | |
|-------------------------------------------|-------------------------|
| Viscosidad Engler a 50 grados centígrados | 23 a 25 grados. |
| Punto de inflamación.—Vaso abierto..... | 145 grados centígrados. |
| Punto de congelación..... | 5 grados centígrados |
| Alquitrán sulfúrico..... | 15 por 100 máximo. |

Valvolina para vapor saturado.

| | |
|--------------------------------------------|-------------------------|
| Viscosidad Engler a 100 grados centígrados | 3,5 a 4,5 grados. |
| Punto de inflamación.—Vaso abierto..... | 245 grados centígrados. |
| Punto de congelación..... | 10 grados centígrados. |
| Alquitrán sulfúrico..... | 15 por 100 máximo. |
| Residuo de coque..... | 0,10 por 100. |

Valvolina para vapor recalentado.

| | |
|--------------------------------------------|-------------------------|
| Viscosidad Engler a 100 grados centígrados | 5 a 7 grados. |
| Punto de inflamación.—Vaso abierto..... | 290 grados centígrados. |
| Punto de congelación..... | 10 grados centígrados. |
| Alquitrán sulfúrico..... | 15 por 100 máximo. |
| Residuo de coque..... | 0,10 por 100. |

Para vaso abierto sigase el método Marcusson y para residuo de coque el Conradson.

Puede y debe añadirse la determinación de cenizas y el estudio y análisis de éstas si tienen aspecto blanquecino, tratando por HCl y buscando cal, hierro, álcalis, etc.

Acompañamos por último un cuadro de las características tipo de distintos países que se discutieron en el Congreso ferroviario verificado en Madrid en mayo del año corriente.

Cuadro en que se recapitulan los aceites para vapor recalentado.

| Nombre de la Administración | Sociedad Nacional de los caminos de hierro belgas | Caminos de hierro federales suizos | Estado sueco | Estado checoslovaco | Estado austriaco | Camino de hierro Bergslagen | Estado finlandés | Guillaume-Luxembourg (Alsacia-Lorena) | Estado rumano | Estado S. M. S. | Príncipe Henri | Estado búlgaro | Estado danés | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|------------------------|-----------------------------------------------|------------------------|----------------|------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| Designación del aceite de recalentado empleado. | Cilindrina. | Aceite de recalentado. | Aceite de recalentado. | Aceite «cylindrico» de origen americano, de la casa «Os-tia». | Aceite «cylindrico» de Pensylvania, de la casa «Os-tia». | Aceite americano. | Aceite de recalentado. | Aceite de recalentado. | Aceite de recalentado. | Aceite de recalentado. | Aceite de recalentado. | » | Aceite de recalentado. | |
| Servicio de máquinas a que está destinado. | Todas las máquinas. | » | » | » | » | Para locomotoras de trenes rápidos y de viajeros de largo recorrido. | » | » | » | » | » | » | » | |
| Naturaleza del aceite. | Aceite mineral conteniendo 5 % máximo a 3,5 % mínimo de aceite o grasas saponificables. La determinación de materias saponificables se hará sobre la base de un índice de saponificación 190 | Aceite mineral absolutamente exento de impurezas mecánicas y de agua, color pardo obscuro. | Aceite puro mineral, de color pardo obscuro. | Aceite puramente mineral, de color verde pardo obscuro. | Aceite puramente mineral, de color pardo obscuro. | » | » | Aceite mineral puro, bien filtrado, fluído a -15°C sin agua, ácidos ni álcalis. | » | Aceite mineral, sin ácidos ni álcalis libres. | » | » | Aceite puramente mineral, bien refinado, negro verdoso, pardo o verde. | Aceites minerales, no compounding. |
| Densidad a 15°C. | Próximamente 0,900. | 0,906 | » | 0,909-0,910 | 0,904-0,906 | 0,900-0,902 | 0,890-0,940 | » | 0,90017 | 0,950 | 0,890-0,945 | 0,902-0,907 | 0,915-0,950 | 0,910-0,920 |
| Punto de inflamación: a) En vaso abierto (aparato de Marcusson); b) En vaso cerrado (aparato Pensky - Martens). | » Superior a 255°C. | 290°C. | 320°C. como mínimo. | 305°C-307°C. sin corrección. | 301°C-303°C. sin corrección. | 310°C. | » 260°C como mínimo. | 320°C como mínimo. » | » 270°C | 310°C. como mínimo. | » » | 295°C-310°C. | 300°C como mínimo. » | 320°C » |

GRASAS

Desde el punto de vista de la combustión en las aplicaciones industriales las grasas juegan bien pequeño papel, así que nos dedicaremos exclusivamente a lo que afecta al engrase.

Las materias grasas son éteres neutros de un alcohol triatómico. Constituyen los aceites de origen animal o vegetal y las grasas de animales tanto terrestres como marítimos. La idea de grasa no lleva consigo unida la de substancia de consistencia pastosa, puesto que grasa, en realidad, según la definición, es también un aceite de origen vegetal.

Son, por tanto, aceites grasos los procedentes del reino animal o vegetal. En el engrase se usaban en épocas recientes, o relativamente recientes mejor dicho, los aceites vegetales, como el de oliva, colza y otros muchos; hoy la casi totalidad de los aceites consumidos en lubricación son minerales.

No es este lugar ni el motivo de este trabajo aducir las ventajas o inconvenientes que tengan los aceites de uno u otro origen para llevarse la preferencia, pero desde luego la cuestión de costo tan favorable para los aceites minerales ha influido en una muy grande parte.

Los aceites grasos son de propiedades menos estables que los minerales, salvo la variabilidad de viscosidad con la temperatura, que es menor.

Industrialmente hablando, las grasas de empleo lubricante son las llamadas consistentes, que tienen su principal aplicación en casos en que los aceites se pierden por goteo o escape o en órganos de no fácil acceso, tal como cojinetes de transmisiones colocados muy altos, etc. Los

Los dispositivos modernos de engrase que llevan y reparten el lubricante por todos los elementos de la maquinaria van desterrando cada vez más estas grasas, que en realidad son preparados industriales que en muchísimos casos no tienen de grasa más que el nombre, como ocurre al componer un aceite solidificado, que no es más que uno mineral agregado de jabones anhídros de calcio o de aluminio.

La preparación de grasas consistentes es una cosa análoga a la de estos aceites solidificados, y el mineral usado debe ser de gran viscosidad, pero exento o al menos poco rico en parafinas, pues la presencia de éstas puede dar consistencia grumosa y alterar su especial blandura. La gran viscosidad indicada puede dársele usando en lugar de aceites minerales aceites grasos soplados, los que ya en otra ocasión hemos dicho que eran altamente viscosos.

También se preparan lubricantes espesos resinosos de aspecto graso con aceites de resina, resinato de calcio y un aceite mineral.

Todas estas preparaciones son por lo que se ve mezclas muy diversas y para un estudio desde el punto de vista industrial no cabe una clasificación tan precisa de propiedades esenciales como se ha indicado para los aceites.

Lo mejor es hacer una verdadera separación en grupos de componentes y luego proceder al estudio en cada fracción separada.

Para la más fácil exposición de esta marcha la presentamos en forma de cuadro:

10 gramos de grasa. Se tratan con acetona y cloruro de cal anhidro en el Soxhlet.

- Aceite mineral.
- Idem resina.
- Idem alquitrán.
- Idem grasas.
- Resinas.
- Glicerina.

- Jabones.....
- Materias minerales.....
- Se trata con mezcla de ocho de bencina y dos de alcohol....

Soluble. Jabones que se tratan con HCl y éter..

- Soluble en éter...
 - Acidos grasos.
 - Acidos de resina.
- Parte clorhídrica
 - Alcalis.
 - Cal.
 - Alúmina.
 - Eter.

Insoluble... } *Compuestos minerales.* - Se separan e investigan según marcha general del análisis.

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de marzo de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|----------------|
| Hulla..... | 398.812 |
| Antracita..... | 1.247 |
| TOTAL | 400.059 |

Coque..... 10.705 toneladas.
 Aglomerados..... 12.647 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.599 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 1.792 |
| Lignito..... | 10.771 |
| TOTAL | 12.563 |

Producción de coque: > toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 39.042 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 17.548 |
| Antracita..... | 12.840 |
| TOTAL | 30.388 |

Briquetas..... 2.718 toneladas.
 Coque..... 4.480 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 938 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 61.459 |
| Antracita..... | 22.952 |
| TOTAL | 84.411 |

Aglomerados..... 15.423 toneladas.
 Coque..... 267 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 18.783 |
| Antracita..... | 13.123 |
| TOTAL | 31.906 |

Aglomerados..... 16.086 toneladas.
 Coque..... > —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 2.212 |
| Coque de gas..... | 346 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 14.000 |
| Aglomerados de hulla... | 6.793 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 11.663 |

Valencia

| | |
|------------------------|------------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.334 toneladas. |
|------------------------|------------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla..... | 269 toneladas. |
|---------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-------------------|
| Coque..... | 30.792 toneladas. |
| Aglomerados..... | 4.160 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 350 |
| Lignito..... | 4.840 |
| TOTAL..... | 5.190 |

| | |
|-------------------|--------------|
| Aglomerados..... | » toneladas. |
| Coque de gas..... | 45 — |

Producción de combustibles durante los meses de enero a marzo de 1931

| | Meses anteriores | Marzo | TOTAL |
|------------------------|------------------|-----------|-----------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 107.619 | 50.162 | 157.781 |
| Hulla..... | 1.007.424 | 551.786 | 1.559.210 |
| Lignito..... | 62.254 | 33.023 | 95.277 |
| TOTAL..... | 1.177.297 | 634.971 | 1.812.268 |
| Coque metalúrgico..... | 107.559 | 54.238 | 161.797 |
| Aglomerados..... | 120.968 | 57.827 | 178.795 |

Producción nacional de aceites combustibles (1)

Meses de enero a marzo de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Marzo | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|------------|------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero)... | 573.499 | 248.573 | 822.072 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 31.846 | 9.817 | 41.663 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 120.415 | 53.468 | 174.683 |
| Otros tipos..... | 86.916 | 71.562 | 158.478 |
| TOTAL..... | 812.676 | 383.420 | 1.196.896 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 5.098.286 | 2.604.709 | 7.702.995 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|---------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 916.120 | 552.117 | 1.478.237 |
| Gasolinas y similares..... | 133.880 | 66.023 | 199.903 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de marzo de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|------------------------------------------|----------------|
| Almería | 37.474 |
| Badajoz | 3.420 |
| Coruña (Galicia) | 5.527 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra | 1.414 |
| Granada-Málaga | 31.580 |
| Huelva | 8.863 |
| Jaén | » |
| Murcia | 4.408 |
| Oviedo | 6.223 |
| Santander | 36.758 |
| Sevilla | 8.262 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel | 24.625 |
| Vizcaya | 145.341 |
| Zaragoza | » |
| TOTAL..... | 313.895 |
| Meses anteriores..... | 605.222 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 919.117 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|-----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona | » | 53 | » | » | » |
| Coruña | » | » | 661.800 | 547.000 | 59.100 |
| Guipúzcoa | 997 | 2.273 | » | » | » |
| Oviedo | 8.164 | 12.401 | » | » | » |
| Santander | 2.938 | 3.927 | » | » | » |
| Sevilla | » | » | » | » | » |
| Valencia | 6.925 | 6.851 | » | » | » |
| Vizcaya | 32.139 | 34.454 | » | » | » |
| TOTAL..... | 51.143 | 59.959 | 661.800 | 547.000 | 59.100 |
| Meses anteriores | 109.288 | 114.019 | 1.606.300 | 562.500 | » |
| T. A LA FECHA. | 160.431 | 173.978 | 2.267.100 | 1.109.500 | 59.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|------------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería | » | » |
| Badajoz | » | » |
| Barcelona-Lérida | 493 | » |
| Ciudad Real | 476 | » |
| Córdoba | 48 | 212 |
| Guipúzcoa | 652 | » |
| Murcia | 3.623 | » |
| Oviedo | » | 662 |
| Santander | 6.153 | » |
| TOTAL..... | 11.445 | 874 |
| Meses anteriores..... | 17.587 | 1.762 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 29.032 | 2.636 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL | METAL | | | |
|-------------------|----------------|---------------------|----------------------|---------------------------|------------------------|
| | Toneladas | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba .. | » | » | » | 762.051 | » |
| Huelva.... | 288.768 | 1.391.881 | » | » | » |
| Murcia.... | » | » | » | » | » |
| Oviedo.... | » | » | 48.177 | 31.923 | » |
| Sevilla.... | 1.067 | » | » | » | 25.000 |
| TOTAL .. | 289.835 | 1.391.881 | 48.177 | 793.974 | 25.000 |
| Meses anteriores | 567.851 | 6.782.000 | 44.983 | 1.256.628 | 36.000 |
| T. FECHA. | 857.686 | 8.173.881 | 93.160 | 2.050.602 | 61.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|------------------------------|--------------|
| Huelva..... | 1.081 |
| Oviedo..... | 55 |
| TOTAL | 1.136 |
| Meses anteriores..... | 2.175 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 3.311 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|-------------------------------|-----------|-----------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 236 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona... | 474 | 177 |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 813 | » |
| Córdoba..... | 2.132 | 3.950 |
| Granada-Málaga..... | 101 | 1.852 |
| Guipúzcoa..... | 79 | 815 |
| Jaén..... | 5.854 | 1.179 |
| Murcia..... | 1.313 | 4.807 |
| Santander..... | 448 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 11.450 | 12.780 |
| Meses anteriores..... | 21.273 | 21.278 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 32.723 | 34.058 |

Producción de plata.

| | Kilogramos |
|--------------------------|------------|
| Granada-Málaga..... | 800 |
| Jaén..... | 448 |
| TOTAL..... | 1.248 |
| Meses anteriores..... | » |
| TOTAL EN ESTA FECHA..... | 1.248 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Decreto nombrando Subsecretario y Director general de Minas y Combustibles a D. Félix Gordón Ordás. ("Gaceta" del 16.)

Como Presidente del Gobierno Provisional de la República, de acuerdo con el mismo y a propuesta del Ministro de Fomento,

Vengo en nombrar Subsecretario del Ministerio de Fomento y Director general de Minas y Combustibles a don Félix Gordón Ordás.

Dado en Madrid a quince de abril de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno Provisional de la República, *Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz*.

Se nombra Jefe del Distrito minero de Palencia al Ingeniero Jefe de 2.^a clase D. Gregorio Barrientos.

Ha fallecido el Ayudante principal de Minas D. Domingo López Salazar.

Asciende a Ayudante principal D. Pedro Alonso Higuera.

Se destina a la Escuela de Bélmez al Ingeniero 3.^o don Antonio Mayorga.

Se nombra Vocal del Instituto Geológico y Minero de España al Ingeniero 2.^o D. Diego Templado.

Se jubila al Presidente del Consejo de Minería D. Lorenzo Alonso Martínez, a los Inspectores generales D. Manuel Beltrán de Heredia y D. Cleto Marcelino Rubiera.

Se jubila a los Ingenieros Jefes de 1.^a clase D. Antonio González de Nicolás, D. Enrique García-Borreguero y don Joaquín Arisqueta, supernumerario.

Por orden ministerial se amortiza una plaza de Ingeniero Jefe de 1.^a clase por ser la cuarta vacante definitiva de las ocurridas en dicha categoría y queda en la misma un Ingeniero Jefe en condición de excedente activo.

Con motivo de las anteriores jubilaciones se produce el siguiente movimiento de escala:

Reingresa y asciende a Inspector general, Presidente de Sección, D. José Revilla y Haya.

Ascienden a Inspectores generales D. Manuel Abad y D. Salvador Vázquez Zafra.

Ascienden a Ingenieros Jefes de 1.^a clase, D. Antonio Montenegro, D. Bernardo Tenorio y D. Antonio Benjumea.

Ascienden a Ingenieros Jefes de 2.^a clase, D. Rafael María Prieto y D. Esteban Fernández.

Ascienden a Ingenieros primeros, D. José María Abá-solo y D. Gonzalo del Río.

Ascienden a Ingenieros segundos, D. Jesús Arana y D. Jesús Díez del Corral, supernumerarios, y D. Tomás Cordón y D. Ramón Villanueva.

Ingresas como Ingeniero 3.^o, D. Pedro Armendáriz.

Reingresan el Ingeniero 1.^o, D. Enrique Centeno y el Ingeniero 3.^o D. Pedro Alonso Higuera.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de abril de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras

Concesiones mineras tituladas en el mes de abril de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-------------|---------------------------------|---------------------------------|------------------|------------------------------|------------------------------------------|
| Barcelona.. | Aspá (Saldes)..... | Clara | Carbón... | 42 | D. Antonio Humedas Bas. |
| Idem..... | Malgrat..... | Abundancia..... | Hierro.... | 40 | » Emilio Carandini y Dalla-Rosa. |
| Idem..... | Montornés del Vallés.. | Pilarín..... | Idem..... | 13 | » Germán Ferrer Lorda. |
| Idem..... | Gélida y S. Lorenzo de Hortóns. | Cataluña..... | Petróleo.. | 436 | » Julián García Carbó. |
| Granada .. | Gor..... | San Agustín..... | Calamina.. | 72 | » Rafael Casado Torrelblanca. |
| Idem..... | Baza..... | Enrique..... | Cinabrio.. | 49 | » Aurelio Fajardo Vilches. |
| Idem..... | Tímar..... | Casariche..... | Idem..... | 8 | » José López Martínez. |
| Idem..... | Torviscón..... | Almadenillo..... | Idem..... | 19 | » Juan Nacle Herrera. |
| Idem..... | Idem..... | Almadenillo 2.º..... | Idem..... | 20 | Idem. |
| Idem..... | Guájar-Fondón..... | El Tesoro..... | Cobalto.... | 20 | D. Aurelio Fajardo Vilches. |
| Idem..... | Baza..... | Pepe y Luis..... | Hierro.... | 42 | » José Arroyo Rodríguez. |
| Idem..... | Idem..... | París..... | Idem..... | 41 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Rosario..... | Idem..... | 53 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | María, Florencia y Rosa..... | Idem..... | 63 | Idem. |
| Idem..... | Charches..... | Virgen de los Dolores.. | Idem..... | 50 | D. José de la Oliva y Cano. |
| Idem..... | Albuñuelas y Otívar.. | Micaela | Hierro y pirita. | 20 | » José Velasco Vitini. |
| Idem..... | Albuñuelas..... | Tanmaturo San Antonio de Padua. | Plomo..... | 35 | » Juan Nacle Herrera. |
| | | | | 149 | |
| Idem..... | Idem..... | Coloñada..... | Idem..... | 12 | » Rafael Casado Torrelblanca. |
| Idem..... | Idem..... | Riqueza Vista..... | Idem..... | 20 | D. Manuel Fernández Delgado. |
| Idem..... | Cartagena..... | B..... | Idem..... | 14 | Sdad. Minero-Metalúrgica Zapata-Portman. |
| Idem..... | Idem..... | C..... | Idem..... | 14 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | D..... | Idem..... | 9 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | F..... | Idem..... | 15 | Idem. |
| Idem..... | Murcia..... | Aventura | Idem..... | 15 | D. Juan José Ayllón. |
| Idem..... | Cehegín..... | Mariano..... | Idem..... | 4 | » Gonzalo de Figueroa y O'Neill. |
| Idem..... | Idem..... | Angel..... | Idem..... | 4 | Idem. |
| Idem..... | Jumilla | El Cerco..... | Idem..... | 51 | Ayuntamiento de Jumilla. |
| Idem..... | Lorca..... | Santa Primitiva..... | Idem..... | 20 | D. Alfonso Román Flores. |
| Idem..... | Idem..... | Cartagena | Idem..... | 40 | » Manuel Dorda Mesa. |
| Idem..... | Idem..... | Lo Triviño..... | Idem..... | 13 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Máiquez..... | Idem..... | 15 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Taivilla..... | Idem..... | 63 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | El Chalet..... | Idem..... | 12 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Roldán..... | Idem..... | 39 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Los Cuatro Santos..... | Idem..... | 50 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Colón y Amenofis..... | Idem..... | 18 | D. Manuel Fernández Delgado. |
| Idem..... | Idem..... | Bienvenida..... | Idem..... | 12 | » José Segado Tobal. |
| Idem..... | Idem..... | Corre que es tarde..... | Idem..... | 12 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | La Granadina..... | Idem..... | 12 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | El Medio..... | Idem..... | 30 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | La Obscura..... | Idem..... | 19 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Jacinto..... | Idem..... | 110 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Abundancia..... | Idem..... | 16 | D. Enrique Centeno Alonso. |
| Idem..... | Idem..... | La Encarnación..... | Idem..... | 15 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Enrique..... | Idem..... | 7 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Unión de Tres..... | Idem..... | 38 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Luis 2.º..... | Idem..... | 18 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Camino..... | Idem..... | 11 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Salida..... | Idem..... | 9 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Casualidad..... | Idem..... | 19 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Por si acaso..... | Idem..... | 107 | D. Francisco Cachá y Cachá. |
| Idem..... | Lorca y Mazarrón..... | Lepanto..... | Idem..... | 20 | » Enrique Centeno Alonso. |

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|------------------------|-------------------------------|-------------------------------------------|----------------------|------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|
| Murcia..... | Mazarrón..... | Martín..... | Hierro..... | 6 | D. Enrique Centeno Alonso. |
| Idem..... | Idem..... | Pepa..... | Idem..... | 18 | Idem. |
| Idem..... | Totana..... | Angel del Consuelo... | Idem..... | 18 | Asclón, F. del Sanat. ^o Antituberc. ^o de España |
| Navarra.... | Salinas de Oro..... | Leona..... | Sales gema y potasa. | 100 | D. Jesús Artola Goicoechea. |
| Orense..... | Avión..... | María Luisa..... | Estaño.... | 92 | » Victoriano Gómez Jiménez |
| Idem..... | Beariz..... | Ricardo..... | Idem..... | 48 | » Ricardo Martínez Cifuentes. |
| Idem..... | Cartelle..... | Africana..... | Idem..... | 6 | Idem. |
| Idem..... | Cartelle y Castrelo de Miño.. | Jesús..... | Idem..... | 38 | D. Jesús Cano Romero. |
| Idem..... | La Gudiña..... | Demasia a Carlos..... | Idem..... | 2,886252 | » Eduardo Bath. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia a S. Juan..... | Idem..... | 3,4144 | » Silverio Arias Bolaño. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia a Ampliación a San Juan. | Idem..... | 2,286650 | » Eduardo Bath. |
| Idem..... | Idem..... | Idem a id. a Carlos..... | Idem..... | 9,169250 | Idem. |
| Idem..... | Laza..... | Generosa..... | Idem..... | 57 | D. Ricardo Martínez Cifuentes. |
| Oviedo..... | Labiana..... | 2. ^a Ampliación a Ballasa..... | Hulla..... | 26 | » José Fradera Camps. |
| Idem..... | Idem..... | 3. ^a Demasia a Abundante..... | Idem..... | 0,5600 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Ampliación a Melchora..... | Idem..... | 50 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | 1. ^a Demasia a Abundante..... | Idem..... | 1 | Idem. |
| Idem..... | Lena..... | Demasia a la Opinión..... | Cinabrio.. | 3,7856 | D. Francisco Muñiz García. |
| Idem..... | Labiana..... | 2. ^a Demasia a Abundante..... | Hulla..... | 0,5600 | » José Fradera Camps. |
| Idem..... | Teverga..... | Rosalía..... | Idem..... | 269 | » Juan José García Mendoza. |
| Sta. Cruz de Tenerife. | Adeje..... | Macayonce..... | Indeterminado. | 32 | » Julián Pérez Hernández. |
| Idem..... | Idem..... | La Luz..... | Idem..... | 40 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | La Fe..... | Idem..... | 60 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | La Verdad..... | Idem..... | 32 | Idem. |

354

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero de las provincias de Barcelona, Granada, Murcia, Navarra, Orense, Oviedo y Santa Cruz de Tenerife. Igualmente se ha practicado la rectificación anual del catastro minero en los Distritos de Jaén, Santander, Oviedo y Palencia (Palencia y Burgos).

Catastro minero.

Legislación

Real orden fijando los precios para los suministros de plomo en barra y elaborado y para la compra de las diversas clases de plomo viejo. («Gaceta» del 1.)

Ilmo. Sr: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

S. M. el Rey (q. D. g.) ha tenido a bien disponer:

Primero. Que para los suministros de plomo en barra y elaborado que se efectúen durante el próximo mes de abril rijan los precios que a continuación se indican, referidos a la tonelada métrica como unidad:

Precios de venta del plomo en barra de primera.

Para suministros de 50 toneladas o más, 830 pesetas.

Para suministros de 10 toneladas o más, sin llegar a 50 toneladas, 860 pesetas.

Para suministros de una tonelada o más, sin llegar a 10 toneladas, 890 pesetas.

Precios de venta de barreta de segunda y tercera.

Para suministros de cualquier cuantía salvo existencias:

Barretas de segunda clase, 700 pesetas.

Barretas de tercera clase, 610 pesetas.

Precios de venta de los tubos de dimensiones corrientes.

Para suministros de nueve toneladas o más, 1.110 pesetas.

Para suministros de dos toneladas o más, sin llegar a

nueve, en las poblaciones donde existan depósitos del Consorcio, 1.140 pesetas.

Para suministros de una tonelada o más, sin llegar a nueve, en las poblaciones donde no existan depósitos del Consorcio, 1.140 pesetas.

Precios de venta de las planchas de dimensiones y formas corrientes.

Para suministros de nueve toneladas o más, 1.140 pesetas.

Para suministro de dos toneladas o más, sin llegar a nueve, en las poblaciones donde existan depósitos del Consorcio, 1.170 pesetas.

Para suministros de una tonelada o más, sin llegar a nueve, en las poblaciones donde no existan depósitos del Consorcio, 1.170 pesetas.

Precios de venta de los tubos y planchas de dimensiones y formas especiales.

Los precios citados para las clases corrientes se recargarán en 50 pesetas para los tubos de diámetro inferior a 8 milímetros o superior a 60 milímetros; 80 pesetas para las planchas de un milímetro de espesor o menos; 200 pesetas para los perfiles destinados a juntas de claraboyas.

Precios de venta de los perdigones de clase corriente.

Para suministros de dos toneladas o más, 1.240 pesetas.

Para suministros de 750 kilogramos o más, sin llegar a dos toneladas, 1.270 pesetas.

Para suministros de 250 kilogramos o más, sin llegar a 750 kilogramos, 1.310 pesetas.

Perdigones endurecidos, balas y balines.

Para suministros de 750 kilogramos o más, 1.390 pesetas.

Para suministros de 250 kilogramos o más, sin llegar a 750 kilogramos, 1.430 pesetas.

Perdigones endurecidos estañados.

Para suministros de 750 kilogramos o más, 1.470 pesetas.

Para suministros de 250 kilogramos o más, sin llegar a 750 kilogramos, 1.510 pesetas.

Ventas al por menor.

Se consideran como tales las de plomo en barra de primera, en cantidad inferior a una tonelada, las de tubos y planchas en cantidad inferior a dos toneladas en las plazas donde hay depósito o a una tonelada en aquellas en que no existe y las de perdigones en cantidad inferior a 250 kilogramos. Para estas ventas al por menor se establece un recargo de 5 pesetas por cada 100 kilogramos sobre los precios máximos consignados.

Los suministros de tubos y planchas efectuados a una misma persona o entidad se computarán en conjunto a los efectos de la aplicación de precios en relación con su cuantía.

Segundo. Que para la compra de las diversas clases de plomo viejo exclusivamente reservado al Consorcio rijan durante el próximo mes de abril los siguientes precios por tonelada métrica:

Clase A, 480 pesetas.

Clase B, 430 pesetas.

Clase C, 380 pesetas.

Tercero. Los precios de venta del plomo en barra y elaborado se entenderán para mercancía entregada en los depósitos del Consorcio.

Los precios de compra del plomo viejo se entenderán para mercancía puesta por cuenta del vendedor en los depósitos de las fábricas de fundición o de elaboración adhe-

ridas al Consorcio de Barcelona, Bellmut, Cartagena, Linares, Málaga, Madrid, Peñarroya, Rentería, Sevilla o Valencia.

De Real orden lo digo a V. I. para su conocimiento y efectos. Dios guarde a V. I. muchos años. Madrid, 31 de marzo de 1931.— *Cierva*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayos industriales para caracterización de los aceites y grasas en sus principales aplicaciones industriales. (Combustión y engrase.)</i> Por los Ingenieros de Minas D. Ceferino López-Sánchez Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget..... | 295 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de marzo de 1931 | 342 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a marzo de 1931 | 345 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a marzo de 1931..... | 345 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de marzo de 1931..... | 346 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 349 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de abril de 1931 | 352 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Real orden fijando los precios para los suministros de plomo en barra y elaborado y para la compra de las diversas clases de plomo viejo..... | 356 |

Boletín Oficial de Minas, Metalurgia y Combustibles



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE



ENSAYO Y CARACTERIZACION DE ACEITES Y GRASAS INDUSTRIALES

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. LUIS TORÓN VILLEGAS

PARA EL CONCURSO ENTRE INGENIEROS DE MINAS CONVOCADO
POR REAL ORDEN DE 10 DE JULIO DE 1930. (*Gaceta* DEL 11.)

LEMA: Lubricación y lubricantes.

CONVOCATORIA DEL CONCURSO (Real orden de julio de 1930.)

TEMA 1.º—*Ensayos industriales para caracterización de los aceites y grasas en sus principales aplicaciones industriales. (Combustión y engrase.)*

Con el programa siguiente:

a) Métodos para determinar sus caracteres organolépticos (color, olor, etc.); caracteres físicos (densidad, fraccionamiento por destilación, punto de fusión y de solidificación, viscosidad, etc.); caracteres fisicoquímicos (inflamabilidad, calor de combustión, etc.), y caracteres químicos (acidez, alcalinidad, alquitrán sulfúrico, índice de yodo, etc.)

b) Métodos para reconocimiento o determinación de ciertos componentes (agua, azufre, carbono fijo, sedimento, cenizas, etc.)

c) Caracterización de betunes, breas y asfaltos.

d) Métodos generales de análisis de caracterización de productos de diversas procedencias.

e) Selección de métodos para la comprobación de aceites y grasas comerciales en los laboratorios de industrias varias (centrales eléctricas, automovilismo, navegación, aviación, etc.)

GENERALIDADES

Bajo la denominación de *grasas y aceites industriales* se designa un gran número de materias grasas de los más variados empleos y procedencias.

En primer lugar, tenemos que hacer una gran división en dos grupos perfectamente definidos; tales son: el grupo de los aceites y grasas cuyo empleo es la producción de energía, y que por ello designaremos como *grasas y aceites combustibles*, y el grupo de aquellos cuyo principal empleo es el engrase de órganos mecánicos en movimiento, que designaremos como *grasas y aceites de engrase* o más abreviadamente como *lubrificantes*. Claro está que estas denominaciones no dejan de ser un tanto caprichosas y falsas, ya que todas las materias grasas son combustibles, y además, porque no existe en realidad una delimitación perfectamente marcada entre los cuerpos pertenecientes a uno u otro de los dos grupos en cuestión, puesto que algunos de los aceites empleados como combustibles líquidos pueden servir en ocasiones como aceites de engrase y viceversa; sin embargo, dentro de dicho carácter de relatividad, puede admitirse la división en cuestión, siempre que se admita que los diversos aceites se hallan incluidos en uno de los dos grupos, por considerar que la función que indica el nombre del mismo es la que se halla más marcada en cada uno de ellos.

Por otra parte, debemos expresar que en este estudio vamos a incluir a unos líquidos que, no siendo precisamente aceites, se hallan sin embargo muy relacionados con los mismos, por su origen y por su empleo. Nos referimos a los benzoles, derivados del alquitrán de hulla y próximos parientes por su origen de los aceites de alquitrán, y a las gasolinas, derivados de las pizarras bituminosas y de los

petróleos y relacionadas, por tanto, estrechamente con los diversos aceites de las mismas procedencias; además, son los más importantes de todos los combustibles líquidos, y ambas razones de identidad, de origen y de empleo nos mueven a estudiarlos dentro del grupo de grasas y aceites combustibles.

En cuanto a los aceites de origen vegetal no los consideraremos más que en el grupo de lubricantes, pues, aunque varios de ellos pueden ser aplicados con éxito a la producción de energía, su empleo en nuestro país como tales combustibles líquidos es casi nulo, mientras que como engrases se utilizan, aunque no en gran proporción, por lo menos en cantidad suficiente para que sea interesante el estudio de su análisis y caracterización.

En la Memoria que iniciamos con estas líneas trataremos separadamente de los dos grupos en cuestión, y en el primero, o sea en el que trate de aceites combustibles, consideraremos separadamente los derivados de la hulla y los derivados del petróleo, estudiando entre estos últimos los derivados de las pizarras bituminosas que por sus propiedades y composición presentan grandes afinidades con ellos.

CAPÍTULO PRELIMINAR

MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS

1. Diversos tipos de muestras.
2. Instrucciones generales y precauciones a observar.
3. Toma de muestras si se trata de aceites líquidos:
 - a) Caso de grandes depósitos.
 - b) Caso de grandes tuberías de transporte.
 - c) Caso de barriles o camiones tanques.
4. Toma de muestras si se trata de grasas sólidas.

* * *

Como en todos los casos de toma de muestras la de los aceites y grasas presenta verdadera importancia. Desde luego, tan esencial como la realización correcta de un análisis es la toma de la muestra de substancia sobre la que se ha de realizar aquél, puesto que de nada servirá realizarlo con todo cuidado y escrupulosidad, tomando todas las precauciones encaminadas a evitar o reducir al mínimo cualquier causa de error, si la muestra sobre la cual se opera no responde a la verdadera composición de la substancia cuya composición y características se desean conocer. Errores o descuidos en la toma de muestras son, en la mayoría de los casos, causa de controversias ocurridas entre comprador y vendedor de un producto acerca de la verdadera calidad de éste.

En la toma de muestras de substancias grasas se deben considerar separadamente sus características físicas y químicas, atendiendo, según las primeras, a que se trate de productos líquidos fluidos, líquidos viscosos, pastosos o semisólidos y sólidos, y según las segundas, a que se trate de productos brutos, productos semirefinados o productos totalmente refinados. Lo primero influye en el método se-

guido en la toma de muestras, y lo segundo, en la atención y exactitud que se requiere en el análisis, ya que cuanto más refinado sea el producto a examinar mayores deberán ser las precauciones a tomar en su manipulación y estudio.

1. **Diversos tipos de muestras.**—Las muestras que se pueden tomar de un recipiente que contenga una grasa o un aceite variarán según la forma y la importancia del mismo, que puede ser, bien un gran depósito fijo de una refinería o de un almacén, bien un vagón tanque, bien un barril o un bidón, bien puede ser tomada de una tubería que conduzca el aceite de un depósito a otro. Cuanto mayor es el volumen de aceite o grasa del que se ha de tomar la muestra, mayores son las dificultades de lograr que la misma corresponda a la verdadera composición del volumen completo; por ello, cuanto digamos acerca de la toma de muestras se entenderá que se refiere a este caso, que es el que presenta mayores dificultades, y sólo al final del capítulo nos ocuparemos brevemente de los casos en que la muestra se haya de tomar de pequeños recipientes.

La muestra puede recibir diversos nombres, según la forma en que haya sido tomada, designándose los diversos tipos como sigue:

1.^a *Muestra media*, que es la que contenga proporciones de todas las secciones del depósito o recipiente proporcionalmente al volumen de cada una de estas partes. Esta muestra es prácticamente imposible de obtener, rigurosamente hablando, a menos que haya medios de agitar enérgicamente todo el contenido del depósito hasta darle una homogeneidad completa, pues es bien sabido que, en estado de reposo, el contenido de un depósito de aceite experimenta una especie de estratificación líquida, presentando diversas capas de propiedades a veces muy dispares.

2.^a *Muestra de todos los niveles* o «*all levels sample*» de los americanos, que es la muestra tomada sumergiendo

en el aceite un frasco cerrado hasta la mayor proximidad posible del fondo, abriéndolo entonces y subiéndolo, con una marcha uniforme, a través de todo el líquido de tal modo que llegue a la superficie casi lleno. Esta muestra es muy empleada en grandes tanques, aunque no se puede considerar como una muestra media, ni como respondiendo estrictamente a la verdadera composición del contenido del mismo, ya que la porción de líquido tomada de cada región depende de la velocidad con que se haya subido el frasco tomamuestras, y además, porque la velocidad de llenado del mismo depende de la raíz cuadrada de la profundidad a que se halle.

3.^a *Muestra superior*, que es la tomada de un punto de la masa líquida situado por debajo del nivel del líquido, a un décimo de la altura del mismo, si se trata de un depósito de sección horizontal constante, o del diámetro, si se trata de un depósito cilíndrico de eje horizontal.

4.^a *Muestra intermedia*, o sea la que se toma a la mitad de altura del líquido contenido en el depósito.

5.^a *Muestra inferior* tomada en un punto situado por encima del fondo, a un décimo de la altura del líquido, si se trata de un depósito de sección horizontal constante, o del diámetro, si se trata de un tanque cilíndrico de eje horizontal.

6.^a *Muestra compuesta* constituida por una mezcla de las tres anteriormente citadas, o sean inferior, intermedia y superior, en una proporción que corresponda aproximadamente a los volúmenes de material existentes a dichos niveles, según se expresa en la siguiente tabla que tomamos del U. S. Bureau of Mines (1):

1. *Technical Paper*, 321 B.

| MUESTRAS | En depósitos de sección horizontal uniforme | En depósitos cilíndricos de eje horizontal (llenos) |
|-----------------|---------------------------------------------|-----------------------------------------------------|
| Superior..... | 1 parte | 1 parte |
| Intermedia..... | 3 partes | 8 partes |
| Inferior..... | 1 parte | 1 parte |

Si se trata de depósitos cilíndricos de eje horizontal parcialmente vacíos, la muestra tomada según la tabla en cuestión no responderá a la verdadera proporción requerida, y en ese caso se deberá emplear la tabla que exponemos a continuación, debida también al U. S. Bureau of Mines y en la cual se expresan las alturas a que se deben tomar en cada caso las diversas muestras parciales y la proporción de cada una:

| Altura del líquido en por 100 del diámetro | Nivel de toma de las muestras sobre el fondo en por 100 del diámetro | | | Cantidad de muestra a ser tomada en cada nivel | | |
|--------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|------------|----------|------------------------------------------------|-------------------|-----------------|
| | Superior | Intermedia | Inferior | Superior Partes | Intermedia Partes | Inferior Partes |
| 10 | > | > | 5 | > | > | 10 |
| 20 | > | > | 10 | > | > | 10 |
| 30 | > | 20 | 10 | > | 6 | 4 |
| 40 | > | 25 | 10 | > | 7 | 3 |
| 50 | > | 30 | 10 | > | 8 | 2 |
| 60 | 55 | 35 | 10 | 1 | 8 | 1 |
| 70 | 65 | 40 | 10 | 1 | 8 | 1 |
| 80 | 75 | 45 | 10 | 1 | 8 | 1 |
| 90 | 85 | 50 | 10 | 1 | 8 | 1 |
| 100 | 90 | 50 | 10 | 1 | 8 | 1 |

7.^a *Muestra continua* obtenida mediante un tubo de salida constante, colocado en derivación sobre una tubería de conducción del aceite de tal manera que la salida del mismo dé siempre un líquido que corresponda en composición al promedio de las diversas corrientes que pasan por éste.

8.^a *Muestra mezclada* tomada después de haber mezclado cuidadosamente, por agitación intensa, las diversas capas que se forman en el aceite de un depósito.

9.^a *Muestra de sonda*, que es aquella que, como su nombre indica, ha sido tomada mediante una sonda o tubo especial de un punto determinado de la masa de aceite, situado a una cierta profundidad.

10. *Muestra de descarga*, que es la obtenida simplemente abriendo el tubo o llave de descarga del depósito.

11. *Muestra de fondo* constituida por una porción del material a tomar recogida de un punto lo más cerca posible del fondo del depósito, con el fin de que comprenda los sedimentos que puedan existir en el mismo.

12. *Muestra* obtenida recogiendo las virutas, trocitos y polvillo producidos cuando se practica, en una masa sólida o semisólida de grasa, un taladro hecho mediante una barrena especial.

2. Instrucciones generales y precauciones a observar en la toma de muestras.—En el caso de los aceites como en el de cualquier otra substancia, las precauciones a tomar durante la toma de muestras son las mismas, estando encaminadas a evitar que, por cualquiera de las manipulaciones realizadas, la composición de la misma sufra alteraciones que la hagan diferente del material de que proceda. Estas precauciones de carácter general son, entre otras, el cuidado en la limpieza de los frascos y demás recipientes por los que haya de pasar la muestra durante su toma y almacenamiento; la de las manos del obrero encargado de la toma; la protección de las muestras, una vez dentro de los frascos, contra posibles entradas de otros materiales o salida, por derrame o evaporación, de parte de sus componentes, mediante corchos bien limpios, libres de agujeros, *no parafinados* bajo ningún pretexto y cubiertos a su vez, así como el gollete del frasco, sobre todo si se tra-

ta de líquidos volátiles, por cápsulas de papel pergaminado o mejor aún metálicas.

Tomadas las muestras, el mayor cuidado se pondrá en su marcado, bien escribiendo sobre las etiquetas de papel con un lápiz duro que raye éste con el fin de hacer más permanente la inscripción, bien colgando de los golletes de los frascos unas chapas de aluminio que lleven estampado un número. En este caso, sobre un registro especial, se llevará una nota de relación entre los números y las condiciones y características de las diversas muestras.

Para el transporte de los frascos de muestra desde el lugar en que han sido llenados hasta el laboratorio, se deben tener también precauciones que eviten su deterioro y ruptura, su vaciado o cualquier causa de contaminación. Para ello, si se trata de frascos de vidrio de tamaño reducido, lo más recomendable es su transporte en cestillos o cajas metálicas, en los que los frascos vayan bien sujetos y en los que una disposición cualquiera impida, mientras la caja o cestillo esté cerrado, la abertura voluntaria o involuntaria de los frascos. Si se trata de frascos grandes de vidrio, su transporte se realizará en cestas metálicas protegidas que eviten su rotura, y finalmente, si los recipientes son metálicos sólo habrá que poner atención a que su cierre, que será de tapón roscado, se halle protegido de modo que no sea posible su abertura durante el transporte.

Si se trata de grasas semisolidas, se las calentará si es posible con el fin de licuarlas y tomar entonces la muestra como se ha explicado en los líquidos, y si la grasa es sólida se seguirá el método generalmente aplicado en todas las materias sólidas.

3. Toma de muestras si se trata de aceites líquidos.—

Hay que considerar separadamente tres casos distintos, según se trate de tomar la muestra de grandes depósitos,

tanto fijos como móviles, de grandes tuberías de transporte y de depósitos pequeños.

a) *Caso de grandes depósitos.*—Tratándose de los grandes depósitos de almacenamiento de los aceites en las fábricas y destilerías, de los tanques de gran tamaño empleados para el transporte por ferrocarril y de los tanques-bodegas de los buques especialmente destinados a este género de

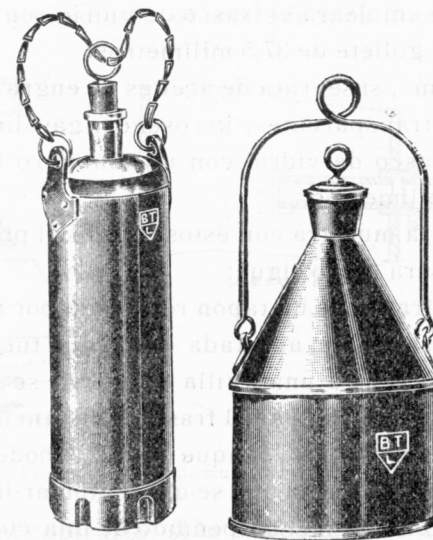


Figura 1.—Frascos de toma de muestras.

transporte, la toma de muestras se realiza valiéndose de unos frascos de vidrio o de chapa de cobre (fig. 1), de una capacidad aproximada de un litro y lastrados inferiormente mediante un forro de chapa de plomo, con el fin de que, al introducirlos en el aceite, descendan en éste siempre verticalmente. Según la clase de aceite a tomar, los frascos serán de vidrio o de cobre y tendrán diversos diámetros en el orificio de su gollete, de acuerdo con las siguientes especificaciones:

1.^a Si se trata de productos brutos pesados y aun de

aceites combustibles (fuel oil), se emplearán frascos de chapa de cobre cuyo gollete tenga un diámetro interno de 37,5 milímetros.

2.^a Si se trata de productos brutos ligeros, combustibles para Diesel o aceites para gas no transparentes, se empleará también el frasco de chapa de cobre con un diámetro interno del gollete de 19 milímetros.

3.^a Si la muestra se ha de tomar de aceites lubricantes pesados, se empleará el frasco de vidrio con un diámetro interno del gollete de 37,5 milímetros.

4.^a Por último, si se trata de aceites de engrases ligeros, aceites de gas transparentes, kerosenos, gasolina, etc., se empleará el frasco de vidrio con un diámetro interno del gollete de 19 milímetros.

Para tomar la muestra con estos frascos el procedimiento operatorio será como sigue:

Provisto el frasco de un tapón reforzado por una varilla que lo atraviesa y que, apretada entre dos tuercas, lleva en su extremo externo una anilla a la cual se sujeta una cuerda destinada a destapar el frasco a distancia, se lo sumerge en el depósito fijo, tanque móvil o bodega tanque que contenga el aceite del que se quiera tomar la muestra, dejándolo descender en él suspendido de una cuerda hasta que su gollete se halle justamente en la posición de toma de la muestra superior (ver más arriba), y maniobrando entonces la cuerda atada al tapón, se quita éste y se deja que el aceite entre en el frasco hasta llenarlo por completo, lo que se conocerá por la cesación de las burbujas de aire que se observan hasta entonces en la superficie; logrado esto, se sube rápidamente el frasco hasta sacarlo por completo del depósito. Esta operación se repetirá de nuevo en el punto correspondiente a la muestra inferior y tres veces en el que corresponde a la muestra intermedia si se trata de un depósito de sección horizontal uniforme, u ocho veces si se trata de un depósito cilíndrico de eje horizontal.

Se reunirán después las muestras superior, inferior e intermedias para formar así la muestra compuesta que, en un recipiente bien cerrado y etiquetado, se conduce al laboratorio.

Si se tratase de una expedición de aceites que ocupase varios vagones-tanques o varias bodegas-tanques de un buque, las diversas muestras compuestas, correspondientes a cada uno de ellos, se reunirán para formar una sola, si se trata de productos brutos o refinados incompletamente.

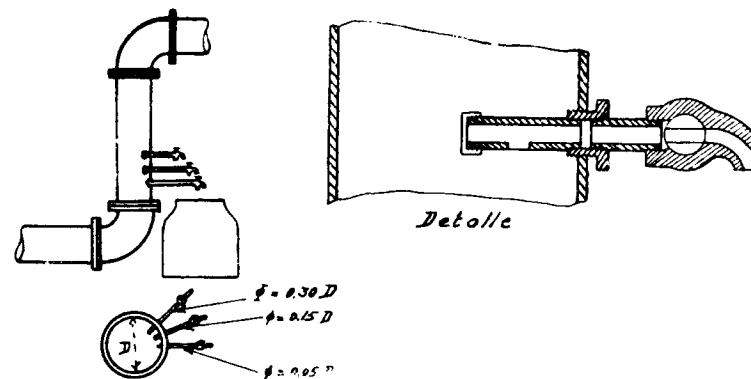


Figura 2.—Toma de muestras en tuberías

te; pero, por el contrario, si la expedición es de productos finales, las diversas muestras compuestas se conservarán separadas y perfectamente diferenciadas con sus diversas etiquetas.

b) *Caso de grandes tuberías de transporte.*—Cuando se trata de tomar una muestra del aceite que pasa por una tubería de gran diámetro, de las destinadas al transporte, a veces a distancia entre depósitos diferentes, o de las que se emplean para la carga de los vagones-tanques o de los barcos-cisternas, se puede obtener una muestra que corresponda con bastante aproximación a la composición media de todo el volumen transportado durante un cierto tiempo, por la disposición que vamos a describir, que constituye el

método patrón establecido para estos casos por el Gobierno americano en sus especificaciones oficiales y por la American Society for Testing Materials.

En la tubería de transporte y en un trozo vertical de la misma (fig. 2), se disponen tres tubos de toma en la forma y de las dimensiones indicadas en esta figura, y cuando se trata de obtener la muestra, una vez que en la tubería se ha iniciado el paso del aceite, se abren con cuidado lastres llaves, procurando que en todas ellas el ángulo de abertura sea el mismo y tal que la salida de líquido por lastres componga en conjunto el 0,1 por 100 de la cantidad total de

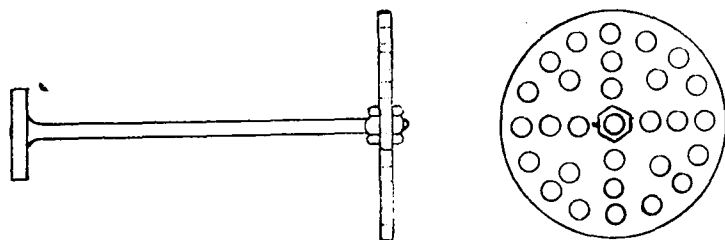


Figura 3. — Agitador de la muestra.

aceite, pasada por la tubería durante el período de toma y no sea en ningún caso superior a 40 galones americanos. Para recoger el líquido que salga por las tres llaves, se dispondrá un recipiente apropiado que estará provisto de una cubierta en la cual se habrán practicado cuatro agujeros, de los que tres llevarán tubos verticales con pequeños embudos para recoger los chorros que salgan por las llaves citadas y el cuarto servirá sencillamente para la salida del aire desplazado por el líquido; los embudos en cuestión y el orificio ventosa estarán provistos de cubiertas de tela metálica fina, con el fin de retener cualquier impureza mecánicamente arrastrada por el aceite y evitar, en el caso de la ventosa, la caída en el interior de cualquier cuerpo o partícula extraña.

Del conjunto de aceite recogido de esta manera en el recipiente y después de haberle dado homogeneidad, mediante una agitación realizada con un agitador de tipo especial (fig. 3), al que se hace realizar numerosos recorridos en sentido vertical del fondo a la superficie y viceversa, se tomará una muestra de volumen ya reducido, siguiendo el procedimiento que vamos a describir en el caso siguiente.

c) *Caso de barriles o camiones tanques de pequeña capacidad.*—Para tomar la muestra en este caso se hace uso de una especie de pipeta grande de latón de la forma y dimensiones indicadas en la figura 4; como se ve, en su parte inferior lleva esta pipeta tres pequeños pies de latón que hacen que el orificio inferior quede siempre a 3,5 milímetros del fondo del recipiente. Para usar este aparato se le introduce en el barril o tanque suspendido mediante, dos dedos, por los dos anillos laterales superiores, hasta que los pies de latón se apoyen en el fondo del barril o tanque, dejando que el aceite monte en su interior al mismo nivel que tiene en aquél, después de lo cual se suspen-

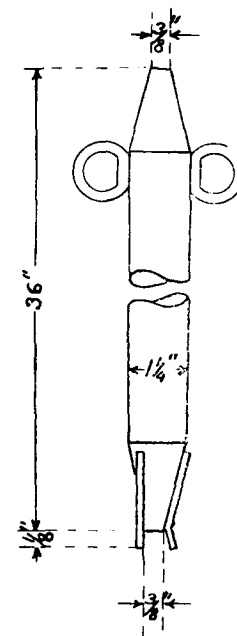


Figura 4.—Pipeta o thief.

de con dos dedos de las dos asas o anillos mientras que con el pulgar se cierra el orificio superior, sacando el aparato rápidamente del barril y llevándolo sobre el recipiente destinado a contener la muestra, retirando entonces el pulgar y dejando caer el líquido en este recipiente. Si se trata de tomar muestras de una expedición de numerosos barriles, será preciso disponer de varios aparatos, con el fin de dejar a cada uno de ellos escurrir bien, después de vacío, antes de emplearlo en otro barril.

Si la muestra se ha de tomar de tanques de mayor tamaño, como los colocados en un chasis de camión, será preciso emplear aparatos grandes que entonces estarán provistos inferiormente de llaves que se abran y cierren, sea por la acción de una cuerda, sea por algún tope que produca la abertura cuando el aparato toca al fondo del tanque y el cierre cuando el aparato empieza a subir y deja por tanto de estar en contacto con dicho fondo. Estos aparatos

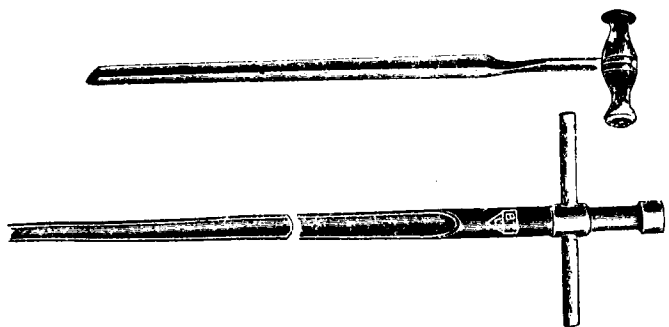


Figura 5.—Barrenas para tomar muestras de grasas.

son muy empleados en la industria del petróleo en Norteamérica, donde se les da el nombre de *thiefs*.

4. Toma de muestras si se trata de grasas sólidas.—

Si la muestra se ha de tomar de grasas sólidas contenidas en barricas, cajas, sacos o simplemente en forma de tortas, se intentará fundirlas, si es posible, para realizar la toma como si se tratase de un aceite; pero como en muchos casos esto será difícil de realizar y en otros muchos imposible, por las condiciones de la expedición, se recurrirá entonces al procedimiento de los taladros.

En estos casos se empleará una barrena especial (fig. 5) cuyas dimensiones más corrientes son:

| | |
|-----------------------------------|----------------|
| Diámetro..... | 16 milímetros. |
| Largo de la parte salomónica..... | 300 » |
| Idem total..... | 400 » |

con la cual se practicarán en la masa de la grasa tres barrenos, uno en el centro y dos hacia los extremos, reuniendo los trozos y partículas así arrancados, que bien mezclados constituirán la muestra a la cual, para dar mayor homogeneidad, se prodrá fundir en el laboratorio antes de proceder a su ensayo.

PRIMERA PARTE
ACEITES COMBUSTIBLES

A) ENSAYOS DE LABORATORIO

PRIMER GRUPO
ACEITES DERIVADOS DE LA HULLA

CAPÍTULO PRIMERO

ALQUITRANES BRUTOS

1.º *Alquitrán de alta temperatura.*

1. Determinación de la humedad:
 - a) Método ordinario.
 - b) Método de Payne.
 - c) Método de Warnes.
2. Determinación de la densidad:
 - a) Método de Lunge.
 - b) Método de Church.
 - c) Método del densímetro.
3. Determinación del carbono libre:
 - a) Método de Kohler.
 - b) Método de Kraemer y Spilker.
 - c) Método de Hooper.
4. Determinación del azufre.
5. Determinación de las cenizas.
6. Ensayo por destilación:
 - a) Método de Lunge.
 - b) Método industrial.

2.º *Alquitrán de baja temperatura.*

7. Deshidratación.
8. Determinación de la densidad.

9. Destilación:

- a) Método de las fábricas alemanas.
- b) Método francés.

* * *

En este capítulo hemos de considerar separadamente los alquitranes obtenidos por destilación de la hulla a alta temperatura, o sean los que proceden de las fábricas de gas y de las instalaciones productoras de cok metalúrgico y los que procedan de las instalaciones en las que se destila la hulla a baja temperatura, según los nuevos procedimientos encaminados a la obtención de un combustible sin humo y aceites algo similares a los derivados del petróleo.

1.º—ALQUITRAN DE ALTA TEMPERATURA

Los ensayos principales que se han de realizar con este alquitrán son los siguientes:

1. **Determinación de la humedad.**—Varios son los métodos empleados en la realización de este ensayo, que es el más frecuente de cuantos se realizan con el alquitrán.

a) *Método ordinario.*—Se cargan 100 gramos de alquitrán en una retorta ordinaria de vidrio que tenga un tubo de salida largo; se le añaden 20-25 centímetros cúbicos de benzol y se le calienta suavemente con un mechero pequeño. El agua y el benzol empiezan a destilar, condensándose en el tubo de salida, y se los recoge en una probeta graduada; el caldeo se regulará de modo que no salgan por el extremo del tubo vapores sin condensar. Con este método se puede extraer todo el agua que contenga el alquitrán en menos de una hora y sin que se produzcan en la retorta ebulliciones tumultuosas, que pudieran arrastrar porciones de alquitrán fuera de la misma y aun producir su rotura.

b) *Método de Payne.* — En este método se emplea un pequeño alambique cilíndrico de cobre, de una capacidad de un litro, y conectado a un refrigerante de Liebig. Se cargan 500 centímetros cúbicos del alquitrán a ensayar y, una vez cerrado el alambique y acoplado el refrigerante, se empieza a calentar con mucho cuidado; primeramente se emplea un mechero circular que rodee el alambique y colocado de modo que caliente directamente el tramo superior del mismo; a medida que la destilación avanza se va bajando este mechero y al final se añade un mechero ordinario, que calienta el fondo. El termómetro, colocado en un orificio de la tapa de modo que su bola esté en contacto con los vapores desprendidos, deberá marcar al final del ensayo 200 grados, para así tener la seguridad de que todo el agua se ha desprendido. El destilado se recoge en una probeta graduada, en la que se determina el agua, que se separa netamente de los aceites ligeros, que habrán destilado también. Para favorecer la deshidratación conviene añadir al alquitrán un hidrocarburo de punto de ebullición algo más alto que el del agua, por ejemplo tolueno.

c) *Método de Warnes (1).* — Es un método rápido que da excelentes resultados. Se emplea para ello una retorta *a* (fig. 6), de 250 centímetros cúbicos, en cuya tubuladura superior va colocado un embudo *b*, suficientemente grande para admitir 150 centímetros cúbicos de alquitrán y cuyo tubo ha sido calentado en un mechero por un extremo, para reducir su diámetro a cinco milímetros; este embudo se cierra, en el arranque del tubo, mediante una varilla *v*, en cuyo extremo se ha colocado un pequeño trozo de goma, como se ve en el detalle, de tal modo que haga el oficio de una válvula cuando la varilla se coloca como indica la figura. El tubo de salida de la retorta se conecta a un refrigerante de Liebig *r*.

1. *Coal Tar Distillation*, 1928, pag. 876.

Para operar se vierten en la retorta 50 centímetros cúbicos de nafta pesada, libre de naftalina, y en el embudo 100 centímetros cúbicos del alquitrán. Se calienta entonces con precaución, hasta que empiece a hervir la nafta y, cuando empieza la destilación de ésta, se retira la varilla que cierra el embudo y se deja caer el alquitrán, a través del pequeño orificio de éste, sobre la nafta. Procediendo de esta forma bastará el tiempo que tarda el alquitrán en caer, para que

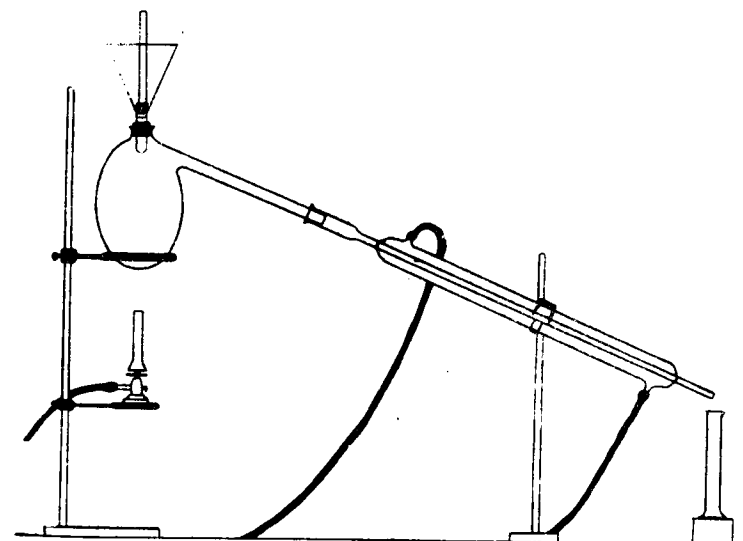


Figura 6.—Método de Warnes.

se desprenda toda su agua; habiéndose empleado en toda la operación no más de veinte minutos.

2. *Determinación de la densidad.* — Esta determinación es operación que presenta alguna dificultad, por la naturaleza viscosa del alquitrán, lo que hace casi imposible la aplicación del método normal del frasco, pues éste, y sobre todo el tubo capilar, son muy difíciles de llenar y vaciar con un líquido tan viscoso; por otra razón el método del frasco tiene que sufrir algunas modificaciones. También

puede aplicarse un densímetro con ciertas precauciones y desde luego para determinaciones de poca precisión.

a) *Método de Lunge* (1).—Para la determinación de la densidad de un alquitrán, Lunge modifica el método del frasco, empleando como tal un pesafiltro (fig. 7), con tapón esmerilado, que lleva, como se ve en la figura, una entalladura *a* de dos milímetros de profundidad. Con este aparato, cuya facilidad de llenado y vaciado se observará, se opera de igual forma que si el alquitrán fuese una sustancia sólida.

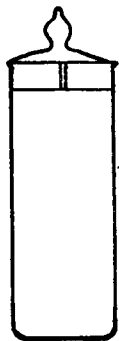


Figura 7.—Frasco de Lunge.

Se pesa primeramente el frasco vacío y después lleno de agua a 15 grados; sean *a* y *b* estos pesos. Después se seca y se vierte en él, alquitrán hasta llenar los dos tercios de su capacidad; el frasco se coloca entonces, sin tapón, en un vaso con agua caliente durante una hora, hasta que desaparezcan las burbujas de aire que contenga el alquitrán, y después se deja enfriar y se pesa de nuevo; sea *c* el peso hallado de frasco y alquitrán. Se le acaba entonces de llenar con agua, colocando el tapón y sacando todo el agua que rebose por la ranura de éste; se coloca en un vaso lleno de agua a 15 grados, y después de una hora y cuidando de llenar de nuevo de agua la entalladura, si se hubiese quedado vacía a causa de la contracción, se retira del agua, se seca y se pesa, obteniendo así un nuevo peso que llamaremos *d*. En estas condiciones tendremos que la densidad buscada *S*, será:

$$S = \frac{C - a}{b + c - (a + d)}$$

b) *Método de Church* (2).—Este método sólo se diferen-

(1) *Z. angew. Chem.*, 1894, y *Coal Tar and Ammonia*, I, pag. 520.

(2) *J. Ind. Eng. Chem.*, 1911.

cia del anterior en que el alquitrán es deshidratado, por destilación hasta 170 grados de una cantidad de 300-400 centímetros cúbicos, en una retorta de cobre; en el líquido destilado se separa el agua y los aceites se vuelven a unir al alquitrán que queda en el alambique, mezclándolos muy bien y dejando enfriar el conjunto. De éste se toma luego una porción en la que se determina la densidad como en el método de Lunge.

c) *Método del densímetro*.—Como ya hemos dicho, este método no presenta la exactitud de los anteriores; pero es muy práctico para determinaciones industriales, en las que no se precisa una exactitud exagerada. Para ello se toma una muestra, lo más voluminosa posible, y se introduce en ella el densímetro, dejándolo un rato hasta que permanezca en absoluto reposo; como los densímetros están graduados para la temperatura de 15°,5, precisará que el alquitrán esté a dicha temperatura, o de lo contrario habrá que tener en cuenta la corrección de Lunge; para lo cual, si la temperatura es superior a 15°,5, habrá que añadir a la cifra que dé el densímetro 0,000685 por cada grado que pase de dicha temperatura, y si, por el contrario, el alquitrán está por debajo de 15°,5, habrá que restar de la cifra del densímetro 0,000038 por cada grado que falte.

3. **Determinación del carbono libre.**—El carbono finalmente dividido que existe en casi todos los alquitranes y que en algunos, como en la mayoría de los de fábricas de gas, alcanza proporciones considerables (a), constituye una impureza extremadamente perjudicial, porque al ser destilado el alquitrán puede formar costras en el fondo y paredes de la caldera de destilación, dificultando la transmisión del calor, y además porque, según los estudios de

(a) Su origen es en parte el arraste de polvos del combustible, producido por la corriente de gases y en parte la descomposición pirogenada de algunos de los productos de la destilación, en contacto con las paredes al rojo del horno o retorta.

Kohler (1), favorece el hinchamiento del alquitrán al destilar y los consiguientes y peligrosos desbordamientos de las calderas, a causa de que las finas partículas carbonosas se adhieren fácilmente a las burbujas gaseosas que se desprenden, favoreciendo así el aumento de volumen.

Estas razones demuestran el gran interés que presenta la determinación del porcentaje de carbono libre que contenga un alquitrán determinado. Varios son los métodos empleados.

a) *Método de Kohler.* —Se tratan 10 gramos de alquitrán, con una mezcla de 25 centímetros cúbicos de ácido acético glacial y 25 centímetros cúbicos de tolueno, en un matraz provisto de un refrigerante a reflujo y calentándolo durante un par de horas. La mezcla se vierte después en dos filtros superpuestos de igual peso y se lava el residuo insoluble con tolueno hirviendo hasta que el líquido de lavado salga completamente incoloro; se secan entonces los dos filtros, separándolos después y utilizando el exterior como tara para pesar el interior con el residuo, cuyo peso dará el contenido en carbono libre del alquitrán examinado.

b) *Método de Kraemer y Spilker.* —Según Musprat (2), estos investigadores recomiendan mezclar un gramo de alquitrán con cinco gramos de anilina y verter la mezcla en una cápsula de porcelana porosa de fondo simétrico en la que queda el carbón libre, en forma de una capa, que se puede desprender con una espátula de madera y pesar en un vidrio de reloj, después de secarlo al baño maría durante algunas horas. Según los autores, este método da resultados menores de 2 ó 3 por 100 que los obtenidos por tratamiento con disolventes; pero para ensayos en los que no se precise mucha exactitud, presenta la ventaja de la sencillez y rapidez.

c) *Método de Hooper.* —Se pesan 10 gramos de alquitrán

(1) *Z. angew. Chem.*, 1888, 577.

(2) *Chemie*, 1.^a edición, 3.

en un cilindro de extracción, que cerrado después con un tapón de algodón, se coloca en un aparato de extracción de Soxhlet, en el cual es tratado cincuenta veces por cada uno de los disolventes siguientes: 1.º Benzol 90 por 100; 2.º Bases pirídicas de 90 por 100 a 140 grados, y 3.º Alcohol metílico no mineralizado. Después se saca el cilindro, se seca en una estufa y se pesa. Antes del ensayo se habrá realizado una extracción del cilindro y tapón con los disolventes antes citados.

Warnes (1) modifica este método, con el fin de reducir la duración del ensayo, y expone que, aunque sin modificar es más exacto, los errores que, según su observación, existen en el método modificado no son muy importantes. La modificación de Warnes consiste en lo siguiente:

Se trata ante todo un cilindro de extracción, con su tapón de algodón y una tapa de papel de filtro, primero con ácido cresílico al 98 por 100 y después con benzol 90 por 100 hasta que el líquido de extracción sea incoloro, después de lo cual se saca el conjunto y se pesa. Se cargan 10 gramos de alquitrán en el cilindro, se coloca el tapón de algodón y se cubre con el papel de filtro, sujetándolo con un trozo de hilo de platino, colocándolo en el aparato de Soxhlet y dejándolo empapar de benzol 90 por 100 durante un cuarto de hora, después de lo cual se practican cuatro extracciones con dicho disolvente; después una con ácido cresílico, hasta que el líquido que pase sea incoloro, y después otra vez con benzol hasta que éste también pase incoloro. Se saca entonces el cilindro, se seca en una estufa y se pesa.

4. **Determinación del azufre.**—Para ello, Mr. A. Renfred Myhil (2) propone incinerar el alquitrán, en un crisol de níquel, mezclado con carbonato sódico anhidro. Después de la fusión se somete el contenido a una lixiviación con

(1) *Coal Tar Distillation*.

(2) *The Gas World*, 1 febrero 1913.

agua destilada; se oxidan después los sulfitos con agua de bromo y se precipita el ácido sulfúrico con cloruro bórico.

Este método no es cómodo ni fácil de conducir, por las dificultades que presenta la fusión de una mezcla ya originalmente pastosa y por la serie de precauciones que el autor recomienda.

El que estas líneas escribe ha obtenido resultados muy favorables y un grado de exactitud industrialmente admisible, por la combustión del alquitrán en una corriente de oxígeno, recogiendo los vapores producidos en agua oxigenada, según un método muy empleado para la determinación del azufre volátil en una hulla. Hay que operar con alguna precaución, no empezando a calentar el lugar donde se halla la navicilla, hasta que la zona de amianto esté al rojo y se haya establecido regularmente la corriente de oxígeno.

P. Falcoila (1) recomienda para esta determinación el siguiente método:

Se pesan cuidadosamente 0,5 gramos del alquitrán y se los mezcla íntimamente con 15 gramos de una mezcla de cuatro partes de clorato potásico, una de nitrato amónico y una de nitrato potásico, introduciendo la mezcla en un tubo de ensayo que se coloca vertical en un vaso grande de cristal, manteniéndolo en dicha posición mediante bolas de vidrio; este vaso a su vez se coloca en otro mucho mayor y más alto, en el cual se vierten después 500 a 600 centímetros cúbicos de agua que contenga sosa cáustica y unas gotas de agua de bromo. En contacto con la mezcla que llena el tubo de ensayo, se pone una mecha que se enciende una vez todo el aparato montado; se originará la combustión de la mezcla en cuestión y en el mismo momento se cubre el vaso interno por otro grande, cuyo borde tenga una serie de trazos de lima de milímetro y medio de profundidad y

(1) *Giorn. Chim. Ind. Applic.*, 1920, 1, pags. 38-45.

que se hace descender para que quede sumergido dicho borde, hasta un poco más arriba de los trazos, en el líquido del vaso externo. Los gases producidos por la combustión de la mezcla saldrán al exterior, barbotando a través de la solución sódico bromada y cuando la combustión ha terminado y el conjunto se ha enfriado se desmontará el aparato, lavando todos sus elementos que se unen al líquido del vaso externo; el conjunto se acidifica con HCl, se concentra y filtra y se precipita en caliente el ácido sulfúrico con cloruro bórico, según el método ordinario. Del peso de este sulfato se deducirá la cantidad de azufre existente en el alquitrán.

También puede determinarse el azufre con la bomba calorimétrica, dosificando el ácido sulfúrico en las aguas de lavado de la misma, al efectuar la determinación del poder calorífico del alquitrán.

El conocimiento del contenido en azufre de un alquitrán presenta excepcional importancia, si se ha de utilizar como combustible.

5. **Determinación de las cenizas.**—Se sigue para ello el método ordinario. Se pesan 10 gramos del alquitrán en una cápsula plana de porcelana y se coloca en la boca de una mufla, encendiendo con una cerilla los vapores que se empiezan a desprender rápidamente; después se va introduciendo lentamente en el interior, cuidando de que los vapores quemados sean absorbidos por un orificio practicado en la pared posterior de la mufla. Se deja así una hora, después de la cual se hace enfriar en un desecador, y se pesa. Conviene que el alquitrán esté deshidratado, para evitar proyecciones que falsearían los resultados.

6. **Ensayo por destilación.**—Es el que presenta mayor importancia en el estudio de un alquitrán, pues, merced a él, se determinan los rendimientos que se pueden obtener

de los diversos derivados. Sin embargo, no debe perderse de vista que los resultados obtenidos en el laboratorio no son análogos a los obtenidos en la práctica industrial, siendo tanto más aproximados a los de esta última cuanto mayor es la cantidad destilada; por estas razones, el ensayo de destilación sólo proporciona una guía para la destilación industrial, aunque permite, dentro de ciertos límites, juzgar acerca del valor de un alquitrán, respecto a su contenido en aceites, así como darse cuenta de las futuras dificultades que su destilación podrá presentar.

Varios son los métodos usados para practicar este ensayo y de ellos describiremos los más exactos.

a) *Método de Lunge*.—Este método, que es el utilizado por el sabio Profesor de la Universidad de Zurich, está basado en sus propios trabajos y en el método de Watson Smith (1), del que es en realidad un perfeccionamiento. Para su descripción dejaremos la palabra al autor del mismo (2).

«No se pueden esperar resultados verdaderamente útiles de esta operación si no se trabaja con cantidades grandes, lo que en un laboratorio científico es difícil, no pudiendo llegarse a más de unos cuatro kilogramos. Los resultados así obtenidos no coinciden nunca exactamente con los de la práctica, pero la experiencia demuestra que dan buena idea de la calidad general del alquitrán. Para destilar dichas cantidades sería lo más conveniente el empleo de retortas de metal, y yo lo recomiendo vivamente a los laboratorios industriales, en los que se las debe emplear del mayor tamaño posible; pero en un laboratorio científico donde, por muchas razones, no es ocasión de destilar cientos de kilos, yo prefiero poder observar el progreso de la destilación, lo que sólo es posible en retortas de vidrio. Especialmente la deshidratación del alquitrán, no se puede realizar sin peligro en retortas de metal, mientras que su realización es re-

(1) *J. Soc. Chem. Ind.*, 1883, 196.

(2) *Coal Tar and Ammonia*.

lativamente sencilla en las de vidrio. Watson Smith las ha usado también en sus trabajos.

»Mis retortas son tubuladas, de una capacidad aproximada de cinco litros, y están calentadas por una especie de baño de aire-arena, que consta de un plato de hierro profundo, cuyo fondo está cubierto de una capa de arena de un centímetro de espesor; la profundidad del plato debe ser tal, que la mitad de la altura de la retorta debe quedar en su interior, y toda ella, excepto la parte cubierta con la arena, se cubre con una tela metálica. El caldeo se realiza con un horno de gas Flechter, que calienta una batea grande de hierro, parcialmente llena de arena y en la que se coloca el plato anteriormente descrito. De esta manera, si por un accidente se rompe la retorta, la tela metálica impide proyecciones de vidrio y el alquitrán cae en el plato que forma el baño de aire-arena, sin llegar por tanto al contacto con el fuego y evitándose así el peligro de una inflamación.

»La tubuladura superior de la retorta está cerrada por un tapón que lleva dos agujeros; en uno de ellos va un termómetro y en el otro un tubo de vidrio, cuyo extremo inferior se ha reducido a un pequeño diámetro y que llega a la mitad de la profundidad del alquitrán; el objeto de este tubo es poder pasar, a través de él, una ligera corriente de burbujas de aire, para evitar el hinchamiento del alquitrán. Esta precaución, introducida por Ditmar y aplicada también por Watson Smith, parece ser muy útil, aunque es posible que la corriente de aire arrastre una pequeña porción del benceno contenido en el alquitrán.

»Durante el primer período de la destilación, la retorta se conecta con un refrigerante Liebig mientras que el destilado permanece líquido. Cuando empieza a solidificarse parcialmente, lo que suele suceder entre 170 y 180 grados, se quita el refrigerante y se le substituye por un tubo de vidrio duro, que pueda calentarse rápidamente con un mechero móvil, si se observase en él alguna solidificación; cuan-

do se llega a los 180 grados las últimas porciones de agua deben haber pasado y entonces puede suspenderse la inyección de aire. La salida del agua termina entre 140 y 170 grados, realizándose con violencia explosiva.

»La destilación de dos y medio a tres litros de alquitrán requiere alrededor de ocho horas. Es extremadamente recomendable realizar toda la operación de una vez, sin interrupción, porque al volver a calentar la retorta después que el contenido se ha solidificado, en todo o en parte, por enfriamiento y el subsiguiente caldeo, una considerable cantidad de sustancias pasa por encima o por debajo de sus verdaderos puntos de ebullición.

»Los destilados se recogen en probetas graduadas taradas, cuyos contenidos, después de frías, se miden y pesan.

»Las fracciones que se hacen son:

| | |
|--------------------------|------------------|
| Aceite ligero | hasta 170 grados |
| » medio (carbólico)..... | 170-230 grados |
| » creosota | 230-270 grados |
| » antraceno..... | 270 grados |

hasta el final de la destilación, que se prolonga hasta que no destile nada.»

No continuamos más la descripción de Lunge porque se refiere al tratamiento de las fracciones, de lo cual nos ocuparemos en otro lugar.

b) *Método industrial.*—Este método ha sido establecido y seguido por el que estas líneas escribe, inspirándose en las recomendaciones de Lunge acerca de los ensayos de carácter industrial, habiéndolo aplicado a numerosas expediciones de alquitrán, de diversas procedencias y de las más variadas calidades y obteniendo con él resultados que, si no exactos, han sido muy aproximados a los obtenidos después en la práctica. Además, en el aparato que voy a describir, he tratado con éxito detestables alquitranes de fábricas de gas que contenían un 10 por 100 de agua y hasta el 35 por 100 de carbono libre, sin haber tenido nunca un

arrastre ni un desbordamiento y habiendo logrado, por las enseñanzas de sus resultados, establecer un plan de trabajo para la destilación industrial que ha permitido destilar con éxito dichos alquitranes.

En la figura 8 representamos el aparato que hemos empleado y que consiste en una caldera de destilación de cobre, de una capacidad de 180 litros, cuyo fondo tiene la forma de un casquete esférico invertido y de tapa móvil, sujeta a la caldera por tornillos que aprietan las dos bridas *a* y *b*, que llevan entre ellas una junta de cartón de amianto. Esta tapa lleva en el centro la pequeña columna deflegmadora *c*, constituida por un tubo troncocónico, al que se inserta lateralmente el tubo de salida *d* que conduce los vapores al refrigerante F. El tubo *c* lleva en su parte superior, y mediante un sencillo prensaestopas, que contiene cuerda de amianto, un termómetro *t* cuyo depósito se halla colocado en el centro del orificio de salida. La tapa lleva también, y a los lados del tubo *c*, una pequeña válvula de sobrepresión *s* y un tubo con sifón y llave *m*, que sirve para introducir el alquitrán en la caldera sin necesidad de levantar la tapa.

Para evitar que, si se producen hinchamientos en el alquitrán, pueda haber arrastres del mismo a través de los tubos de salida, la caldera lleva, cerca de su borde superior, un tubo *h* que forma un sifón cuya rama menor tiene 15 centímetros y que, lleno de alquitrán, a más de constituir una válvula de sobrepresión, permite la salida del alquitrán de la caldera, si se produce un hinchamiento, sin que llegue a las regiones de la tapa.

La caldera reposa, por su borde superior, sobre una chapa de hierro *n* de 10 milímetros, con un crificio en su centro del diámetro de aquella y apoyada sobre un cilindro de fábrica de ladrillo refractario que envuelve la totalidad de la caldera y que tiene dos orificios, provistos de puertas de fundición *p* y *p'* con orificios centrales, para dejar pasar los

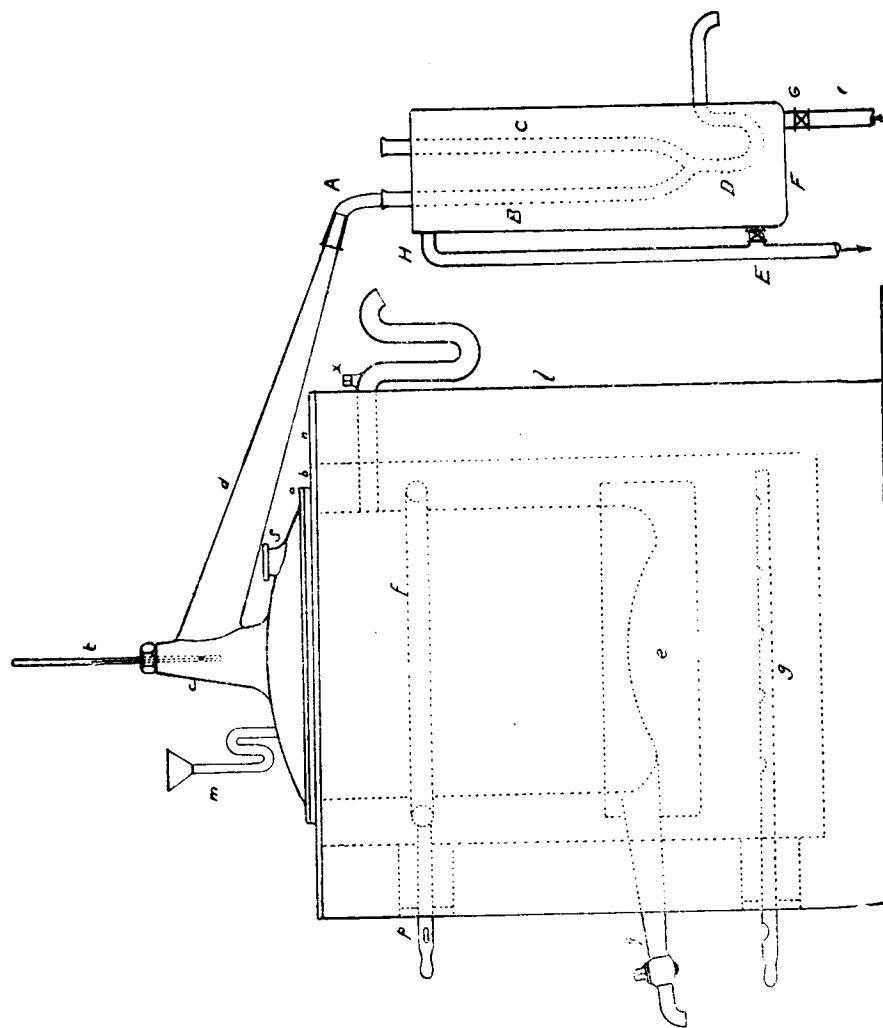


Figura 8. — Aparato semi industrial para destilaciones de alquitrán.

tubos de los mecheros de caldeo. Este se realiza con un mechero circular *f*, que abraza toda la caldera en su tercio superior, y otro en forma de parrilla *g*, que está colocado debajo de la caldera, caldeando una caja de chapa *e* llena de arena y en la que se introduce el fondo de aquélla.

Esta tiene en su fondo el tubo con llave *q*, para la salida de la brea. Por último, el horno, formado por el revestimiento refractario, tiene una chimenea que sale fuera del laboratorio, para la salida a la atmósfera de los productos de la combustión del gas de caldeo.

El tubo de salida *d* está unido, mediante una alargadera de vidrio *A*, al refrigerante compuesto de un tubo de cobre en *U*, cuyas dos ramas *B* y *C* están prolongadas en su parte inferior por otra de menor diámetro *d* que, curvada en forma de sifón, sirve para la salida de los productos condensados; el objeto de la segunda rama *C* del refrigerante es la condensación de los productos demasiado volátiles, que podrían escapar a la atmósfera y que con esta disposición se condensan aún en las peores condiciones; además, si se viese salir por su extremo algún vapor, siempre se podría adaptar a él un refrigerante a reflujo que acabase de condensarlos. El conjunto está encerrado en un cilindro de chapa *F*, provisto de una entrada inferior *G*, una salida superior *H* y otra salida de limpieza *I*; en este refrigerante se puede hacer circular agua caliente o fría, según las necesidades de la destilación.

Veamos ahora la manera de trabajar con este aparato:

Se cargan en la retorta 100 litros de alquitrán, cerrando aquélla y ajustando el tubo de salida al refrigerante. Se enciende entonces el mechero circular *f*, manteniéndolo con poca llama para que el alquitrán vaya cediendo poco a poco su agua en forma de vapor al espacio caliente que está sobre su superficie.

La disposición del termómetro, colocado en la columna deflegmadora y, por tanto, en una parte de la caldera

expuesta a la acción refrigerante del aire, hace que no sea de temer, sobre las indicaciones del mismo, la acción perturbatriz que el mechero circular ejerce sobre ella de estar el termómetro con la bola introducida en el cuerpo de la caldera, como sucede en otros métodos.

El caldeo con el mechero circular se continúa mientras tanto que siga destilando algo y sólo cuando prácticamente no salga ningún líquido del refrigerante, lo que suele suceder a los 180 grados; se enciende el mechero de fondo y, una vez que la arena haya tomado temperatura, se apaga el circular, que ahora sólo favorecería el *cracking* de los productos destilados. Al mismo tiempo, es decir, a los 180 grados, se corta el agua fría del refrigerante y cuando llegue a los 200 grados se da entrada al mismo a agua a 70 grados para evitar los taponamientos, que se pueden producir por solidificaciones de la naftalina. Por un cuidadoso examen del paso de los líquidos, a través de la alargadera de cristal A y por comparación con la salida del refrigerante, se puede prever si estas solidificaciones se empiezan a formar, debiéndose acudir entonces rápidamente a fundirlas antes de que produzcan un taponamiento, lo que se consigue fácilmente caldeando la superficie exterior del refrigerante lateral del mismo para calentar el agua contenida en él.

Al comenzar la operación se coloca un recipiente debajo de la salida del tubo *h*, para recoger el alquitrán que salga por él, si se produce un hinchamiento. Antes de encender los mecheros se habrá tenido cuidado de llenar de alquitrán, mediante el registro *x*, las dos ramas del sifón para evitar que el interior de la caldera comunique por él con el exterior. Si durante la operación se observase algún arrastre de alquitrán al pasar por la alargadera A aún se estará a tiempo, si se procede con rapidez, de retirar el recipiente que recoja el destilado antes de que caiga en éldicho arrastre, recogiendo éste en otro recipiente. Tanto este aqui-

trán como el que salga por el tubo *h* vuelven a la caldera por el tubo *m*.

Las diversas fracciones se recogen en recipientes de hierro esmaltado de 10 litros de capacidad.

El fraccionamiento es como sigue:

| | |
|---------------------------------------|-----------|
| Aceite ligero y aguas amoniacaes..... | 0°—170° |
| » de naftalina | 170°—230° |
| » medio | 230°—350° |
| Brea, residuo por encima de..... | 350° |

La brea se hace salir, una vez terminada la operación y algo fría la caldera, por la llave *d*, tomando precauciones, porque sus vapores son inflamables; se recoge en recipientes de chapa de profundidad.

Una vez terminada la destilación, se dejan reposar los recipientes que contengan las diversas fracciones durante toda una noche y después se procede a su medida. Para ello la primera fracción se separa por decantación en sus dos componentes: aceite ligero y agua amoniaca; en las tres primeras fracciones se habrá solidificado la naftalina, que se recoge por filtración del aceite, a través de una tela tupida, después de haber separado con una espátula toda la naftalina adherida a las paredes. La naftalina así recogida se prensa en el mismo trozo de tela, con el fin de recoger todo el aceite que la empape, que se añade a la fracción correspondiente; para este prensado se puede utilizar una simple prensa de copiar. De igual manera se procede con la última fracción para recoger antraceno. Toda la naftalina se reúne para la pesada, aunque proceda de diferentes fracciones.

Una vez así separados los diversos productos obtenidos se los pesa, y como se ha operado con 100 litros de alquitrán, cuya densidad se conoce, no será difícil hallar los porcentajes o rendimientos obtenidos.

En el caso de que haya que tratar alquitranes cuyas últimas fracciones no se desprendan fácilmente, el aparato

puede recibir un tubo anular perforado, colocado en el canal del fondo de la caldera, cuyo objeto es realizar la inyección de vapor en el último período de la destilación para arrastrar los vapores de antraceno.

Existen, además de los descritos, numerosos procedimientos para realizar este ensayo en cuya descripción no entramos, porque en principio todos son iguales, diferenciándose sólo en la realización práctica. En general, cualquier procedimiento de los existentes en las obras que se ocupan del alquitrán es bueno a condición de que siempre se realicen los ensayos siguiendo el mismo, para que los resultados sean comparables, ya que, como es sabido, de un método a otro los resultados presentan algunas discrepancias.

2.º *Alquitrán de baja temperatura o alquitrán primario.*—Los principales ensayos a realizar con este alquitrán son los siguientes:

7. **Deshidratación.**—Como existe en general poca diferencia entre la densidad del alquitrán primario y la de agua, la separación de ambos elementos por decantación es difícil y extremadamente larga (a), por lo que hay que proceder a otro método para realizarla. Esta separación es, por otra parte, necesaria para poder determinar la densidad del alquitrán.

Para realizarla, se pesa una cierta cantidad de alquitrán y se introduce en una caldera de cobre, con un orificio pequeño en la parte superior, y cuyo volumen sea, próximamente, diez veces mayor que el del alquitrán cargado. Se cierra el orificio por un tapón, que lleva un tubo de desprendimiento de vidrio y un termómetro, cuya bola quede a unos 10 centímetros del tapón; se une el tubo de desprendimiento a un refrigerante de Liebig de 60 milímetros de largo y que, mediante una alargadera, también de vidrio, vierte los productos condensados en una probeta graduada. Se calienta la caldera con un hornillo de gas.

Se calienta moderadamente y con precaución, para evitar arrastres, y se continúa el caldeo hasta que haya destilado todo el agua, lo que sucederá cuando el termómetro pase de los 150 grados.

En la probeta se habrá recogido todo el agua contenida en el alquitrán y una porción de los hidrocarburos ligeros, los cuales se separan rápidamente por la diferencia de densidades. Se mide el agua y se separa, con un embudo de decantación, de los hidrocarburos, los que se vuelven a añadir al alquitrán, que se habrá así deshidratado al mismo tiempo que se ha determinado el contenido en agua.

8. **Determinación de la densidad.**—Esto se realiza con un densímetro operando a 40 grados, porque a una temperatura inferior el alquitrán es, en la generalidad de los casos, pastoso, por su contenido en parafina.

Si se requiere una mayor exactitud, se puede emplear el método del frasco de Lunge tal como se ha descrito en el capítulo anterior.

9. **Destilación.**—Es el más importante de los ensayos a que se somete el alquitrán primario, siendo de advertir que a sus resultados hay que aplicar cuanto hemos dicho de la destilación del alquitrán secundario, respecto a la diferencia entre ellos y los obtenidos en la práctica.

a) *Método de las fábricas alemanas.*—Se emplea una pequeña retorta de bronce A (fig. 9), provista de una tapa sujeta con cuatro tornillos y con un orificio para colocar el termómetro; en la pared de la retorta, y junto a la tapa, va un pequeño tubo, al que se une por un racord un tubo de cobre de paredes delgadas que hace el oficio de refrigerante y que tiene un metro de largo. La retorta se calienta directamente con un mechero Teclú de tamaño grande.

Se opera sobre 400 gramos de alquitrán deshidratado y se hacen las siguientes fracciones:

| | |
|----------------------------|----------------|
| Aceites brutos medios..... | De 135° a 275° |
| Destilado parafinoso | > 275° a 375° |
| Aceites rojos | > 375° a 425° |

quedando como residuo el cok de alquitrán.

El punto de separación de los aceites medios y del destilado parafinoso se determina cuando una gota del destilado muestra un principio de solidificación en contacto con un trozo de hielo, lo que en general sucede cuando el termómetro marca 275 grados. El nuevo cambio se realiza cuando empiezan a fluir los aceites rojos, cuya destilación se continúa hasta que no se desprenda nada.

Durante la destilación se suelen desprender gases muy

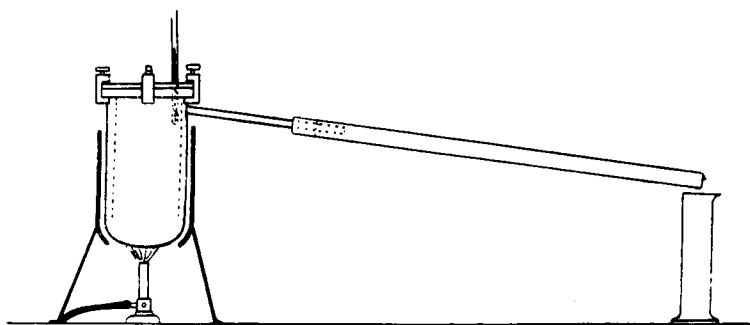


Figura 9.—Aparato alemán para destilar el alquitrán primario.

olorosos, que contienen una gran proporción de hidrógeno sulfurado y cuyo porcentaje en el alquitrán llega a 2-3 por 100.

b) *Método francés.*—En algunas fábricas y laboratorios franceses se aplica el método que vamos a describir, según el cual se realiza una destilación completa del alquitrán.

Se aplica a una cantidad algo considerable de alquitrán, con el objeto de que las diversas fracciones sean lo suficientemente voluminosas para poder ser ensayadas a su vez. El fundamento del mismo es proceder de tal modo que los diversos constituyentes del alquitrán no son obtenidos por una elevación demasiado grande de temperatura. Para lo

cual la destilación se realiza en una corriente de vapor recalentado.

En la figura 10 se representa el aparato empleado.

El vapor se produce en la pequeña caldera A, pasando después por un recalentador B, de donde pasa al balón C que, además de la inyección de vapor, es calentado por un baño de aire M. Los vapores destilados pasan a través de un refrigerante de Liebig r, prolongado por una alargade-

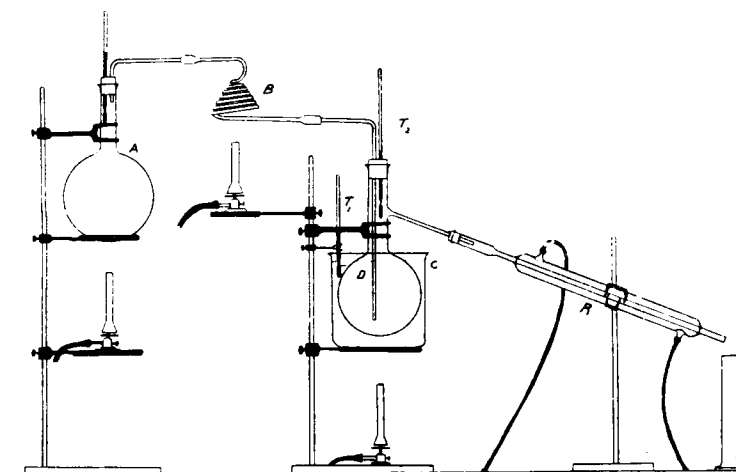


Figura 10.—Aparato francés para destilar el alquitrán primario.

ra, que vierte los líquidos condensados en una probeta graduada.

Se obtienen dos fracciones: una desde el principio de la destilación, hasta que una gota del destilado muestre un principio de solidificación en contacto con un trozo de hielo (aceites brutos medios) y otro hasta que no destile nada (tracción parafinosa). El residuo que queda en el matraz es una especie de asfalto más o menos denso.

Connerado propone fraccionar de 0 a 100 grados, de 100 a 200 grados, de 200 a 300 grados y de 300 grados en adelante.

El tratamiento de las fracciones se estudiará en el capítulo correspondiente.

La determinación del carbono libre que contenga el alquitrán primario, se realiza de igual manera que hemos descrito al tratar del secundario.

CAPITULO II

BENZOLES

1.º—Benzol bruto.

1. Determinación del contenido en aceite de lavado.
2. Determinación de los ácidos.
3. Determinación de las bases.
4. Determinación de la densidad.
5. Determinación del sulfuro de carbono.
6. Determinación de las parafinas.

2.º Benzoles comerciales.

7. Comprobación del lavado con ácido.
8. Comprobación del lavado con sosa.
9. Ensayo de las parafinas.
10. Determinación del sulfuro de carbono.
11. Determinación del tiófono.
12. Determinación del azufre total.

Método de Schenk.

13. Destilación fraccionada.
14. Determinación de la verdadera composición.
15. Determinación de los hidrocarburos no saturados.
16. Determinación de las propiedades físicas.

* * *

En el estudio de los métodos de análisis de los benzoles hay que considerar separadamente los benzoles comerciales y el benzol bruto.

1.º—BENZOL BRUTO.

Los principales ensayos a realizar son los siguientes:

1. Determinación del contenido en aceite de lavado.—

Se toman 250 centímetros cúbicos de benzol bruto y se vierten en un matraz de fondo esférico, al que se adapta, por un tapón en su cuello, un deflegmador o columna de tres bolas, en la que se coloca un termómetro con el depósito colocado a la última bola; se une el tubo de salida del deflegmador con un refrigerante de Liebig que, por una alargadera, vierte los productos condensados en una probeta.

Se calienta el matraz con un mechero de llama reducida y se destila hasta que el termómetro marque 175 grados, en cuyo momento se retira aquél. Se mide la cantidad destilada y lo que quede en el matraz después de frío; esto último representará el aceite de lavado que contiene el benzol. La diferencia entre la suma de estos dos volúmenes y el volumen original tratado, dará la pérdida por destilación. Todas estas cifras se calculan en por ciento del benzol bruto.

2. Determinación de los ácidos (fenoles).—

Se tratan 100 centímetros cúbicos del benzol bruto por otro volumen igual de una solución de sosa de 1,10 de densidad, en una probeta graduada provista de un tapón esmerilado, y se agita la mezcla durante unos minutos; se deja en reposo media hora, durante la cual los dos líquidos se habrán separado de nuevo, y se lee el aumento de volumen que haya experimentado la solución sódica, o sea la reducción del volumen de benzol; cada centímetro cúbico de disminución representa el 1 por 100 de fenoles.

Para dar más exactitud a la determinación, Lunge (1) propone separar cuidadosamente la solución sódica, va-

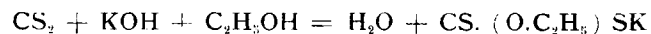
(1) *Coal Tar and Ammonia*, 11, 757.

liéndose de un embudo de decantación y evaporarla al baño-maría hasta que no se enturbie por la adición de agua; se deja después enfriar, se acidula con HCl y se le añade sal común. Se aislarán así los fenoles, que se separan por decantación en un pequeño embudo y cuyo volumen en centímetros cúbicos representa el contenido en por ciento del benzol bruto.

3. **Determinación de las bases.**—Se trata el benzol, que queda después de la determinación de los fenoles, con 30 centímetros cúbicos de SO_4H_2 al 20 por 100, agitando y dejando reposar; el aumento de volumen del ácido dará el porcentaje de las bases. Se puede, análogamente a lo realizado en los fenoles, concentrar la disolución al baño-maría y precipitar las bases con cuidado mediante un gran exceso de solución de sosa cáustica de 1,4 de densidad.

4. **Determinación de la densidad.**—Esta se realiza en la práctica corriente con un densímetro ordinario, cuidando de que la temperatura sea de 15° . Para los casos en que se desee una cifra exacta se emplea un frasco de densidades y el método corriente.

5. **Determinación del sulfuro de carbono.**—Se tratan 100 centímetros cúbicos del benzol bruto por una cantidad igual de solución alcohólica de potasa, realizando el lavado en tres o cuatro veces. Se habrá producido así el xanthogenato potásico:



La solución alcohólica, que se separa, se oxida después por la adición de cinco centímetros cúbicos de agua oxigenada libre de ácidos (Perhidrol Merck), se evapora el alcohol al baño-maría, se diluye el residuo con 200 centímetros cúbicos de agua y se acidifica con HCl. El ácido sulfúrico así producido se precipita con cloruro bárico y la pro-

porción de CS_2 se halla multiplicando el peso hallado por 0,16203.

Otro método consiste en transformar el xanthogenato potásico disuelto, en xanthogenato cúprico insoluble, por tratamiento con sulfato cúprico. Dicho compuesto puede ser determinado volumétrica o gravimétricamente.

6. **Determinación de las parafinas.**—El método más recomendable es el preconizado por Kraemer y Spilker:

Se tratan en un embudo de decantación 200 gramos del benzol bruto con 500 gramos de ácido sulfúrico fumante, que contenga 20 por 100 de SO_3 , durante quince minutos, evitando un aumento de temperatura; se deja después reposar durante dos horas, al cabo de las cuales se deja salir el ácido y se repite el lavado otras dos veces en la misma forma hasta emplear 1.500 gramos de ácido, con lo que todos los hidrocarburos, salvo las parafinas, se habrán disuelto. El conjunto de ácido separado en los tres lavados se deja caer, en un pequeño chorro, sobre su peso de hielo machacado, colocado en un matraz de tres litros, agitando fuertemente y evitando que la temperatura suba por encima de 40 grados. Se destila entonces la mezcla, recogiendo el destilado en un embudo de decantación que tenga 100 centímetros cúbicos de capacidad, y cuando hayan pasado 50 centímetros cúbicos de agua, además de la cierta cantidad de aceite que destila, se puede estar seguro de que se han recogido todas las parafinas, que eventualmente hubieran podido disolverse o ser arrastradas mecánicamente por los lavados ácidos. Se deja salir el agua, se reúnen las parafinas (si las hay) al residuo del tratamiento del aceite con el ácido y se agita varias veces con 30 gramos de ácido sulfúrico fumante cada vez hasta que no se observe disminución de volumen. Se lava entonces con una pequeña cantidad de agua y se pesa el ácido, que representará, por su aumento de peso, las parafinas contenidas en los 200 gramos de benzol.

2.º—BENZOL COMERCIALES

Con este nombre designamos las diversas calidades que se encuentran en el comercio y que, en muchos casos, no consisten en benceno más o menos puro, sino que están constituidos en su mayor parte por sus homólogos tolueno y xilenos. En todos ellos, sin embargo, los ensayos a realizar son los mismos y se exponen a continuación:

7. Comprobación del lavado con ácido.—Este ensayo, como su nombre indica, tiene por objeto comprobar si un benzol comercial ha sido convenientemente purificado, por su lavado con ácido sulfúrico.

Para realizarlo se puede seguir el método de Kraemer & Spilker, basado en que si se mezclan benzol comercial y ácido sulfúrico a partes iguales, aquél no se colorea, o lo hace en muy débil proporción, si está bien lavado. Se toman cinco centímetros cúbicos de benzol en una probeta provista de tapón esmerilado, añadiéndole otros cinco centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado, agitando bien el conjunto durante cinco minutos y dejando reposar uno o dos. Para juzgar de la coloración del benzol, que forma la capa superior, se preparan diferentes soluciones de bicromato potásico en ácido sulfúrico a 50 por 100 y que contengan de 0,1 a 2,3 gramos de bicromato por litro; de esta solución se toman cinco centímetros cúbicos en una probeta, cubriéndolos con otros tantos de benceno puro, y se comparan los diferentes tonos con el que presenta el benzol ensayado. La intensidad de la reacción se expresa en gramos de bicromato por litro, correspondientes a la solución cuyo color se aproxime más al benzol examinado.

8. Comprobación del lavado con sosa.—Tiene por objeto evaluar la proporción de hidrocarburos grasos que contenga un benzol. Se basa en que el bromo colorea más

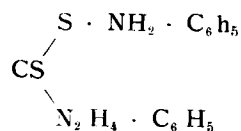
o menos el benzol impuro, según el grado de impurezas, y se emplea para ello una solución decinormal de bromuro y bromato potásico, que contenga 9,9167 gramos de bromuro y 2,7835 gramos de bromato por litro, la cual, por la acción del ácido sulfúrico diluido, deja en libertad por centímetros cúbicos 0,008 gramos de bromo. Se introducen cinco centímetros cúbicos de benzol en una probeta de 50 centímetros cúbicos con tapón esmerilado, se añaden 10 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido al 20 por 100 y se deja caer en ella, en chorro muy fino, la solución de bromuro y bromato que se tendrá en una bureta, agitando de tiempo en tiempo durante cinco minutos y hasta que el benzol que sobrenada después de un reposo de cinco minutos presente una coloración anaranjada y una gota de él produzca una coloración momentánea azul en el papel zinc-iodo-almidón. Por el número de centímetros cúbicos de la solución de bromuro y bromato, se conocerá el número de gramos de bromo consumidos en saturar los citados hidrocarburos. Las cifras correspondientes a diferentes benzoles son:

| | | | |
|----------------------|------------------------------------|---|---|
| Benzol 90 por 100... | 0,8 centímetros cúbicos al máximo. | | |
| » 50 por 100... | 0,5 | » | » |
| Benceno | 0,4 | » | » |
| Toluol..... | 0,8 | » | » |
| Tolueno..... | 0,6 | » | » |
| Xyleno..... | 2,5 | » | » |

Esta reacción es favorecida por la acción de la luz, por lo cual los ensayos deben realizarse evitando lo más posible la luz fuerte.

9. Ensayos de las parafinas.—Se emplea para ello el mismo método de Kraemer y Spilker, que hemos explicado para el benzol bruto. Este ensayo presta grandes servicios para conjeturar si el benzol está mezclado con bencina o con esencia de pizarras, pues en estos casos la proporción de parafina es mucho mayor que en el benzol sin mezcla.

10. **Determinación del sulfuro de carbono.**—Para un ensayo *cuantitativo* se emplea la reacción de Lieberman y Seyewtz (1), basada en una observación de E. Fischer. Se agitan 10 centímetros cúbicos de benzol con cuatro o cinco gotas de fenil-hidracina durante hora u hora y media; con un 0,2 por 100 de CS₂ se forma un precipitado espeso blanco, que convierte en un magma el conjunto del líquido; con 0,03 por 100 la reacción es aún débilmente visible y con 0,02 precisa iniciar la cristalización, con la introducción de un pequeño cristal del producto formado, que no es otro que el fenil-hidracina-fenil-sulfocarbonato descubierto por Fischer, y cuya fórmula es:

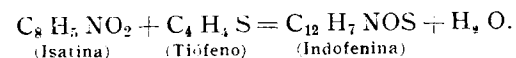


Otra reacción más rápida es la determinación con la potasa alcohólica, que forma cristales de xantano potásico, o con amoniaco alcohólico, que forma sulfocianuro amónico, que produce una coloración rojo sangre con el cloruro férrico.

En cuanto a la determinación *cuantitativa*, se aplica el método basado en la formación del xanthogenato indicada en el benzol bruto.

11. **Determinación del tiófono.**—Para su determinación *cuantitativa* se debe emplear la reacción de Laubenheimer de la indofenina, para lo cual se coloca en una pequeña cápsula de porcelana una pequeña cantidad de isatina, vertiendo encima algunos centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado y encima el benzol a examinar. Se cubre la cápsula con un vidrio de reloj y se deja reposar; si existe tiófono aparecerán en el benzol círculos azules, debidos a la indofenina producida según la reacción:

(1) *Beil.*, 1891, 788.



Con esta reacción se reconocen hasta 0,01 por 100 de tiófono en un benzol.

La determinación *cuantitativa* se puede realizar por varios métodos.

Deniges (1) opera como sigue: en un frasco, con tapón esmerilado y de 60 centímetros cúbicos, se vierten 20 centímetros cúbicos del reactivo de Deniges (preparado disolviendo 50 gramos de HgO en 100 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado y completando el volumen a un litro con agua destilada), agitándolo con dos centímetros cúbicos de benzol y calentando en un baño-maria hirviente, sin dejar de agitar durante media hora. Al enfriar se recoge el precipitado formado en un filtro tarado, lavándolo con agua caliente y secándolo a 110-115 grados. Su peso multiplicado por 0,0758 dará el contenido en tiófono.

Según Schwalbe (2), este método adolece de falta de exactitud y propone la determinación colorimétrica del tiófono por la reacción de la isatina. Para ello se prepara un cierto número de soluciones de comparación compuestas de benzol libre de tiófono y proporciones variables de tiófono químicamente puro (0,5-0,25-0,1, 0,075-0,05-0,025); aparte se prepara una solución de 0,5 gramos de isatina en 1.000 gramos de ácido sulfúrico puro, la cual dura mucho tiempo sin alteración.

Para realizar la operación se vierten en dos probetas con tapón esmerilado 25 centímetros cúbicos de la solución de isatina en cada una, añadiendo 25 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico puro y a una de ellas un centímetro cúbico de una de las soluciones de tiófono en benzol, mientras a la otra se añade la misma cantidad de benzol a examinar; se tapan las probetas, se agitan vigorosamente durante

(1) *Comptes rendus*, CXX, 626, 781.
 (2) *Chem. Zentr.*, 1905, H, 335, 1126.

cinco minutos y se dejan reposar, colocándolas sobre una superficie blanca para observar por transparencia el color de las mismas. Si la proporción de tiófeno no es menor de 0,05 por 100, la coloración es verde aceituna o azulada, aclarándose y aproximándose al verde a medida que disminuye dicha proporción. El ensayo no necesita más de quince minutos, y si se trata de un benzol normal se empieza con la solución de 0,5 por 100, bajando gradualmente hasta llegar a la coincidencia de colores; si se trata de un benzol de los llamados puros se empieza con la solución de 0,25 a la de 0,1 por 100. Con este método se determina con exactitud hasta 0,05 por 100 de tiófeno.

12. **Determinación del azufre total.**—Para ello se pueden seguir varios métodos, siendo el más recomendable el *Método de Schenk* (1).—En este método se quema el benzol, gasificado por una corriente de aire, en presencia de un catalizador, absorbiendo el SO_2 formado y transformándolo en ácido sulfúrico, que se determina por el método de costumbre.

Para ello se emplea el aparato de la figura 11, por la que se ve se emplea un tubo de combustión A, de 30 centímetros de largo y 13 milímetros de diámetro, con un extremo estrechado y que en su interior contiene asbesto platinado, al que se calienta por medio de un mechero *m*. El extremo del tubo se une a dos frascos lavadores *l* que contienen solución concentrada de potasa cáustica y en el extremo recto se coloca, mediante un tapón perforado, una Y de vidrio, que por su rama superior se conecta con un tubo *t* en U, lleno de algodón y provisto de tapones llaves de vidrio, colocado en un baño-maría y por la rama inferior con un frasco *f* con agua, a través de la cual pasan burbujas de aire cuya cantidad se regula sumergiendo más o me-

(1) *Chem. Zeit.*, XXXVIII, 83.

nos en el agua el tubo *r*, el movimiento de gases en el aparato se produce por un aspirador o un eyector de laboratorio conectado a los lavadores *l*.

Para operar se vierten dos centímetros cúbicos de benzol en la rama del tubo *t* más cercana al tubo de combustión, cerrando en seguida las llaves para prevenir cualquiera evaporación posible. Se calienta moderadamente el asbesto platinado, estableciendo una corriente lenta de

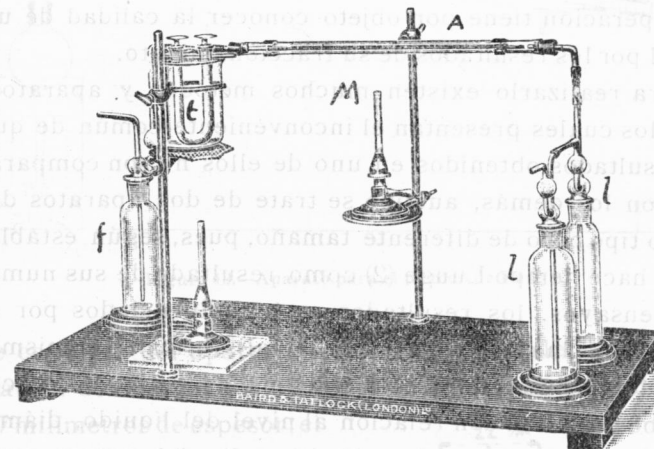


Figura 11. — Aparato para el método de Schenk.

aire a través del aparato. Una vez esto realizado se abren los tapones llaves del tubo en U, de modo que a través de él pase una corriente moderada de aire; se observará entonces que en el tubo A se inicia la combustión brillante y cuando cesa esta brillantez se abren totalmente las llaves de *t*, calentando éste en baño de agua para evaporar las últimas porciones de benzol.

Cuando ha terminado la combustión se recoge el líquido de los lavadores, añadiéndole 10 centímetros cúbicos de agua de bromo saturada y después HCl concentrado hasta reacción ácida. Se diluye y hierve, añadiéndole 10 centímetros cúbicos de solución caliente de cloruro bórico, para

precipitar como siempre el sulfato bórico, que se filtra, lava, seca y pesa, y de cuyo peso se determinará la cantidad de S contenida en el benzol.

Otro método es el de Irwin (1), que emplea para quemar el benzol un aparato igual al empleado para la determinación del S en el gas, según el ensayo de la Metropolitan Gas Corporation de Londres.

13. **Destilación fraccionada.**—Como su nombre indica, esta operación tiene por objeto conocer la calidad de un benzol por los resultados de su fraccionamiento.

Para realizarlo existen muchos métodos y aparatos, todos los cuales presentan el inconveniente común de que los resultados obtenidos en uno de ellos no son comparables con los demás, aunque se trate de dos aparatos del mismo tipo pero de diferente tamaño, pues, según estableció ya hace tiempo Lunge (2) como resultado de sus numerosos ensayos, los resultados están influenciados por el material de la retorta (vidrio o metal), forma de la misma, existencia o ausencia de un deflegmador, posición exacta del tubo de salida con relación al nivel del líquido, diámetro del mismo y forma de unión al cuello del matraz, posición del termómetro, largo y diámetro interior y exterior del condensador, marcha de la destilación y presión barométrica. Según Lunge, sólo se pueden obtener resultados uniformes eliminando la mayor parte de dichos factores, para lo cual propone efectuar, consecutivamente y en el mismo aparato, dos destilaciones: una con la muestra a estudiar y otra con una cantidad igual de un benzol de la misma clase, bien puro y que pueda ser tomado como tipo.

Basados en estos estudios de Lunge y en los de Bannow (3), Frank (4), así como Kraemer y Spilker (5), reco-

1) *J. Soc. Chem. Ind.*, 1901, 440.
 2) *Chem. Ind.*, 1884, 150.
 3) *Chem. Ind.*, 1886, 328.
 4) *Chem. Ind.*, 1901, 24C.
 5) *MESSENGER CHIMIC.* VIII, 31.

mienda un método, que es el empleado generalmente en la actualidad por todas las grandes productoras de benzol alemanas como método patrón. La figura 12 da una vista

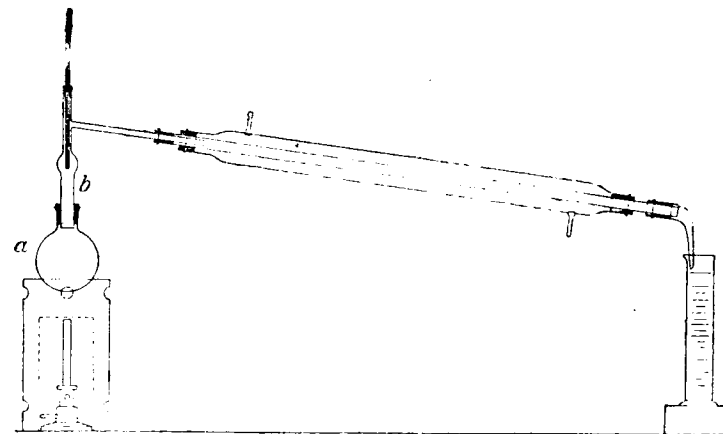


Figura 12.—Aparato para el método de Lunge.

de conjunto del aparato y la 13 un detalle de la retorta o matraz de destilación. Éste es de chapa de cobre de 0,6 a 0,7 milímetros de espesor; el deflegmador es de vidrio, de una sola bola, en el centro de la cual debe coincidir la bola del termómetro.

La retorta va colocada sobre un trozo de cartón de amianto, provisto de un orificio circular y que sirve de tapa a un pequeño hornillo de chapa, cuya misión no es otra que abrigar el mechero de las corrientes

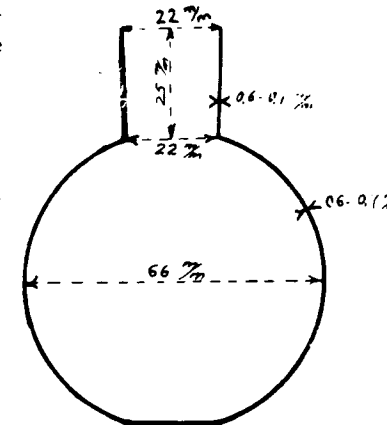


Fig. 13.—Retorta del aparato de Lunge.

de aire y que tiene cuatro orificios diametrales junto a la tapa para la salida de los productos de la combustión y una

puertecilla para poder regular el mechero, cuya llama debe ser siempre azul.

El termómetro debe ser de varilla delgada, no debiendo su diámetro exterior exceder del semidiámetro interior del tubo deflegmador. Si los ensayos se han de realizar con benzoles 90 por 100 y 50 por 100 deberá estar dividido en medios grados y si con productos puros su división será en décimas de grado. Es preferible que su escala sea móvil y regulable, mediante una tuerca con la que, antes de empezar cada ensayo y mediante la destilación de 100 centímetros cúbicos de agua, se hace enrasar el extremo de la primera columna con la división de los 100 grados, cuando hayan pasado 60 centímetros cúbicos; de esta forma se evita la corrección barométrica. Si se emplea un termómetro de escala fija, que haya sido corregido por comparación con otro patrón, hay que tener en cuenta la presión barométrica mediante las correcciones de Lenders (1), que son las siguientes:

1.^a Para una presión barométrica de 720 a 780 milímetros, los porcentajes obtenidos deben ser disminuidos o aumentados en

0,33 para el benzol 90 por 100
0,77 » » 50 por 100

por cada milimetro de diferencia de presión, entre las existentes y la normal de 760 milímetros, debiendo efectuarse el aumento cuando esta presión es negativa y la deducción cuando sea positiva.

2.^a Si se trata de reducir a 760 milímetros la temperatura de ebullición, observada a una presión entre 720 y 780 milímetros, se aumentará o deducirá para 100 grados y para cada milimetro de diferencia:

0°,0453 para el benzol 90 por 100
0°,0461 » » 50 por 100

Para los productos puros, la diferencia de temperatura

(1) *Chem. Ind.*, 1889, 169.

de ebullición variará como sigue, entre las presiones ya indicadas, para cada milimetro de diferencia con la presión normal:

Para el benceno..... 0°,043
» tolueno..... 0°,047
» xylene..... 0°,052

Para realizar el ensayo se introducen 100 centímetros cúbicos de benzol en la retorta y se conduce la destilación de modo que caigan dos gotas por segundo (cinco centímetros cúbicos por minuto). Se anota la temperatura a la que cae la primera gota (punto de partida) y luego, y a partir de 80 grados, se separan las fracciones de cinco en cinco grados hasta que no quede líquido en el matraz, anotando la temperatura a que esto corresponde (punto seco).

A continuación se exponen las características que presentan las diversas clases de benzoles según Lunge:

| | | |
|-----------------------------|-------------------|--------------------------|
| Benzol comercial 90 por 100 | 90 por 100 a 100° | |
| » » 50 por 100. | 50 por 100 a » | — 90 por 100 a 120° |
| » » n.º III.... | 0 | a » — 90 » 100 a » |
| » » n.º IV.... | 0 | a 120° — 90 » 100 a 145° |
| » » n.º V.... | 0 | a 130° — 90 » 100 a 160° |
| » » n.º VI.... | 0 | a 145° — 90 » 100 a 175° |
| » » pesado... | 0 | a 160° — 90 » 100 a 190° |

14. **Determinación de la verdadera composición de los benzoles comerciales.**—La determinación cuantitativa y exacta de los hidrocarburos aromáticos (bencenoides) que componen un benzol comercial es necesaria cuando se ha de emplear éste para la fabricación de productos químicos o de colorantes. Gracias a las notables diferencias existentes entre los puntos de ebullición de los mismos, su separación puede realizarse fácilmente por destilación fraccionada, siempre que se tomen ciertas precauciones y se modifiquen los aparatos, con el fin de realizar una deflegmación eficaz de los vapores.

El mejor método, a nuestro entender, y el que ha dado

mejores resultados en nuestras manos, es el de Frank (1), empleado en la mayoría de las fábricas alemanas y representado en la figura 14.

Se compone de una retorta de cobre R (fig. 15), provista

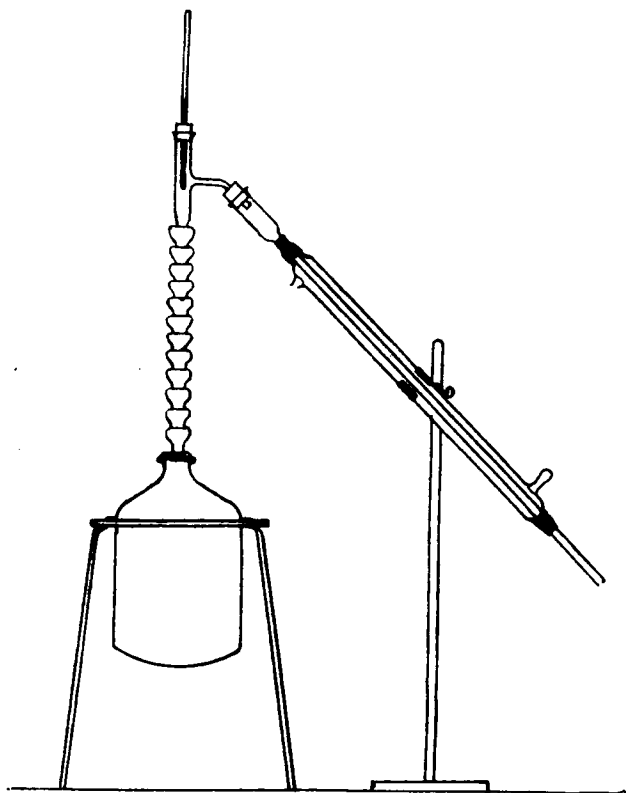


Figura 14.—Aparato para obtener productos puros.

de un deflegmador Le Bel-Henninger doble *d*, compuesto de doce bolas, cada una de las cuales tiene una tela de platino y que, por el tubo de salida *t*, está conectado con un refrigerante de Liebig L, de un metro de largo y con una inclinación de 12 por 100. En su extremo se coloca una alagar-

(1) *Chem. Ind.*, 1910, 265.

dera A, por la que caen los productos condensados en una probeta graduada. El termómetro, que a ser posible debe ser de escala regulable y que estará graduado en décimas de grado, deberá estar colocado frente al tubo de salida.

La retorta se apoya, por el reborde que tiene en su parte

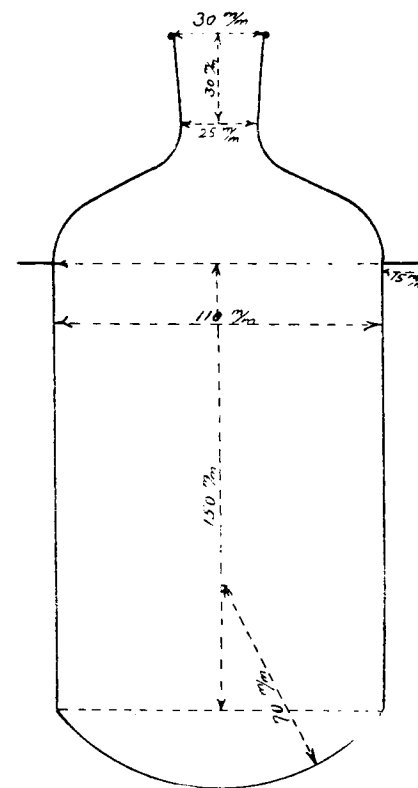


Figura 15.—Retorta del aparato de productos puros.

superior, en un trípode de laboratorio y se calienta por un mechero Teclu tipo grande.

Se carga un kilogramo de benzol en la retorta y se destila a la marcha de dos gotas por segundo. Los fraccionamientos a realizar son los siguientes según el compuesto a ensayar:

1.º—Si se trata benzol 90 por 100 a 50 por 100:

| | | |
|-----------------------------|--------|------|
| Productos de cabeza | hasta | 79° |
| Benceno puro..... | 79° » | 85° |
| Fracciones intermedias..... | 85° » | 105° |
| Tolueno puro..... | 105° » | 115° |
| Xyleno..... | sobre | 115° |

2.º—Con Benzol puro:

| | | |
|--------------------------|-------|-----|
| Productos de cabeza..... | hasta | 79° |
| Benceno puro..... | 79° » | 81° |
| Productos de cola..... | sobre | 81° |

3.º—Con Toluol puro:

| | | |
|-------------------|--------|--------|
| Cabezas..... | hasta | 109° |
| Tolueno puro..... | 109° » | 110°,5 |
| Colas..... | sobre | 110°,5 |

4.º—Con Xylol:

| | | |
|---------------|--------|------|
| Cabezas..... | hasta | 135° |
| p-xyleno..... | 135° » | 137° |
| m-xyleno..... | 137° » | 140° |
| o-xyleno..... | 140° » | 145° |
| Colas..... | sobre | 145° |

No deben confundirse los términos *benzol*, *toluol* y *xylol* con los *benceno*, *tolueno* y *xyleno*; los primeros se refieren a los productos comerciales ordinarios y los segundos a los productos puros, es decir, a los verdaderos hidrocarburos.

15. **Determinación de los hidrocarburos no saturados.** Para realizar esta determinación se seguirá el método explicado en el segundo grupo, al tratar de la misma determinación en la gasolina.

16. **Determinación de las propiedades físicas.**—Para la determinación de estas características (densidad, color, olor, puntos de relámpago y de inflamación, índice de refracción, etc.), se seguirán igualmente los métodos que explicaremos en la gasolina.

CAPITULO III

ACEITES DE ALQUITRÁN

1.º—Aceites.

1. Densidad.
2. Contenido en agua.
3. Contenido en naftalina.
4. Contenido en fenoles.
 - a) Método de la sosa cáustica.
 - b) Método del sodio.
5. Bases pirídicas.
6. Carbono libre.
7. Proporción de cuerpos parafinoides.
8. Ensayo por destilación.
9. Determinación del antraceno.
10. Contenido en azufre.

2.º—Naftalina.

11. Punto de fusión.
12. Contenido en aceites.
13. Ensayo de sulfonación.
14. Permanencia de color.
15. Fenoles.
16. Determinación de la proporción de naftalina pura.
17. Otros ensayos.

* * *

Estos son los aceites obtenidos por destilación del alquitrán secundario, ya que los derivados del alquitrán primario o de baja temperatura tienen grandes afinidades de composición con los derivados de los petróleos, por lo que su análisis se realiza como el de éstos, siguiendo los métodos que describiremos en otro lugar. Además de los diversos aceites de esta procedencia estudiaremos también la naftalina, que se separa de algunos de ellos y que en casos especiales se emplea también como combustible.

1.º—ACEITES.

Los aceites obtenidos del alquitrán de A. T. son, suponiendo realizado el máximo fraccionamiento alcanzable en la industria, los siguientes:

| | |
|---------------------------------|-------------|
| Aceite ligero..... | 0º — 180º |
| Aceite para fenoles..... | 180º — 200º |
| Aceite de naftalina..... | 200º — 230º |
| Aceite medio o de creosota..... | 230º — 270º |
| Aceite pesado..... | 270º — 360º |

En el análisis de estos aceites existen determinaciones comunes a varios de ellos, las que, como es natural, se realizan de igual manera en todos los casos, y otras que son independientes y propias de una determinada clase, bien por ser esta sola la que contiene el elemento a determinar, bien por exigir la calidad del aceite o la presencia de algún elemento un método especial de determinación.

Los diversos ensayos que se pueden presentar son, prescindiendo del aceite ligero, como ya hemos dicho, los siguientes:

1. **Densidad.**—Se realiza, para las determinaciones rápidas, con un densímetro universal, y para aquellas que exigen un mayor grado de exactitud, con el picnómetro. La temperatura de determinación deberá ser la de 15 grados; pero como algunos aceites ricos en naftalina no son completamente flúidos a dicha temperatura, en Norteamérica se acostumbra a realizar la determinación a 38 grados, temperatura a la cual todos los constituyentes sólidos están disueltos.

2. **Contenido en agua.**—Se determina por destilación. Es operación que tiene que ser conducida con mucho cuidado, pues parte del vapor que se desprende del aceite se condensa sobre la bola del termómetro, cayendo en forma de

gotas de agua sobre el aceite caliente y produciendo explosiones, que en las últimas fases de la operación pueden ser peligrosas. Para evitar, o por lo menos aminorar, este inconveniente, se suele añadir al aceite a ensayar una cierta proporción (20 por 100) de benzol de 90 por 100, que al destilar facilita la salida del agua y reduce al mínimo los riesgos de la explosión y de arrastres que también se pueden producir. También puede emplearse, en lugar de un matraz de destilación ordinaria, un matraz de Claus, que tiene el cuello curvado de modo que las gotas de agua condensada, que caigan del termómetro, no caen sobre el aceite, sino sobre la región más baja del mismo cuello, resbalando por las paredes del matraz y llegando más suavemente y de manera más espaciada al contacto con el aceite.

En muchos laboratorios industriales se emplea una pequeña caldera de cobre, recomendada por el Dr. H. G. Colman, para la determinación del agua contenida en los aceites de lavado del benzol. Se evitan con su empleo los peligros de arrastres, aplicando el calor primeramente a una pequeña porción del aceite, para lo cual el caldeo se inicia con un mechero circular, que se coloca al principio sólo media pulgada por debajo del nivel del aceite y que se va bajando gradualmente, hasta llegar al fondo, en cuyo momento se completa el caldeo con un mechero colocado en éste. De esa manera se va deshidratando el aceite por capas delgadas, gracias a la ausencia de corrientes de convección.

Se destilan uno o dos litros de aceite, continuando la destilación hasta que el termómetro marque 200 grados, en cuyo momento se le detiene y se lee en la probeta, donde se haya recogido el destilado, la proporción de agua. Puede seguirse también el procedimiento de la A. S. T. M. o de la I. P. T. que explicamos al tratar del petróleo bruto.

3. **Contenido en naftalina.**—Varios son los métodos empleados para esta determinación: de ellos, unos son verdaderos métodos de laboratorio que dan una gran exactitud, mientras que otros son métodos menos científicos, que no requieren para aplicarlos una gran preparación química y que, no obstante, dan resultados bastante aproximados y suficientes en bastantes casos. De éstos el más empleado es el siguiente:

Se pesan en una cápsula 25 gramos de aceite a examinar, los que se dejan en la misma doce horas a una temperatura entre 10 y 13 grados y después dos horas más a 15 grados, agitándolo casi constantemente. Se trasvasa después con todo cuidado y lo más rápidamente posible a un filtro, cuyo embudo esté provisto de una camisa de agua y que se mantiene por este medio a una temperatura de 15 grados. El embudo está colocado, por su tubo, en el tapón de un frasco de cristal de los empleados para filtraciones rápidas, en el cual se produce, mediante una trompa de laboratorio, una ligera depresión, adoptando el conjunto del aparato la forma indicada en la figura 16. Cuando todo el líquido ha filtrado, se separa el filtro con la materia sólida del embudo, se dobla el borde superior del mismo para que aquella quede así envuelta y se coloca entre unas hojas de papel secante, llevándolo a una prensa de copiar y operando rápidamente para evitar los aumentos de temperatura. Una vez bien prensada y absorbido por el papel secante el aceite, que aun pudiera contener la naftalina, se separa con cuidado del filtro, recogiénola en un vidrio de reloj tarado, y se pesa; el peso obtenido multiplicado por cuatro dará el porcentaje de naftalina en el aceite.

En cuanto a los métodos exactos, reposan en la combinación de la naftalina con el ácido pícrico para formar un picrato, es decir, en la misma reacción que se aplica para determinar el contenido en naftalina de un gas. El que estas líneas escribe ha empleado con éxito, para determinar el

contenido en naftalina de los aceites empleados para la absorción del benzol, el siguiente método:

Se pesa una pequeña cantidad del aceite, mezclándolo en un matraz provisto de tapón, con veinte veces un peso de ácido acético glacial y agitándolo muy bien hasta completa disolución, la cual se lleva a un volumen exacto. Se toma una pequeña cantidad de la misma, la que se trata

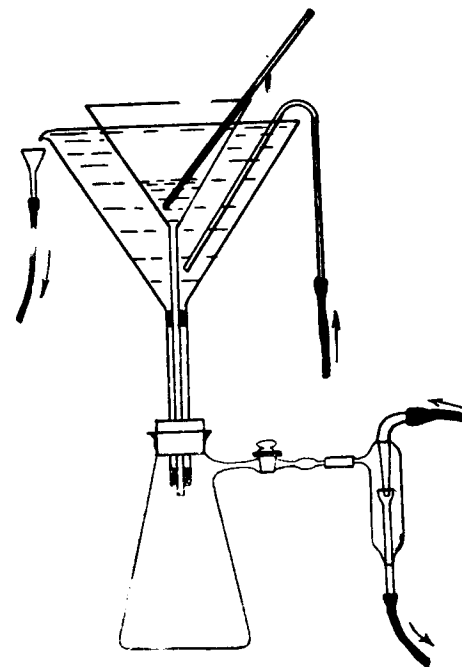


Figura 16.—Embudo para naftalina.

después de filtrada con una solución fría de ácido pícrico, en cantidad suficiente para precipitar toda la naftalina, dejándolo después reposar durante dos horas y filtrándola con ayuda de un aparato de filtración rápida, como el empleado en el método anterior. El precipitado se lava en el filtro con solución fría de ácido pícrico y se deja después una hora, en el mismo embudo y con la trompa en marcha, con lo cual

se lo recogerá muy seco. Se lo lleva después a una cápsula donde se hierve con agua, con lo cual se descompondrá el picrato, quedando en libertad la naftalina que se desprenderá, sublimándose, y se separará así cualquier substancia alquitranácea que pudiera contener; si esto sucede, se filtra, y en el líquido, que contendrá el ácido pícrico que estaba combinado a la naftalina, se titula éste con una solución decinormal de sosa, empleando la fenolftaleína como indicador. Cada centímetro cúbico de la solución N 10 de NaOH corresponde a 0,0128 gramos de naftalina.

4. Contenido de fenoles.—Si el aceite es completamente líquido a la temperatura ordinaria, sin ningún compuesto sólido, se sigue el mismo método descrito para el benzol bruto; pero si, como ocurre generalmente, el aceite contiene depósitos sólidos precisa seguir otro método.

Para ello lo más empleado en los laboratorios consiste en tratar 100 centímetros cúbicos del aceite de un embudo de decantación con 20 ó 25 centímetros cúbicos de una solución de sosa cáustica de 1,20 de densidad, agitando fuerte y prolongadamente y separando luego ambos líquidos, para repetir el tratamiento otras dos veces; reuniendo después los líquidos alcalinos de los tres lavados, éstos se acidifican con SO_4H_2 , y los fenoles, que sobrenadan, se separan con un embudo de decantación y se determina su volumen. En muchas ocasiones el aceite, debido a la gran proporción que contiene de naftalina, está muy espeso, y es preciso calentarlo para realizar fácilmente los lavados; en esos casos hay que tener cuidado de que los fenoles separados estén, cuando se realice su medida, a igual temperatura que el aceite; pudiendo evitarse esto pesando el aceite y los fenoles, en lugar de medirlos.

Este método tiene algunos inconvenientes, por la falta de exactitud que presenta, a causa de que alguna porción del aceite residual pasa incluido en la solución de fenoles,

lo que causa errores por exceso que llegan a veces al 6-7 por 100. Por ello, los investigadores J. J. Morgan y Merl H. Meighen, de la Columbia University, proponen (1) una modificación de este método clásico o un método nuevo, ambos muy recomendables y que vamos a describir:

a) *Método de la sosa cáustica.*—Es una modificación del método clásico de liberación. Se tratan 100 centímetros cúbicos del aceite a ensayar por 30 centímetros cúbicos de solución al 23.5 por 100 de NaOH (densidad, 1,27), en un embudo de decantación de 250 centímetros cúbicos, el cual se coloca en un agitador mecánico que lo agita, invirtiéndolo alternativamente punta por punta, con lo que produce la perfecta mezcla de ambos líquidos; el agitador da 46 oscilaciones por minuto y se deja en movimiento durante treinta minutos. Transcurrido ese tiempo se para y se retira de él el embudo, dejándolo reposar algunas horas (a ser posible, toda la noche).

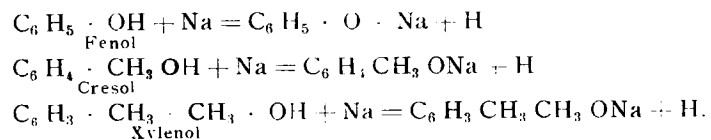
La solución de fenolatos se recoge en un pequeño Erlenmeyer, donde se le acidifica con SO_4H_2 al 20 por 100, con el fin de liberar los ácidos, dejándolos enfriar, después de lo cual, tanto éstos como la solución de sulfato sódico, se vierte en un embudo de separación, graduado, que contenga 65 centímetros cúbicos de benceno. La solución de sulfato se separará y se hace salir por la llave, recogiendo en el mismo Erlenmeyer donde se realizó la liberación de los ácidos, lavándola y volviéndola al embudo con el fin de que recoja el benceno las trazas de ácido que pudieran haber quedado en el Erlenmeyer. Se separa de nuevo la solución de sulfato y se añade a la solución bencénica suficiente benceno, hasta llegar su volumen a 100 centímetros cúbicos, añadiéndole entonces 50 centímetros cúbicos de la solución de NaOH al 10 por 100 y agitando enérgicamente,

(1) *An Investigation of the Caustic Soda Process of Extracting Low Temperature Phenols.* comunicación presentada al 69 Meeting de la American Chemical Society April 1925

después de lo cual se deja reposar y se separará la solución de fenoles. Se vuelve a tratar el benceno restante con 20 centímetros cúbicos de la solución NaOH para asegurar la completa separación de los ácidos. La disminución de volumen del benceno indicará el volumen de los fenoles contenidos en la muestra original de aceite.

La ventaja de este método sobre el ordinario es que elimina los errores causados por las fracciones de aceite incluídas mecánicamente o disueltas en la solución de fenoles.

b) *Método del sodio.*—Este nuevo método está basado en que, por la acción del sodio sobre los fenoles, se pone en libertad por cada átomo de aquél un átomo de hidrógeno, cuya medida permite la rápida y exacta determinación de la proporción de radicales fenólicos que se han combinado con el metal, como se observa por las siguientes reacciones:



El aparato empleado para la determinación está representado en la figura 17. A es un tubo de ensayo de 25 milímetros de diámetro con tubo de salida lateral, que está unido a una bureta de gas B, encerrada en una camisa de agua y provista de la llave de tres vías C. El tapón de goma F, que cierra el tubo A, está taladrado y soporta un trozo de tubo de vidrio G de 13 milímetros de diámetro, trozo cerrado en su extremo inferior por un tapón de corcho H y en su extremo superior por uno de goma I. La camisa de agua, que rodea la bureta de gas, está dispuesta de modo que el agua pueda ser cambiada fácilmente y llevada a la temperatura que se desee, para lo cual lleva en su funda el tubo K en forma de T, uno de cuyos extremos está conectado con la canalización de aire comprimido del laborato-

rio, mientras el otro es el de salida, cerrado por un trozo de tubo de goma provisto de una pinza; haciendo entrar así en la camisa de agua una pequeña corriente de aire comprimido se produce la agitación del agua, que estará, por tanto, a temperatura regular, y si se quiere cambiar, bastará cerrar el aire y abrir la pinza del tubo de agua

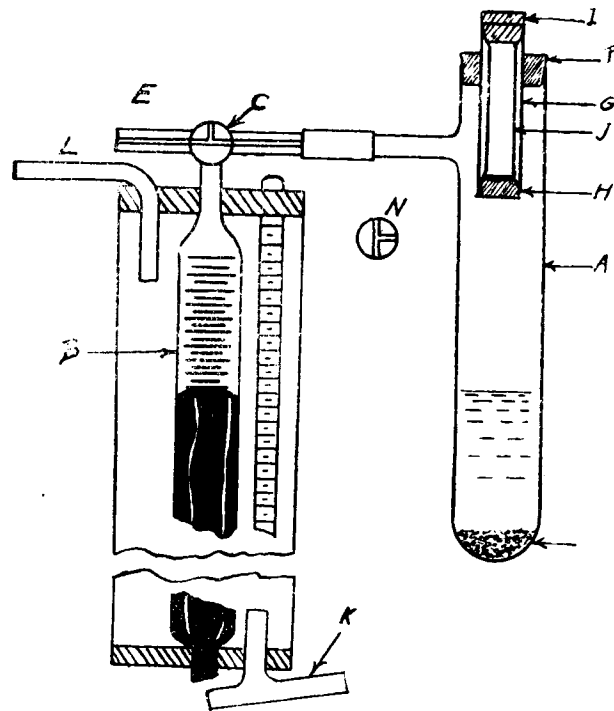


Figura 17.—Aparato para determinar los fenoles.

para dar salida al agua, que será reemplazada por la que entrará por la llave superior L.

El procedimiento operatorio es como sigue: En el tubo A se colocan dos gramos de sodio granular (obtenido fundiendo el metal, bajo tolueno, en un pequeño matraz y agitándolo vigorosamente, con el fin de subdividirlo en pequeños glóbulos), cubriéndolo con 15 ó 20 centímetros

cúbicos de tolueno, después de lo cual se acopla todo el aparato. Llenando por completo la bureta B, con el mercurio del frasco nivelador, y disponiendo la llave C en la posición de la figura, con el fin de comunicar directamente con la atmósfera el tubo A; se calienta entonces cuidadosamente aquél para que el tolueno hierva suavemente, manteniéndolo así durante un corto espacio de tiempo, con lo cual el tolueno será secado por el sodio y el aire en el aparato quedará saturado de vapores de tolueno, después de lo cual se deja enfriar el aparato hasta la temperatura de laboratorio, la cual se anotará.

Una vez frío se quita el tapón I y se introduce en el tubo G un pequeño tubo de pesadas que contenga el aceite a ensayar; dicho tubo será de tal longitud que, al colocar de nuevo el tapón I, haga caer el tapón H cayendo al fondo del tubo A, donde los fenoles se disolverán en el tolueno y reaccionarán con el sodio. En el momento en que se produzca la caída del tubo de muestras se comunica el tubo A con la bureta B y se calienta suavemente aquél, hasta que termine la reacción, que empieza muy débilmente, pero que luego adquiere gran intensidad, obligando a guardar el mayor cuidado con el caldeo para evitar proyecciones que arrastren parte del aceite a la bureta. Cuando ha terminado la reacción se deja enfriar el tubo, que después se sumerge en agua hasta que adquiera la temperatura original.

Al mismo tiempo se hace, mediante una mezcla conveniente de agua, que la de la camisa que rodea la bureta esté a la misma temperatura, logrado lo cual, y después de dejar unos minutos para que se restablezca el equilibrio de temperatura entre ella y el gas contenido en la bureta, se practica la lectura del volumen de hidrógeno contenido en el mismo, siguiendo para ello el método ordinario. Como el aire contenido en el aparato está saturado con vapor de tolueno, al principio y al final de la operación no hay que

tener en cuenta ninguna corrección por este motivo, siendo sólo necesario tener en cuenta la corrección referente al vapor de tolueno contenido en el gas que encierra la bureta.

Para determinar el contenido en fenoles existe una dificultad, que reside en el hecho de que cada uno de estos cuerpos desprende un porcentaje distinto en peso de hidrógeno, como se desprende de las fórmulas antes expuestas. Si se sabe que la muestra ensayada contiene sólo uno de estos cuerpos será facilísimo determinar su contenido; pero éste no es el caso general, ya que los aceites contienen diversos miembros de la serie de fenoles. Por esta razón los resultados de los análisis se expresan en *equivalentes en sosa*, los que comparados con los correspondientes al fenol, cresoles y xlenoles puros, que son, respectivamente, 425, 371 y 328, permitirá apreciar aproximadamente el carácter de los fenoles contenidos en el aceite. Para hallar este *equivalente en sosa* basta recordar que un centímetro cúbico de hidrógeno a 0 grados y 760 grados mm. equivale a 3,65 miligramos de NaOH; bastará, pues, multiplicar el volumen producido de hidrógeno en centímetros cúbicos por 3,65 y dividirlo por el peso de aceite empleado para hallar la cifra buscada.

Este método es muy exacto, y en opinión de sus autores está llamado a prestar grandes servicios en la industria, permitiendo además estudiar los fenoles separados del aceite y controlar así el proceso de su fabricación.

5. **Bases pirídicas.**—Se tratan en un embudo de decantación 100 centímetros cúbicos de aceite por 25 centímetros cúbicos de SO_2H_2 diluido al 1:2, repitiendo tres veces el tratamiento y reuniendo los líquidos de lavado. Estos se tratan después con una pequeña porción de éter, que se separa, hirviendo después el líquido ácido, para separar los residuos del mismo; se trata luego con solución de sosa de 1,20 de densidad, que precipitará las bases, las cuales secadas por

otro tratamiento con una solución de sosa de 1,45 de densidad, se pasan a una probeta graduada, leyendo su volumen.

6. **Carbono libre.**—Se sigue para ello el método de Lege, fundado en la insolubilidad del mismo en el benzol. Se toman 100 gramos de aceite libre de agua y se filtran en caliente (para facilitar con la fluidez la filtración) por un filtro tarado; este filtro, con el residuo que quede, se coloca en un aparato de extracción de Soxhlet, donde se lo trata con benzol hasta que éste gotee completamente claro, después de lo cual se seca el filtro y se pesa.

El peso hallado dará el porcentaje de carbonolibre, que no debe ser mayor del 0,25 por 100 en un aceite comercial.

7. **Proporción de cuerpos parafinoides.**—Esta determinación es muy importante, pues sirve para saber si el aceite tiene o no mezcla de aceites minerales, o de derivados del alquitrán de B. T. Se funda el método empleado en la casi insolubilidad de estos cuerpos en el sulfato de metilo, que en cambio disuelve fácilmente los hidrocarburos aromáticos.

Se tratan en una probeta graduada con tapón cuatro centímetros cúbicos del aceite por seis centímetros cúbicos de $\text{SO}_4(\text{CH}_3)_2$, agitándolos fuertemente durante un minuto. Después de un corto reposo, se formará, si existe algún cuerpo parafinoide, una línea de separación muy marcada, que permitirá leer el volumen de la parte insoluble.

8. **Ensayo por destilación.**—No existe para realizar este ensayo, que es el más apto para determinar la calidad de un aceite y para conocer si la marcha de una instalación de destilación es o no buena, ningún método fijo que permita ser tomado como patrón. Cada destilería de alquitrán

y cada comprador tienen su método distinto: unos emplean retortas de vidrio, otros pequeñas calderas de cobre, otros matraces de destilación y cada uno coloca el termómetro de diferente manera, y posición, con respecto al líquido o a los vapores. Esto hace que los resultados que se hallan en las diversas obras que tratan de la destilación del alquitrán no sean comparables con los que se obtienen en la práctica, a menos que por casualidad se acierte con la disposición empleada por el investigador cuyos datos se tomen. Dicho estado de cosas, cuyas dificultades hemos tocado muy de cerca, ocasionándonos serios disgustos y preocupaciones, nos mueve a describir aquí, prescindiendo de todos los métodos más o menos particulares descritos por diversos investigadores, un método establecido por el que estas líneas escribe, al que debe resultados perfectamente comparables, que le han sido notablemente útiles por varios conceptos.

Este método, sencillo y reuniendo las suficientes condiciones de exactitud, puede ser aplicado fácilmente por cualquier encargado de laboratorio, aunque no posea más que nociones muy rudimentarias de química, y le permitirá deducir de sus resultados si un aceite llena o no las condiciones requeridas.

Se emplea para ello el aparato representado en la figura 18, en la que se indican las dimensiones de los diversos elementos que lo constituyen, así como sus posiciones relativas. A es un matraz de destilación, de una capacidad de 500 centímetros cúbicos y de dimensiones especiales, en el que se coloca el termómetro de modo que el depósito se halle frente al tubo de salida; éste penetra, a través de un tapón de corcho, en el tubo T, que es el condensador de aire y cuyo extremo se halla estrechado y curvado, para facilitar la caída de los productos condensados, en las diversas probetas P destinadas a recogerlas.

Para realizar el ensayo, se cargan en el matraz 300 centímetros cúbicos de aceite a ensayar, que habrá sido pur-

gado de su agua por un tratamiento preliminar, en la pequeña caldera de Colman antes descrita. Se empieza a calentar suavemente hasta que empiece la destilación, graduando luego el caldeo de modo que se condensen dos gotas por segundo. Se recoge lo primero que destila en una probeta hasta los 180 grados, cambiando entonces la probeta, así como a los 210 grados y de esta temperatura hasta

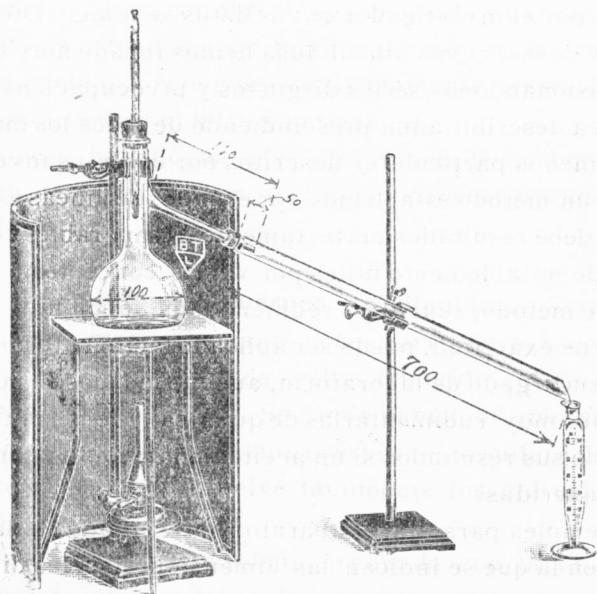


Figura 18.—Aparato para destilar los aceites.

los 360 grados, se cambia de probeta cada 10 grados y además a los 225, 333 y 345 grados. Al llegar a los 360 grados se retira la probeta correspondiente y a partir de esta temperatura se recoge todo lo que destile en una sola; por último, cuando ya no destile sensiblemente nada, se da el ensayo por terminado, y si el residuo en el matraz fuese considerable, se le hace pasar, antes de que solidifique, a una pequeña caja de hoja de lata en forma muy plana. Si el resi-



duo fuese de pequeña importancia, no se puede realizar esto, porque quedaría todo adherido a las paredes del matraz.

Una vez terminada la destilación se dejan reposar las probetas a las temperaturas más cercanas posibles a los 15 grados, durante dos horas, pasadas las cuales se procede a leer el volumen del aceite en las que no tengan productos cristalizados, y en aquellas que los tengan y por la temperatura de fraccionamiento éstos deban ser naftalina, se separa ésta de los aceites haciéndolos escurrir a otras probetas y terminando la separación mediante pequeños filtros, dispuestos para filtración rápida con el auxilio de una trompa. Los aceites separados se vuelven a sus respectivas probetas y la naftalina recogida en los filtros se reúne toda, se funde y se vierte en otra probeta donde se leerá también su volumen. Análogamente se procederá con los aceites que contengan antraceno. Con los resultados así obtenidos se establece una nota de la destilación, la que por comparación con resultados obtenidos con aceites tipos, permitirá saber si el aceite ensayado responde o no a la clasificación que se le asigna.

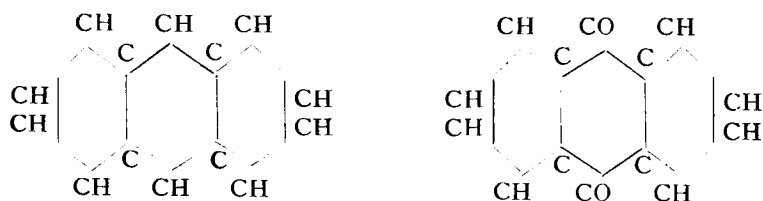
Durante la destilación hay que prestar la mayor atención al condensador entre las temperaturas 200 y 250 grados, que comprenden aquella a la que destila la naftalina, cuidando de calentar el tubo con un pequeño mechero cuya llama se pasa rápidamente a todo lo largo del mismo, para evitar que en él se solidifique la naftalina y produzca un peligroso taponamiento.

Se puede aplicar también cualquiera de los métodos que explicamos al tratar de los derivados del petróleo.

9. **Determinación del antraceno.**—Esta determinación sólo se realiza por lo común en el aceite pesado, y cuando, por cualquier circunstancia, se quiere realizar en un aceite de punto de ebullición más bajo conviene destilarlo antes,

fraccionándolo y conservando sólo la fracción 300 - 380 grados, para realizar la determinación.

El método de análisis, cuyo fundamento es debido a Luck y que modificado se emplea en las fábricas de Meister, Lucious & Bruning en Hochs-a-Main está basado en la oxidación del antraceno, que pasa así a la antraquinona.



la que se aísla y pesa como tal.

Para ello se toma una cantidad de aceite que contenga aproximadamente de 0,5 a un gramo de antraceno, vertiéndolo en un matraz provisto de condensador a reflujo e hirviendo en 45 centímetros cúbicos de ácido acético glacial. A la solución obtenida se añade, muy gradualmente, una mezcla de 15 gramos de ácido crómico disuelta en 10 centímetros cúbicos de ácido glacial y otros 10 de agua, haciendo hervir el conjunto durante dos horas y luego dejándolo reposar doce horas, después de lo cual se le vierte en 400 centímetros cúbicos de agua, dejando reposar de nuevo otras tres horas y filtrando.

La antraquinona se habrá precipitado y se recoge en el filtro, donde se la lava primero con agua, después con sosa diluida y caliente y finalmente con agua caliente; se le pasa a una cápsula, secándola a 100 grados y poniéndola después en digestión, con diez veces su peso de ácido sulfúrico fumante, que la disolverá. La solución se deja reposar doce horas en una atmósfera húmeda, después de lo cual se diluye con 200 centímetros cúbicos de agua, para precipitar la antraquinona, que se recoge en un filtro y que lavada como antes con agua, sosa diluida y agua, se seca a 100 grados y se pesa. El peso de las cenizas se deduce del peso

antes hallado de la antraquinona, obteniéndose así el verdadero peso que, multiplicado por 0,8558, dará el peso de antraceno contenido en la cantidad ensayada de aceite.

10. **Contenido de azufre.** — Para ello hay que recurrir a quemar el aceite, recogiendo los productos de la combustión en un medio oxidante, en el que se determina luego el azufre en forma de ácido sulfúrico. Se emplea para ello el aparato representado en la figura 19; L es una lámpara, de las empleadas para petróleo, que se carga con una cantidad

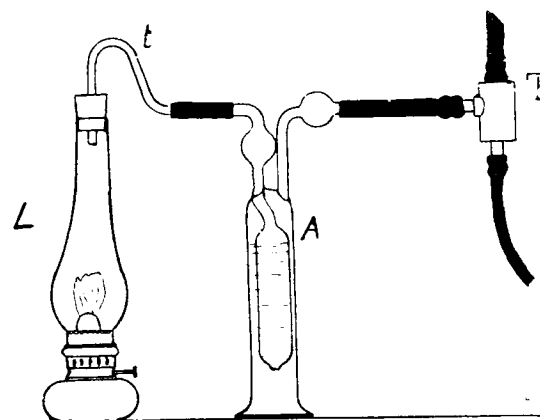


Figura 19.—Aparato para determinar el azufre en los aceites.

conocida del aceite a ensayar y cuyos productos de combustión pasan, por el tubo *t*, al lavador A, que contiene una solución de potasa y una pequeña cantidad de agua de bromo. Para facilitar el movimiento de gases en el aparato, el lavador está enlazado con una pequeña trompa T.

Se enciende la lámpara cargada con el aceite a ensayar y se la deja arder algunas horas, pues, dada la pequeña cantidad de azufre que suelen contener los aceites, precisa una duración considerable del ensayo para que sea apreciable la cantidad producida de SO_4H_2 . Terminada la combus-

ción se mide el volumen de aceite que aun queda, para determinar el quemado, por diferencia; el líquido del lavador se hace hervir, para expulsar el bromo en exceso y en él se precipita, como siempre, el sulfato bórico, que se lava, seca y pesa.

Con los aceites pesados, este método, tal como está descrito, presenta grandes dificultades, pues la considerable proporción que contiene de productos de punto alto de ebullición, hace que éstos al carbonizarse sobre la mecha la endurezcan, tapando sus poros e impidiendo la subida del aceite, ya difícil por sí a causa de su mucha viscosidad. Para aplicar el método con éxito a estos aceites, se los mezcla con una cierta cantidad de benzol exento de azufre, que le dará fluidez y evitará las dificultades antes expuestas.

Otro método para determinar el azufre en los aceites es dosificarlo en las aguas de lavado de la bomba calorimétrica, después de determinar el poder calorífico de los mismos. Para ello se seguirá el método que explicamos en el segundo grupo.

2.º—NAFTALINA

11. **Punto de fusión.**—Para su determinación se emplea el método de Shukoff (1), según el cual se emplea un vaso de vidrio de dobles paredes entre las cuales se ha hecho el vacío; se llena este vaso de naftalina, fundida y mantenida a una temperatura algo superior de su punto de fusión, y se sumerge en ella la bola de un termómetro, graduado en décimas de grado y mantenido por un corcho perforado colocado en la boca del vaso. Al ponerse en contacto el termómetro con la naftalina fundida, su bola se cubre instantáneamente de una ligera capa solidificada, que empaña el brillo del termómetro; capa que desaparecerá a los pocos

(1) *Chem. Zeit.*, 1901, pág. 1111.

momentos por fusión, tomándose como el punto buscado la temperatura que marque el termómetro cuando reaparece el brillo del mercurio. Este método es extremadamente exacto, no llegando a 0,1 las diferencias obtenidas por diferentes observadores.

Una buena naftalina comercial debe fundir entre 79º,6 y 79º,8.

12. **Contenido en aceites** —Se toman 50 gramos de naftalina que se colocan, en capa delgada, entre varias hojas de papel de filtro delgado, envuelto todo en otro papel de filtro y formando el conjunto un rectángulo de 10 × 7 centímetros. Este paquete se somete, a la temperatura ordinaria, a una presión de 150 atmósferas, después de lo cual se examinan los papeles entre los que se ha colocado. Una buena naftalina comercial, bien limpia de aceites, no deberá manchar más que una o dos hojas y éstas muy ligeramente, no siendo de recibo si la mancha de aceite llega al papel de la cubierta.

13. **Ensayo de sulfonación.**—Se toman cuatro gramos de la naftalina a examinar, calentándola al baño-maria con cuatro gramos de ácido sulfúrico puro concentrado hasta completa disolución; si la naftalina es comercialmente pura, la solución deberá ser clara con ligero color rosado, que sólo se oscurecerá cuando se la caliente a 180 grados.

Otros cuatro gramos se disuelven en 22 centímetros cúbicos del mismo ácido, calentándose al baño-maria y obteniéndose una solución como la anterior, de la que se toman 10 gramos que se diluyen con 25 centímetros cúbicos de agua y se llevan a 15 grados; se añaden gradualmente otros 25 centímetros cúbicos de agua que sólo deberá producir un ligero enturbiamiento si acaso.

14. **Permanencia de color.**—Se vierte un gramo de ácido nítrico puro no fumante en el fondo de un desecador y se coloca en éste un vidrio de reloj con la naftalina a examinar, después de lo cual se tapa el desecador. Si la naftalina no adquiere un color rosado al cabo de una hora, puede considerarse como buena, siendo muy buena si ese color no aparece al cabo de dos horas.

15. **Fenoles.**—Se determinan de manera análoga a la seguida en el benzol y los aceites, salvo que como la naftalina es sólida, el tratamiento con la lejía de sosa se realizará hirviendo en ella la naftalina.

16. **Determinación de la proporción de naftalina pura.** Para determinar la proporción de naftalina pura en los productos comerciales, se emplea el método de Kuster (1), según el cual se tratan unos gramos de dicho producto por una solución saturada de ácido pícrico, en un frasco en el que se hace un vacío parcial y que se calienta luego al baño-maria, siguiendo el mismo método que para determinar el contenido en naftalina de un gas.

17. **Otros ensayos.**—Los ensayos físicos de estos aceites se realizan como explicaremos al tratar de la fracción de aceites combustibles (fuel oil) derivados del petróleo.

(1) *Berl. Ber.*, 1894, pág. 1101.

Continuará.

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de abril de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla | 417.298 |
| Antracita..... | 2.385 |
| TOTAL..... | 419.683 |

Coque 10.121 toneladas.
 Aglomerados..... 12.091 —

Baleares

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.492 |

Cataluña

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 1.784 |
| Lignito..... | 10.303 |
| TOTAL..... | 12.087 |

Producción de coque: » toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 34.321 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 16.721 |
| Antracita..... | 10.959 |
| TOTAL..... | 27.680 |

Briquetas..... 3.961 toneladas.
 Coque..... 4.150 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 1.019 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 65.221 |
| Antracita..... | 19.295 |
| TOTAL..... | 84.516 |

Agglomerados 13.243 toneladas.
 Coque 109 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 19.052 |
| Antracita..... | 11.187 |
| TOTAL..... | 30.239 |

Agglomerados..... 14.587 toneladas.
 Coque..... » —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.797 |
| Coque de gas..... | 320 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 15.500 |
| Aglomerados de hulla... | 7.809 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 10.271 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.232 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla..... | 269 toneladas. |
|---------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|------------------|
| Coque..... | 30.100 toneladas |
| Aglomerados..... | 4.420 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | * |
| Lignito..... | 4.998 |
| TOTAL..... | 4.998 |

| | |
|-------------------|----------------|
| Aglomerados..... | 413 toneladas. |
| Coque de gas..... | 38 — |

Producción de combustibles durante los meses de enero a abril de 1931

| | Meses anteriores | Abril | TOTAL |
|------------------------|------------------|-----------|-----------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 157.781 | 43.826 | 201.607 |
| Hulla..... | 1.559.210 | 569.897 | 2.129.107 |
| Lignito..... | 95.277 | 30.880 | 126.157 |
| TOTAL..... | 1.812.268 | 644.603 | 2.456.871 |
| Coque metalúrgico..... | 161.797 | 52.070 | 213.867 |
| Aglomerados..... | 178.795 | 56.793 | 235.588 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a abril de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Abril | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|------------|------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero)... | 822.072 | 231.839 | 1.053.911 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 41.663 | 17.149 | 58.812 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 174.683 | 69.594 | 244.277 |
| Otros tipos..... | 158.478 | 48.414 | 206.892 |
| TOTAL..... | 1.196.896 | 366.996 | 1.563.892 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 7.702.995 | 2.591.936 | 10.294.931 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 1.478.237 | 546.981 | 2.025.218 |
| Gasolinas y similares..... | 199.903 | 68.004 | 267.907 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de abril de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|------------------------------------|------------------|
| Almería | 34.061 |
| Badajoz | 2.046 |
| Coruña (Galicia) | 76.161 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra | 1.401 |
| Granada-Málaga | 24.417 |
| Huelva | 12.928 |
| Jaén | » |
| Murcia | 3.903 |
| Oviedo | 3.617 |
| Santander | 30.771 |
| Sevilla | 7.871 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel | 24.051 |
| Vizcaya | 135.719 |
| Zaragoza | » |
| TOTAL | 356.946 |
| Meses anteriores | 919.117 |
| TOTAL A LA FECHA | 1.276.063 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona | » | 42 | » | » | » |
| Coruña | » | » | 668.000 | 594.000 | 709.000 |
| Guipúzcoa | 1.042 | 2.425 | » | » | » |
| Oviedo | 7.700 | 8.705 | » | » | » |
| Santander | 3.707 | 3.771 | » | » | » |
| Sevilla | » | » | » | » | » |
| Valencia | 9.756 | 14.396 | » | » | » |
| Vizcaya | 29.568 | 32.074 | » | » | » |
| TOTAL | 51.773 | 61.413 | 668.000 | 594.000 | 709.000 |
| Meses anteriores | 160.431 | 173.978 | 2.267.100 | 1.109.500 | 59.100 |
| T. A LA FECHA | 212.204 | 235.391 | 2.935.100 | 1.703.500 | 768.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|-------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería | » | » |
| Badajoz | » | » |
| Barcelona-Lérida | 198 | » |
| Ciudad Real | 476 | » |
| Córdoba | 53 | 205 |
| Guipúzcoa | 613 | » |
| Murcia | 2.105 | » |
| Oviedo | » | 664 |
| Santander | 6.462 | » |
| TOTAL | 9.907 | 869 |
| Meses anteriores | 29.032 | 2.636 |
| TOTAL A LA FECHA | 38.939 | 3.505 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL Toneladas | METAL | | | |
|-------------------|----------------------|------------------------|-------------------------|------------------------------|---------------------------|
| | | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba | » | » | » | 780.045 | » |
| Huelva | 266.732 | 1.509.271 | » | » | » |
| Murcia | » | » | » | » | » |
| Oviedo | » | » | 65.257 | 33.645 | » |
| Sevilla | 761 | » | » | » | 20.000 |
| TOTAL | 267.493 | 1.509.271 | 65.257 | 813.690 | 20.000 |
| Meses anteriores | 857.686 | 3.988.947 | 93.160 | 2.050.602 | 61.000 |
| T. FECHA | 1.125.179 | 5.498.218 | 158.417 | 2.864.292 | 81.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|-------------------------|--------------|
| Huelva | 952 |
| Oviedo | 88 |
| TOTAL | 1.040 |
| Meses anteriores | 3.311 |
| TOTAL A LA FECHA | 4.351 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|-------------------------------|-----------|-----------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 207 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona... | 339 | 142 |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 739 | » |
| Córdoba..... | 1.960 | 3.846 |
| Granada-Málaga..... | 136 | 1.251 |
| Guipúzcoa..... | 62 | 672 |
| Jaén..... | 4.543 | 897 |
| Murcia..... | 1.310 | 4.865 |
| Santander..... | 470 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 9.766 | 11.673 |
| Meses anteriores..... | 32.723 | 34.058 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 42.489 | 45.731 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|-----------------------|------------|
| | Kilogramos |
| Granada-Málaga..... | 750 |
| Jaén..... | » |
| Córdoba..... | 2.665 |
| TOTAL..... | 3.415 |
| Meses anteriores..... | 1.248 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 4.663 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se nombra Jefe del Distrito minero de Vizcaya a don Santiago Arechaga Bergareche.

Se nombra Jefe del Distrito minero de Sevilla a D. Antonio Benjumea Calderón.

Se nombra Ayudantes Principales del Cuerpo Auxiliar facultativo de Minas a los Sres. D. Luis Pancorbo Aragón y D. José Aramburu Luque.

Se nombra Subdirector del Instituto Geológico y Minero de España a D. Primitivo Hernández Sampelayo.

Se destina al Distrito minero de Palencia al Ingeniero 3.º D. Pedro Alonso Higuera Rojas.

Se destina al Distrito minero de Ciudad Real al Ingeniero 3.º D. Pedro Armendáriz Gurra.

Se concede el pase a supernumerario al Ingeniero 3.º D. Ramón Rey Moreno.

Se concede el ingreso como Ingeniero 3.º a D. Miguel Delgado Brackembury.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de mayo de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras

Concesiones mineras tituladas en el mes de mayo de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-------------|-------------------|-----------------------------------|----------------------|-------------------------|----------------------------|
| León..... | Igüña..... | Ampliación a Dos Amigos.... | Hulla..... | 5 | D. Isidro Parada Moreiras. |
| Lérida..... | Isona..... | Juan..... | Petróleo... | 303 | D. Germán García Nieto. |
| Lugo..... | Otero de Rey..... | Felisa..... | Hierro..... | 26 | D. Roberto Pedrosa Pérez. |
| Pontevedra. | Forcarey..... | Segunda Consuelo..... | Estaño..... | 77 | D. Antonio Garre Rex. |
| Idem..... | Idem..... | Providencia 3. ^a | Idem..... | 28 | Idem. |
| Valencia... | Bugarra..... | Cinco Hermanas..... | Sales alcalinas.. | 12 | D. José María Carpintero. |
| Idem..... | Liria..... | Serrador..... | Idem..... | 6 | » Matías Serrador Olana. |
| Vizcaya... | Dima..... | Montserrat..... | Espato de Islandia.. | 20 | D. Mariano Manau. |
| Idem..... | Idem..... | Dos Amigos..... | Idem..... | 20 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | La Loba..... | Idem..... | 77 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Pipo y Pipa..... | Idem..... | 154 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Falaguera..... | Idem..... | 20 | D. Ramón Puig Serra. |
| Idem..... | Idem..... | Joselino..... | Hierro..... | 103 | » Mariano Manau. |
| Idem..... | Idem..... | Providencia | Idem..... | 83 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Pam y Pipa..... | Idem..... | 51 | Idem. |

448

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero de las provincias de León, Lérida, Lugo, Pontevedra, Valencia y Vizcaya.
Igualmente se ha practicado la rectificación anual del catastro de minas en las provincias de Badajoz y Cáceres; Almería; León; Baleares; Guipúzcoa, Alava y Navarra; Madrid, Cuenca, Guadalupe, Segovia y Avila, y Santa Cruz de Tenerife.

(Catastro minero.)

449

Legislación

DIRECCIÓN GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

ESCUELA ESPECIAL DE INGENIEROS DE MINAS

Programas de las asignaturas mencionadas en los apartados primero, segundo y tercero del artículo 5.º del Reglamento de 16 de diciembre de 1921, que han de regir a partir de la convocatoria de ingreso de 1932. ("Gaceta" del 1 de mayo.)

MATEMÁTICAS

PRIMERA SECCIÓN

Magnitud.—Cantidad.—Magnitudes escalares y complejas.—Magnitudes absolutas y relativas, positivas y negativas.—Medida de las magnitudes lineales.—Número: Su concepto y denominaciones que toma.—Ideas sucintas sobre coordinación de conjuntos para establecer los conceptos de número natural y desigualdad.—Significado ordinal y cardinal del número.—Aritmética.—Numeración en el sistema decimal.

Operaciones fundamentales con números enteros.—Adición.—Leyes formales o propiedades de la adición (uniforme, conmutativa, asociativa, etc.).—Práctica de la adición.—Significado del cero en la adición.—Pruebas de la adición.—Substracción.—Propiedades de la substracción y teoremas relativos al cálculo con diferencias.—Prácticas de la substracción, complemento aritmético.—Primera ampliación del campo de los números: número negativo.—Multiplicación: Propiedades de la misma.—Práctica de la operación, número de cifras del producto y

prueba.—Métodos prácticos de multiplicación: Tablas.—División.—División entera.—Cocientes por defecto y por exceso.—Resto.—Propiedades.—Práctica de la división.—Teoremas referentes a la división.—Fórmulas aproximadas de división.—Alteraciones que experimentan los resultados de la multiplicación y división, según las que sufren los datos.—Abreviaciones en la multiplicación y división.

Divisibilidad numérica.—Criterios de divisibilidad.—Prueba de la multiplicación por nueve.—Máximo común divisor de dos o varios números.—Mínimo común múltiplo de dos o varios números.—Números primos.—Investigación y propiedades.—Aplicación de ellos a la divisibilidad, al m. c. d. y al m. c. m.—Factores simples y compuestos de un número.

El número fraccionario.—Su origen.—Alteraciones, simplificación y reducción a un común denominador.—Adición, substracción, multiplicación y división de fracciones ordinarias.—Fracciones decimales.—Operaciones fundamentales con las mismas.—Conversión de fracciones ordinarias en decimales e investigación de la fracción ordinaria generatriz de una decimal.—Expresión abreviada de números decimales.

Potenciación y radicación.—Potencias de los números enteros y fraccionarios.—Condiciones generales de potencialidad.—Cuadrado y cubo de una suma de dos números.—Caracteres de exclusión.—Extracción de la raíz cuadrada de un número entero o fraccionario en menos de una unidad.—Idem con una aproximación dada.—Aproximaciones sucesivas de la raíz cuadrada.—Cálculo aproximado de hipotenusas.

Fracciones continuas.—Desarrollo en fracción continua.—Reducidas sucesivas.

Ley de formación de las reducidas.—Error de las mismas.—Reducidas intercaladas.

Magnitudes y números inconmensurables.—Concepto

y origen.—Grado de precisión en las medidas.—Operaciones con números inconmensurables.

Cálculo de números aproximados y operaciones abreviadas.—Error absoluto de un número aproximado.—Cifras exactas.—Error relativo.—Cálculo con números decimales aproximados.—Límites de los errores en la suma, resta, multiplicación, división, potenciación y radicación.—Problema directo e inverso del cálculo de números aproximados.—Multiplicación y división abreviada.

Números concretos.—Sistema métrico decimal.—Antiguo sistema de pesas, medidas y monetario.—Equivalencias fundamentales.—Sistema C. G. S.—Operaciones con los números concretos.—Transformaciones y reglas para operar con los números concretos, principalmente en el sistema métrico.

Magnitudes y números proporcionales.—Razones y proporciones.—Proporcionalidad directa e inversa, esquemas de ellas y modos de reconocerlas.—Escalas.—Igualdades fraccionarias y proporciones.—Propiedades principales. Media aritmética, geométrica y armónica.—Regla de tres simple y compuesta.

Aritmética mercantil.—Interés simple y compuesto.—Descuentos.—Vencimiento común.—Fondos públicos, valores industriales y operaciones de Bolsa al contado y a plazos.—Regla de compañía.—Regla de aligación.—Regla de conjunta.

Algoritmo algebraico.—Expresiones y funciones algebraicas.—Su clasificación.—Valor numérico.—Gráfica de una función.—Operaciones con las formas enteras.—Adición, substracción, multiplicación y división de monomios y polinomios.—Casos particulares de división.—Regla de Ruffini.—Descomposición factorial de polinomios.—Polinomios idénticamente nulos y polinomios idénticos.—Potencias de monomios.—Fórmula de la potencia de binomio.—Triángulo de Tartaglia.

Formas fraccionarias.—Operaciones con las mismas.—Propiedades de las series de fracciones iguales o desiguales.—Potencias de exponente cero o negativo.—Operaciones con cantidades afectadas de exponentes negativos enteros.—Formas simbólicas fraccionarias con términos cero o infinito.

Radicales.—Valor aritmético y valores algebraicos de un radical.—Transformación de radicales.—Simplificación.—Multiplicación, división, elevación a potencias y extracción de raíces de los radicales.—Exponentes e índices fraccionarios.—Racionalización de denominadores.

Progresiones aritméticas y geométricas.—Expresión del término general e interpolación de medios.—Propiedades. Progresiones hipergeométricas.—Logaritmos.—Definición y concepto por la teoría de las progresiones y como operación inversa de la potenciación.—Base.—Propiedades generales.—Sistema de logaritmos.—Cambio de base.—Módulo.—Logaritmos decimales y neperianos.—Cálculo del número e.—Empleo de los logaritmos.—Construcción de una tabla de logaritmos vulgares.—Descripción y manejo de las de Callet o Schrön.—Cálculo logarítmico.—Teoría, descripción y manejo de la regla de cálculo.

Aplicación de la teoría de las progresiones y de los logaritmos a la resolución de los principales problemas de álgebra comercial (interés compuesto, anualidades, rentas vitalicias, seguros, etc.).—Resolución de la ecuación exponencial $a^x = b$.

Ecuaciones algebraicas de primero y segundo grado.—Igualdad, identidad y ecuación.—Transformaciones de una ecuación y de un sistema de ecuaciones.—Reducción a forma entera.—Resolución de la ecuación de primer grado con una incógnita, discusión de la fórmula e interpretación de los resultados.—Resolución de un sistema determinado de primer grado empleando los diferentes métodos de eliminación.—Eliminación gráfica.—Discusión de los valores

de las incógnitas.—Ecuaciones homogéneas.—Sistemas más que determinados.—Ecuaciones de condición.—Sistemas indeterminados.—Soluciones enteras en el caso de una ecuación con dos incógnitas.

Desigualdades.—Principios sobre ellas aislada o simultáneamente consideradas.—Inecuaciones.—Transformación y resolución de las de primer grado.

Ecuaciones de segundo grado.—Resolución y discusión. Regla de los signos de Descartes.—Variación del trinomio real de segundo grado.—Resolución nomográfica y con la regla de cálculo.

Resolución y discusión de la ecuación bicuadrada.—Transformación.

$$\sqrt{A \pm \sqrt{B}}$$

Sistemas determinados de ecuaciones de segundo grado.

Algoritmo combinatorio.—Arreglos o variaciones; su número y formación.—Permutaciones; número de ellas y formación ordenada.—Inversiones, permanencias y clase de una permutación.—Principio fundamental sobre las inversiones; sustituciones circulares.—Combinaciones; número, formación y propiedades.—Números combinatorios.

Algoritmo de determinantes.—Matrices.—Determinantes.—Transformaciones de un determinante.—Desarrollo y operaciones con los determinantes.—Determinantes especiales.—Aplicación de los determinantes a la resolución de un sistema de ecuaciones lineales, determinado no homogéneo, homogéneo, y de n ecuaciones con $n + 1$ incógnitas.

MATEMÁTICAS

SEGUNDA SECCIÓN

Espacios, volúmenes, superficies, líneas y puntos.

Línea recta, planos, ángulos, polígonos, triángulos, longitudes y distancias.

Propiedades de rectas, ángulos y triángulos.

Rectas paralelas; postulado de Euclides; propiedades de las paralelas y secantes.—Perpendiculares y oblicuas. Triángulos, cuadriláteros y polígonos en general; propiedades y relaciones entre sus elementos y rectas notables.

Círculo y circunferencia, arcos y líneas notables; propiedades y relaciones entre estos elementos.—Posiciones relativas de dos circunferencias.—Medida de ángulos.

Construcción de ángulos y de triángulos.—Trazado de paralelas y perpendiculares.—Problemas sobre tangentes.—Círculo inscrito y exinscrito.

Métodos generales para la resolución de problemas.

Desplazamiento de figuras, rotación, traslación.—Lugares geométricos.—Simetría de figuras.

Líneas proporcionales; división armónica, casos diversos.—Líneas proporcionales en el círculo.—Rectas antiparalelas.—Propiedades y aplicaciones.

Propiedades de los polígonos semejantes.

Relaciones métricas entre los diversos elementos de un triángulo.

Cuadrilátero inscriptible.

Problemas relativos a las líneas proporcionales.

Polígonos regulares convexos y estrellados; propiedades y problemas.

Medida de la circunferencia; medida de ángulos; unidades de medidas.

Signos.—Teoría de proyecciones.—Transversales.—Cuadrilátero completo.

Razón armónica y anarmónica, haces armónicos.—Igualdad, homotecia, homología y semejanza de figuras planas.—Polo y polar en el círculo.—Potencia de un punto con relación a un círculo.—Homografía e involución.—Ejes radicales.—Propiedades de las figuras inversas.—Aplicaciones de las teorías anteriores.

Áreas de figuras limitadas por rectas, arcos de circunferencia o combinación de ambas.—Comparación de áreas.—Problemas diversos.—Áreas de figuras curvilíneas; fórmulas de Simpson y de Porcelet.—Máximos y mínimos de figuras planas.

Posiciones relativas de rectas y planos en el espacio; ángulos que forman.

Paralelismo y perpendicularidad entre rectas, planos y entre rectas y planos; propiedades.—Distancias entre rectas y entre rectas y planos.—Proyecciones de rectas sobre planos.—Ángulos diedros; medidas; líneas de máxima pendiente.—Ángulos poliedros; diedros suplementarios; simetría, igualdad y semejanza de diedros.

Cuadrilátero alabeado.—Relación anarmónica de cuatro planos.—Proyección central o perspectiva.

Poliedros en general, prismas, pirámides, tetraedro regular; propiedades, secciones, área lateral y volúmenes.

Figuras simétricas; propiedades.—Poliedros semejantes.—Propiedades de los poliedros convexos; teorema de Euler; igualdad y semejanza de poliedros.

Proyección de un área plana.—Centro de gravedad, homología; aplicaciones.

Superficies curvas, alabeadas, regladas y desarrollables.—Cuerpos de revolución, cilindro, cono, esfera; secciones, áreas, volúmenes, tangentes, intersecciones, figuras inscritas y circunscritas.

Geometría sobre la esfera.—Propiedades de los triángulos.—Figuras polares.—Trazados diversos sobre la esfera.

Áreas y volúmenes engendrados por la rotación de figu-

ras alrededor de un eje situado en su plano.—Áreas de las figuras trazadas sobre la esfera.

Superficies en general.—Superficies de revolución; secciones, áreas, volúmenes; normales y planos tangentes.—Sección antiparalela del cono oblicuo de base circular.

Máximo de figuras.—Poliedros regulares convexos.—Igualdad, simetría, semejanza, homotecia, homografía y homología de figuras en el espacio.—Polo y plano polar con relación a la esfera.—Figuras inversas.—Proyección estereográfica; propiedades.

Definición y trazado de la elipse, hipérbola y parábola.—Proyección de una circunferencia sobre un plano cualquiera.—Hélice.

Representación diédrica de las figuras en el espacio; proyecciones ortogonales, oblicuas y polares; perspectiva caballera.

Círculo trigonométrico; arcos, ángulos, funciones circulares directas e inversas.—Variaciones y límites de las líneas trigonométricas; relaciones entre las pertenecientes al mismo ángulo, a ángulos complementarios y suplementarios.

Proyecciones.—Funciones trigonométricas de la suma y diferencia de arcos, de arcos múltiplos y submúltiplos.—Restablecimiento del radio.—Sumas y diferencias de líneas trigonométricas y de sus cuadrados.

Tablas de líneas naturales.—Tablas de logaritmos de funciones trigonométricas.—Regla de cálculo.

Preparación de expresiones para el cálculo logarítmico; empleo de ángulos auxiliares.—Ecuaciones trigonométricas.

Resolución de triángulos rectilíneos; relaciones de sus elementos con las bisectrices, alturas, etc.—Áreas.—Problemas diversos: problemas de la carta.

Estudio de las cantidades imaginarias bajo su forma binómica y factorial; representación gráfica.—Operaciones

fundamentales con las cantidades complejas; interpretación geométrica. — Resolución trigonométrica de la ecuación binomia. — Ecuaciones reducibles a la de segundo grado.

M A T E M Á T I C A S

TERCERA SECCIÓN

Coordenadas. — Coordenadas de un punto sobre una línea, sobre una superficie y en el espacio. — Sistemas cartesianos, polar y cilíndrico. — Coordenadas de una dirección; parámetros y cosenos directores. — Diversos modos de determinar una recta. — Centro de distancias proporcionales. — Modo de determinar una figura cualquiera. — Ecuaciones de una curva y de una superficie.

Transformación de coordenadas en el plano. — Caso general y particulares. — Paso del sistema cartesiano al polar y viceversa. — Transformación de coordenadas en el espacio. — Paso de un sistema rectangular a otro polar o cilíndrico e inversamente. — Traslación paralela de ejes rectangulares.

Vectores. — Notaciones; clasificación; rotaciones. — Vectores libres; suma y diferencia; proyecciones; producto escalar; producto vectorial. — Vectores deslizantes; determinación y momentos.

Recta en el plano. — Diversas formas de la ecuación de la recta. — Significación de los coeficientes. — Construcción de una recta dada su ecuación. — Ecuación general de las rectas que pasan por un punto y de la recta que pasa por dos puntos. — Intersección de dos rectas. — Distancia entre dos puntos. — Ángulo de dos rectas; condiciones de paralelismo y perpendicularidad. — Distancia de un punto a una recta. — Idea de lo que es un gráfico lineal. — Ecuación de la recta en coordenadas polares.

Recta y plano en el espacio. — Diversas formas de la

ecuación del plano. — Significación de los coeficientes. — Ecuación general de los planos que pasan por uno y por dos puntos. — Plano que pasa por tres puntos dados. — Ecuación de los planos que contienen una recta dada. — Intersección y ángulo de dos planos. — Ecuaciones de una recta. — Distancia entre dos puntos. — Distancia de un punto a un plano. — Ecuación de la normal a un plano. — Ángulo de una recta y un plano.

Variables y funciones. — Clasificación de las funciones, según los diferentes aspectos bajo los cuales se consideren. Cantidades finitas; infinitamente grandes e infinitamente pequeñas. — Representación geométrica de las funciones de una y de dos variables independientes; método de las curvas de nivel para el segundo caso. — Orden de una curva algebraica. — Representación de las principales funciones elementales.

Determinación de la ecuación de una curva definida por sus propiedades geométricas. — Circunferencia, cónicas, lemniscata y concoides en coordenadas rectangulares y polares; cicloide, epicicloide, hipocicloide y evolvente de círculo en coordenadas rectangulares; y curvas espirales en polares. — Ecuaciones paramétricas. — Intersección de dos curvas planas.

Continuidad de variables y funciones. — Breve idea de las causas por las cuales se pierde la continuidad. — Reconocimiento de la continuidad. — Principios generales sobre continuidad de funciones. — Continuidad de las funciones de función, de las funciones compuestas y de las funciones de más de una variable independiente. — Estudio particular de las funciones elementales.

Límite de una variable. — Principios relativos a la existencia de un límite; principio general de convergencia. — Límite de los resultados operativos con cantidades variables. — Límites más notables.

Series. — Condición necesaria de convergencia. — Crite-

rio general de convergencia.—Series alternadas.—Series de términos positivos.—Comparación de series de términos positivos.—Principales criterios de convergencia.—Limite del error cometido en una serie al detenerse en un término; cuestión recíproca.

Método infinitesimal u operación de tomar límites.—Clasificación de los infinitamente pequeños en órdenes.—Infinitésimos sustituibles o equivalentes.—Suma de infinito número de sumandos infinitésimos.—Ejemplos geométricos de infinitésimos.

Incremento, derivada y diferencial; notaciones diversas.—Interpretación geométrica de estos elementos en las funciones de una variable.—Algunos significados físicos de la derivada.—Derivación de las funciones explícitas de una variable.—Derivadas y diferenciales de las funciones de funciones y de las funciones compuestas.—Derivadas y diferenciales de las funciones inversas.—Derivación de las funciones elementales, de las funciones trigonométricas directas e inversas y de las funciones hiperbólicas directas e inversas.

Propiedades de la derivada.—Relación entre el crecimiento de una función y el signo y valor de la derivada.—Teorema de Rolle y fórmulas de Lagrange y Cauchy; interpretación geométrica y consecuencias.—Derivación gráfica de funciones.—Incrementos, derivadas y diferenciales sucesivas de funciones explícitas de una variable independiente.—Fórmula de Leibnitz.—Diferenciales sucesivas de las funciones compuestas.—Derivadas parciales en funciones de varias variables independientes; diferenciales e incrementos parciales y totales; representación geométrica de estos elementos en funciones de dos variables independientes.—Derivadas parciales sucesivas y diferenciales parciales y totales sucesivas en funciones de varias variables independientes.—Derivadas y diferenciales de las funciones implícitas.

Aplicaciones analíticas de las derivadas.—Fórmula de Taylor aplicada a las funciones de una o varias variables.—Expresiones del resto.—Fórmula de Mac-Laurin.—Aplicación al binomio y a las funciones exponencial y circulares.—Desarrollo en serie mediante la serie derivada; aplicación a $1/(1+x)$, etc.—Cambio de variables.—Verdadero valor de las formas indeterminadas.—Máximos y mínimos de funciones explícitas e implícitas de una variable y de funciones de varias variables.

Teoría general de ecuaciones.—Teorema fundamental de la teoría de ecuaciones.—Forma y número de las raíces. Relaciones entre los coeficientes y las raíces de una ecuación algebraica.—Variaciones de la función algebraica.—Variaciones de la función algebraica racional y entera de grado m variando x de manera continua.—Aplicación al estudio de las raíces reales de una ecuación numérica.—Teorema de Descartes y sus consecuencias.—Transformación de ecuaciones; cuestiones diversas.—Raíces múltiples de una ecuación algebraica.—Acotación de las raíces reales de una ecuación numérica; reglas diferentes para ello.—Cálculo de las raíces enteras y de las fraccionarias.—Separación de las raíces inconmensurables.—Teorema de Sturm. Aproximación por los métodos de Lagrange, Newton y Gräffe.—Raíces imaginarias.—Ecuaciones transcendentales. Métodos gráficos.

Diferencias sucesivas.—Fórmulas de interpolación.—Interpolación lineal.—Fórmulas de Newton y Lagrange.—Ajuste por mínimos cuadrados.

Teoría de las curvas y superficies.—Tangentes y normales a las curvas planas.—Subtangentes y subnormal.—Diferencial del arco de curva plana.—Angulo de dos tangentes consecutivas.—Convexidad, concavidad e inflexiones.—Asintotas y ramas parabólicas.—Condición de tangencia de dos curvas.—Ecuaciones que representan un sistema de rectas concurrentes.—Construcción de curvas de las

formas $y = f(x)$; $X = \varphi(T)$; $y = \psi(T)$ en coordenadas rectangulares.— Simetrías y construcción de curvas de la forma $\lambda = \rho(\omega)$ en coordenadas polares.

Cónicas.—Su clasificación y diferentes géneros.—Centro, polo y polar; diámetros y ejes.—Ecuaciones reducidas de una cónica.—Elipse e hipérbola referida a sus ejes.—Parábola referida a su eje y a la tangente en el vértice.—Propiedades principales y construcción gráfica de las curvas y sus tangentes.

Otras curvas usuales.—Propiedades principales y trazo de las curvas espirales, cicloide, epicloide y evolvente de círculo.—Propiedades de la catenaria.

Funciones periódicas.—Estudio especial de las funciones periódicas sinusoidales.—Representación sinusoidal por vectores giratorios y simbólicamente por complejas.—Operaciones con funciones sinusoidales del mismo periodo.—Sistemas polifásicos simétricos.—Descomposición de funciones en armónicos.

Estudio gráfico analítico de la variación de las funciones:

$$y = e^{-x^2}; y = \frac{\operatorname{sen} x}{x}; y = \frac{\operatorname{sen}^2 x}{x^2}; y = \operatorname{sen}^2 x; y = e^{-mx} \operatorname{sen} x.$$

Curvatura.—Círculo de curvatura u osculador.—Determinación de las coordenadas del centro de curvatura.—Contacto de curvas; curvas osculatrices.—Radio de curvatura de las cónicas y de la cicloide.—Radio de curvatura en coordenadas polares.

Evolutas y envolventes.—Aplicación a la elipse, parábola, cicloide y evolvente de círculo.—Envolventes e involutas.

Tangente y plano normal a las curvas alabeadas.—Longitud de un arco de curva alabeada.—Diferencial del arco.—Cosenos directores de la tangente a una curva.—Plano y cálculo osculador.—Curvatura y radio de curvatura.

ra.—Direcciones principales.—Segunda curvatura; radio de torsión.—Aplicación a la hélice cilíndrica circular.

Superficies de revolución; su ecuación conociendo la del eje y la de la generatriz; superficie de revolución alrededor del eje OZ.—Superficies cilíndricas.—Superficies cónicas.—Esfera.

Superficies desarrollables; su ecuación conociendo la de la arista de retroceso.

Superficies alabeadas.—Conoides.—Helicoide alabeado de plano director.

Plano tangente a una superficie.—Normal y plano normal.—Curvatura de superficies.—Teorema de Neunier.—Indicatriz.—Teorema de Euler.

Cuádricas en coordenadas rectangulares y referidas a sus ejes.—Propiedades principales.

Cálculo integral.—Integral indefinida o función primitiva.—Procedimiento de integración por descomposición, sustitución y por partes.—Integración de funciones algebraicas racionales.—Descomposición de una fracción en fracciones simples.—Integración de expresiones fraccionarias.—Integración de funciones algebraicas irracionales.—Integración de diferenciales binomias; condiciones de integración.—Integración de funciones trascendentes: logarítmicas, exponenciales y circulares directas e inversas.—Integración de funciones de varias variables independientes.

Integral definida.—Paso de la integral indefinida a la definida.

Integración bajo el signo integral o integrales dobles y diferenciación bajo el signo integral.

Integración aproximada.—Integración numérica por la fórmula de Simson y por series.—Integración gráfica.—Integración mecánica.

Aplicaciones geométricas del cálculo integral.—Rectificación de curvas planas y alabeadas; aplicación a las cóni-

cas, catenaria, cicloide, evolvente de círculo y hélice cilíndrica de base circular.—Cuadraturas en coordenadas rectangulares y polares; aplicación a las cónicas, cicloide y espiral de Arquímedes.—Área de las superficies curvas y de las superficies de revolución; aplicación al elipsoide y a la esfera.—Volúmenes; aplicación al elipsoide.—Volumen de los cuerpos de revolución; aplicación al anillo circular.—Cubicaciones que pueden obtenerse por una sola integración.

Integración de ecuaciones diferenciales.—Generalidades; familias de curvas y existencia de la integral en las ecuaciones de primer orden.—Integral particular, general y singular.

Tipos elementales de ecuaciones de primer orden integrables por cuadratura.—Ecuaciones generales de primer orden; existencia del factor de integración.—Integrales singulares de las ecuaciones de primer orden.—Métodos aproximados.—Ecuaciones diferenciales de primer orden y grado superior al primero.

Ecuaciones diferenciales de segundo orden; existencia de la integral.—Tipo sencillo de ecuaciones incompletas.—Ecuaciones lineales de coeficientes constantes sin segundo y con segundo miembro.

Cálculo de probabilidades.—Teorema de Bernoulli.

Madrid, 23 de abril de 1931.—El Director, *Francisco Gómez Rojas*.

MINISTERIO DE FOMENTO

Orden disponiendo que en el actual mes de mayo rijan los mismos precios vigentes en el de abril para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo. (“Gaceta” del 2.)

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de mayo rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, efectuada por dicho organismo, los mismos precios vigentes en el mes de abril actual, o sean los establecidos por Real orden de 31 de marzo último. (*Gaceta* de 1.º del corriente).

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 29 de abril de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Convocando oposiciones para cubrir seis plazas de Capataces facultativos en el Cuerpo auxiliar de Minas. (“Gaceta” del 13.)

Ilmo. Sr.: Este Ministerio ha resuelto convocar a oposición entre Capataces facultativos de Minas, para la provisión de seis plazas en el Cuerpo Auxiliar de Minas, con la categoría de Ayudantes primeros y sueldo anual de 5.000 pesetas, con arreglo al Decreto de 17 de junio de 1925 y con sujeción al programa publicado en la *Gaceta* de 18 de marzo de 1926, y que se reproduce a continuación.

Los aspirantes que deseen tomar parte en esta oposición han de tener cumplidos los veinte años de edad y no exceder de los cincuenta en la fecha de esta convocatoria.

Los opositores presentarán en el Negociado de Personal de la Dirección general de Minas y Combustibles instancia dirigida al Director de la misma, acompañada de los documentos siguientes:

Cédula personal del interesado.

Partida de nacimiento legalizada.

Certificado de buena conducta expedido por el Alcalde de donde resida el interesado.

Certificado de antecedentes penales.

Una fotografía del interesado (tamaño carnet).

Certificado de un Médico que pertenezca al Cuerpo de Sanidad civil que tenga residencia oficial en la localidad, y si no existiera de tal clase, por un Médico titular de función oficial del Estado, Provincia o Municipio, en el que se acredite que el opositor no tiene defecto físico que le impida la práctica del servicio propio de Auxiliar facultativo de Minas.

Los opositores abonarán en el acto de la presentación de los referidos documentos la cantidad de 50 pesetas como derechos de examen.

Los aspirantes deberán acreditar su calidad de Capataces facultativos de Minas acompañando el Título oficial o certificación de haber hecho los pagos legales para su obtención, o copia notarial de dicho Título.

La instancia y documentación ha de presentarse en el plazo comprendido desde el anuncio en la *Gaceta* de esta convocatoria hasta las trece horas del día 1.º de julio del corriente año.

El día 18 de julio del año actual se verificará en el Ministerio de Fomento el sorteo para determinar el número de orden en que han de ser llamados los solicitantes a los ejercicios de oposición, publicándose las listas de éstos y cuantos anuncios puedan interesar a los mismos, en el tablón de anuncios del Negociado de Personal de la Dirección general de Minas y Combustibles.

Las oposiciones comenzarán el día 1.º de septiembre del presente año, y se verificarán en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, ante el Tribunal que se constituirá oportunamente, publicándose su designación en la *Gaceta de Madrid*.

Dicho Tribunal dispondrá los ejercicios correspondientes a las materias que comprende el programa, cuyos ejercicios serán eliminatorios.

Terminadas las oposiciones el Tribunal elevará al Ministro la relación, formulada por orden riguroso de calificación, de los seis opositores que deban ocupar las plazas anunciadas, sin que pueda por ningún concepto ampliar su propuesta de dicho número.

Si por haber solicitado el reingreso en el Cuerpo de Auxiliares algún supernumerario, o por cualquier otra circunstancia, al terminar las oposiciones el número de Auxiliares a destinar fuera inferior a las seis plazas objeto de esta convocatoria, serán destinados los opositores por orden riguroso de calificación, quedando los restantes con derecho a ir ocupando las primeras vacantes que ocurran en el orden que hayan sido propuestos.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 4 de mayo de 1931.—El Subsecretario,
F. Gordón Ordás.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

PROGRAMA QUE HA DE REGIR

EN LAS OPOSICIONES CONVOCADAS PARA PROVEER SEIS PLAZAS
DEL CUERPO AUXILIAR DE MINAS

Debiendo cubrirse las vacantes que se produzcan en el Cuerpo Auxiliar de Minas mediante oposición entre Capataces facultativos de Minas, de conformidad con lo dispuesto en el Decreto de 17 de junio de 1925.

Este Ministerio se ha servido disponer, por Orden de 28

de febrero de 1926, se apruebe el programa formulado por el Consejo de Minería que a continuación se publica.

La oposición para el ingreso en el Cuerpo de Auxiliares de Minas que se celebre entre los Capataces facultativos con título de cualquiera de las Escuelas será práctico exclusivamente, respondiendo los ejercicios a la extensión del programa detallado de las asignaturas que sirvieron para los exámenes de los aspirantes a ingreso de dicho Cuerpo de Auxiliares en 1901, publicado en la *Gaceta* de 12 de noviembre de 1901, aumentado con ejercicios sobre tramitación de registros mineros:

- 1.º Escritura al dictado con buena letra y ortografía.
- 2.º Rotulación, dibujo lineal y topográfico, expresando la altimetría con curvas de nivel.
- 3.º Aritmética.—Ejercicios sobre el sistema decimal, proporciones y regla de tres.
- 4.º Álgebra.—Ejercicios sobre logaritmos, resolución de ecuaciones de primer grado de una o más incógnitas. Manejo de la regla de cálculo.
- 5.º Geometría.—Ejercicios sobre áreas y volúmenes.
- 6.º Trigonometría.—Ejercicios sobre manejos de tablas de líneas trigonométricas naturales y de tablas logarítmicas. Resolución de triángulos rectilíneos.
- 7.º Topografía.—Lectura de aparatos de división y nonius distintos. Ejercicios de gabinete de cálculo de coordenadas y representación gráfica de itinerarios con rumbos o por ángulos, manejando las tablas de líneas naturales. Problema sobre orientación magnética de un grupo minero cuyas concesiones fueron demarcadas con distintas declinaciones.
- 8.º Levantamiento de un plano de itinerario, radiación o triangulación determinando las cotas de diferentes puntos en la extensión y detalle que el Tribunal determine y en el lugar que éste fije. Representación gráfica de estos levantamientos. (En lo que respecta a triangulaciones y

problemas que en ella se presenten, ha de tenerse en cuenta la extensión con que son tratadas en la obra de Suárez Inclán.)

9.º Ejercicios sobre el terreno de nivelación, curvas de nivelación y perfiles, manejando el nivel de anteojo.

10. Legislación de Minas.—Ejercicios prácticos sobre tramitación de registros mineros.

Los aspirantes han de presentarse provistos de papel y demás útiles de dibujo, así como tablas de logaritmos con siete cifras decimales y tablas de líneas naturales con cinco cifras.

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

ESCUELA ESPECIAL DE INGENIEROS DE MINAS

Anunciando a concurso la provisión de la Cátedra de Química analítica y Docimasia. (“Gaceta” del 20.)

Personal.

Habiendo de quedar vacante, el 30 de septiembre próximo, en esta Escuela, la Cátedra de Química analítica y Docimasia, por ascenso a Inspector general del Profesor que actualmente la desempeña, se anuncia concurso para la provisión de la misma entre Ingenieros Jefes y subalternos pertenecientes al Cuerpo de Minas, ya estén en servicio activo o en situación de supernumerarios, de acuerdo con lo que dispone el artículo 70 del Reglamento vigente.

Las solicitudes, dirigidas al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, se presentarán en la Secretaría de la misma los días laborables, de diez a doce de la mañana, acompañando los documentos y justificantes de los distintos méritos que puedan alegar.

El plazo de admisión de las solicitudes será de treinta

días naturales, a contar del siguiente al de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*.

Madrid 13 de mayo de 1931.—El Director, *Francisco Gómez Rojas*.

Orden declarando disuelto el Comité Nacional de Sondeos y que todos sus servicios pasen íntegramente al Instituto Geológico y Minero de España. (“Gaceta” del 28.)

Ilmo. Sr.: Creado el Comité Nacional de Sondeos por Real orden de 5 de diciembre de 1927 y reglamentado su funcionamiento por otro precepto de idéntica categoría, fecha 12 de junio de 1928, la práctica ha demostrado que su creación no respondía a una verdadera necesidad nacional que justifique su persistencia, ya que las atribuciones al mismo conferidas determinan una duplicidad evidente con respecto a las que tiene a su cargo el Instituto Geológico y Minero de España, donde, según el artículo 68 de su privativo Reglamento, radica la Oficina permanente que haya de relacionarse con los Comités Nacionales de Sondeos de los diferentes países. Ello sugiere la precisión de reintegrar al mencionado Instituto en todas sus funciones y estructurar de esta suerte, con uniformidad absoluta, la regulación de un tan importante Centro.

En atención a cuanto antecede, este Ministerio ha dispuesto que, a partir de esta fecha, quede disuelto el Comité Nacional de Sondeos y que todo el servicio que asumía pase íntegramente al Instituto Geológico y Minero de España, donde legal y prácticamente debe subsistir.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y el de todos los organismos y autoridades a quienes interesa esta disposición.—Madrid, 18 de mayo de 1931.—*Alvaro de Albornoz*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Orden disponiendo que durante el próximo mes de junio rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes actual. (“Gaceta” del 30.)

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de junio rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, efectuada por dicho organismo, los mismos precios vigentes en el mes de mayo actual, o sean los establecidos por Real orden de 31 de marzo del corriente año. (*Gaceta* de 1.º de abril siguiente.)

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 28 de mayo de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayo y caracterización de los aceites y grasas industriales, por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villegas.....</i> | 363 — |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de abril de 1931 | 440 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a abril de 1931 | 443 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a abril de 1931 | 443 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de abril de 1931..... | 444 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 447 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de mayo de 1931..... | 448 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Escuela Especial de Ingenieros de Minas.—Programas de las asignaturas mencionadas en los apartados primero, segundo y tercero del artículo 5.º del Reglamento de 16 de diciembre de 1921, que han de regir a partir de la convocatoria de ingreso de 1932..... | 450 |

| | <u>Páginas</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Ministerio de Fomento.—Orden disponiendo que en el actual mes de mayo rijan los mismos precios vigentes en el mes de abril para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo .. | 465 |
| Convocando oposiciones para cubrir seis plazas de Capataces facultativos en el Cuerpo auxiliar de Minas. | 465 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Escuela Especial de Ingenieros de Minas.—Anunciando a concurso la provisión de la Cátedra de Química analítica y Docimasia..... | 469 |
| Orden declarando disuelto el Comité Nacional de Sondeos y que todos sus servicios pasen íntegramente al Instituto Geológico y Minero de España | 470 |
| Orden disponiendo que durante el próximo mes de junio rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes actual | 471 |

**Boletín Oficial de Minas, Metalurgia
y Combustibles**



BOLETÍN OFICIAL
— DE —
**MINAS, METALURGIA
Y COMBUSTIBLES**

FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE



**ENSAYO Y CARACTERIZACION DE ACEITES
Y GRASAS INDUSTRIALES**

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. LUIS TORÓN VILLEGAS

(Continuación)

**SEGUNDO GRUPO
ACEITES DERIVADOS DE LOS PETRÓLEOS**

CAPITULO PRIMERO

PETRÓLEO BRUTO

a) *Ensayos químicos.*

1. Determinación del agua y de los sedimentos:
Método rápido
Método lento.
Métodos oficiales inglés y americano.
2. Determinación del azufre:
Métodos rápidos aproximados.
Método de la bomba calorimétrica.
3. Determinación de la parafina:
Método alemán.
Método inglés.
4. Determinación del asfalteno.
5. Análisis elemental:

- Carbono e hidrógeno.
- Nitrógeno.
- Oxígeno.
- 6. Ensayo de carbonización.
- 7. Otros ensayos químicos:
 - Reacción de la formolita.
 - Ensayo por el SO₂.

b) *Ensayos físicos.*

1. Determinación de la densidad.
2. Color, olor y fluorescencia.
3. Viscosidad.
4. Punto de congelación.
5. Determinación del coeficiente de expansión.
6. Determinación del calor de vaporización.
7. Poder calorífico.
8. Puntos de inflamación y de ignición.
9. Ensayo por destilación:
 - Método original de Engler.
 - Método de Engler-Ubbelohde.
 - Método de Allan-Jacobs.
 - Método de Rittman-Dean.
 - Método de la I. P. T.

* * *

Estudiaremos separadamente en este capítulo las determinaciones de carácter químico y las de carácter físico.

a) ENSAYOS QUIMICOS

1. **Determinación del agua y de los sedimentos.**—Este ensayo, cuya importancia es muy grande, como no se ocultará a nadie, por la necesidad de saber la verdadera cantidad de petróleo bruto contenido en un depósito, se puede realizar de diversas maneras, entre las cuales citaremos un método rápido y otro menos rápido pero más seguro.

El método rápido, en el cual se determinan no solamente el agua sino también los sedimentos (designados por los americanos por las letras B. S. o iniciales de Bottom Settlings), consiste en tomar una cierta cantidad de petróleo bruto, diluyéndolo con un volumen igual de gasolina o cual-

quier otro disolvente apropiado, y someterlo a la acción de la fuerza centrífuga, en uno cualquiera de los tan conocidos aparatos de centrifugación empleados en los laboratorios, movidos a mano, por fuerza eléctrica o por una pequeña turbina hidráulica y empleando tubos de los que tienen su extremo cerrado estrechado, con el fin de facilitar la apreciación del agua y de los sedimentos. La duración del centrifugado será de unos veinte minutos, al cabo de los cuales se para la centrifuga y se lee rápidamente el volumen de agua y sedimentos, acumulados como más densos en la parte estrechada de los tubos; de este volumen, y refiriéndose al volumen inicial de aceite, se deducirá el porcentaje de dichas sustancias, es decir de agua y B. S., contenido en el petróleo examinado.

En el otro método, o sea el lento y más exacto, se emplea un matraz de destilación de 250 centímetros cúbicos con el tubo de desprendimiento situado a la mitad de altura del cuello; en él se toman 200 centímetros cúbicos del petróleo bruto y, cubriendo con papel de amianto el cuello y la parte superior del matraz, se coloca éste en un baño de arena y se conecta el tubo de salida con un condensador del tipo corriente, colocando bajo el extremo libre de éste una probeta graduada de forma especial (fig. 20), y se empieza a calentar el baño de arena, mediante un mechero, teniendo cuidado de colocar en el interior del matraz, para facilitar la ebullición, unos fragmentos de porcelana o de pómez. El caldeo se debe conducir de manera rápida al principio, hasta que empiece a aparecer el agua, regulándolo entonces para evitar los sobresaltos violentos y continuando hasta que todo sobresalto haya desaparecido y la ebullición sea tranquila. Se apagará en-

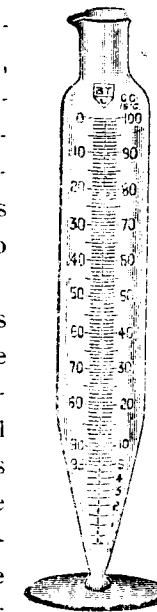


Fig. 20.—Probeta para determinar el agua.

tonces el mechero y se retirará la probeta graduada, que se dejará en reposo, para que toda el agua se deposite en la parte inferior y, con el fin de favorecer esto, se añaden unas gotas de una disolución concentrada de asfalto en benceno y se golpea suavemente la probeta hasta que todas las gotas de agua, que se observen adheridas a las paredes atraviesen totalmente la capa de aceite oscurecido y se reúnan en el fondo, leyendo en la porción graduada del mismo el volumen ocupado, de donde se deducirá el porcentaje de agua contenido en el petróleo.

En ocasiones, algunos petróleos se presentan tan emulsificados con agua, que la determinación de ésta por el método que acabamos de describir se hace muy difícil, porque al intentar la destilación se pueden producir fácilmente hinchamientos y arrastres. En estos casos se recomienda (1) la dilución del petróleo bruto con un volumen conocido de gasolina, benceno, tolueno, o con una mezcla de 80 por 100 de xileno y 20 por 100 de benceno, sometiendo después el conjunto a la destilación como acabamos de explicar.

Los dos métodos, rápido y lento, que hemos descrito al principio de este número han sido objeto modernamente de modificaciones y perfeccionamientos, convirtiéndose en los métodos patrones establecidos por el Gobierno americano, la A. S. T. M. y la Institution of Petroleum Technologists (2), que son los siguientes:

a) Tratándose de determinar solamente el agua, se empleará preferentemente el método por destilación empleando el aparato de Dean y Stark (B. M. número 300.12—A. S. T. M. D. 95-28—I. P. T. F. O. 14) que representamos en la figura 21 y que consiste, como se ve en la misma, en un matraz de destilación de fondo esférico y cuello corto, de una capacidad de 500 centímetros cúbicos, hecho de cobre o

(1) DEAN Y STARK.—*J. Ind. Eng. Chem.*, 1920, pág. 486.

(2) U. S. Bureau of Mines. *Technical Paper*, 323 B, y *Standard Methods of Testing Petroleum and its Products*, I. P. T., 1929.

de vidrio bien templado; un condensador a reflujo con circulación de agua y un tubo especial de la forma y dimensiones indicadas, que sirve de receptor del destilado y de medidor, para lo cual está graduado de 0 a 10 mililitros con divisiones cada 0,1 mililitro (1). Para operar se miden exactamente 100 mililitros del petróleo, transvasándolos al matraz de destilación y lavando por dos veces la probeta graduada, en la que se realiza la medida, con 50 mililitros de gasolina, dejando después de cada caso escurrir la probeta en el matraz, agitando después éste para mezclar bien el petróleo y la gasolina e introduciendo en su interior un trozo de porcelana porosa o de pómez, para facilitar la ebullición; se acoplará entonces el aparato, valiéndose de tapones de corcho compacto, y se empieza a calentar cerrando antes el extremo superior del condensador a reflujo con un trozo flojo de algodón, con el fin de evitar que se condense en él alguna porción de la humedad atmosférica; el caldeo se regulará de manera que se vea caer del extremo inferior del refrigerante a reflujo de dos a cuatro gotas por segundo, y se continuará la operación hasta que no se observe ninguna porción de agua en ninguna parte del aparato, salvo en el tubo receptor. (Si se observase un anillo persistente de agua en el tubo del condensador se elevará la marcha de la destilación hasta que desaparezca.) Terminada la operación, se leerá el volumen de agua existente en el tubo receptor y de este volumen se deducirá el porcentaje de agua en el petróleo ensayado. (Esta cifra es la que se expresa en los análisis americanos o ingleses con el título:

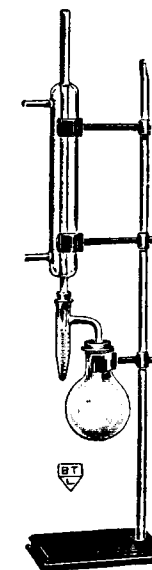


Fig. 21.—Aparato de Dean y Stark.

(1) Los métodos de la I. P. T. emplean siempre el mililitro en lugar del centímetro cúbico para la medida de sus volúmenes.

«Por ciento de agua por volumen A. S. T. M. Method» o «Por ciento..... I. P. T. Method».)

b) Si se trata de determinar solamente el sedimento, se empleará el método 300.2 del U. S. B. M., operando por extracción con un disolvente. Para ello se empleará el aparato de la figura 22, no debiéndose utilizar bajo ningún motivo un aparato de extracción del tipo de sifón, como el de Soxleht u otro análogo. El método operatorio es como sigue: se colocan 10 gramos del aceite a ensayar en el cestillo, bien extraído, lavado y pesado, aproximando la pesada del mismo

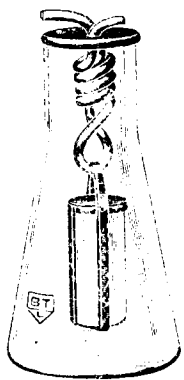


Fig. 22.—Aparato de extracción.

y la de él y la carga hasta el centígramo, colocándolo después en el aparato de extracción y sometiéndolo a la acción del disolvente, que será benzol 90 por 100, hasta que las gotas de éste que caigan del cestillo sean por completo incoloras. Se suspenderá entonces la operación, se secará el cestillo durante una hora a 105 grados y se pesará, aproximando hasta el diez miligramo; se repetirá la operación una y otra vez hasta que dos pesos consecutivos sean constantes, y entonces la pérdida total permitirá calcular el peso del residuo insoluble buscado.

c) Si se trata de determinar unidos el agua y el sedimento, se empleará el método por centrifugado (I. P. T. E. O. 14a y A. S. T. M. D 96-24). Para ello se utilizará una centrifuga del tipo ordinario, accionada, sea a mano, sea por una turbina hidráulica, sea por un motor eléctrico, capaz para admitir por lo menos dos tubos y provista de una cubierta eficaz contra toda clase de proyecciones. La velocidad de giro deberá ser de 1.500 r. p. m., siempre que el diámetro de giro, de punta a punta de los tubos, sea de 15 a 17 pulgadas. (En el caso en que dicho diámetro sea diferente de esta cifra se determinará la velocidad de giro por la fór-

mula $r. p. m. = 1.500 \frac{16}{d}$, siendo d el diámetro en cuestión expresado en pulgadas.) Los tubos de centrifugado deberán ser de forma especial, según se indica en la figura 23, siendo de advertir que, mientras en el método de la A. S. T. M. se admiten las dos formas indicadas, en el método del I. P. T. sólo se admite la forma a . En la figura 24 damos algunos tipos de centrifugas especiales para esta determinación. Cualquiera que sea el tipo de tubo usado, sus dimensiones

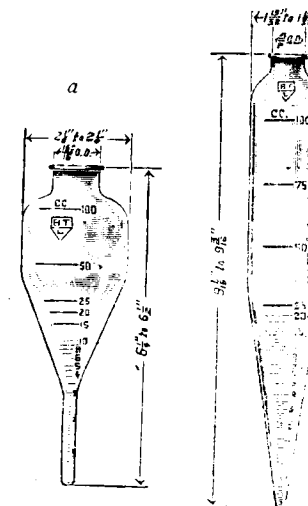


Figura 23.—Tubos de centrifugado.

deberán adaptarse a las indicadas en la ya citada figura 23 con las siguientes tolerancias:

| | |
|--------------------|-----------|
| De 0 a 3 mlt. | 0,05 mlt. |
| » 3 a 5 » | 0,2 » |
| » 5 a 10 » | 0,5 » |
| » 10 a 50 » | 1,0 » |
| » 50 a 100 » | 1,0 » |

Para realizar la determinación se medirán exactamente en un tubo 50 mililitros de benzol 90 por 100 y otros tantos del petróleo a ensayar, taponando el tubo y agitándolo

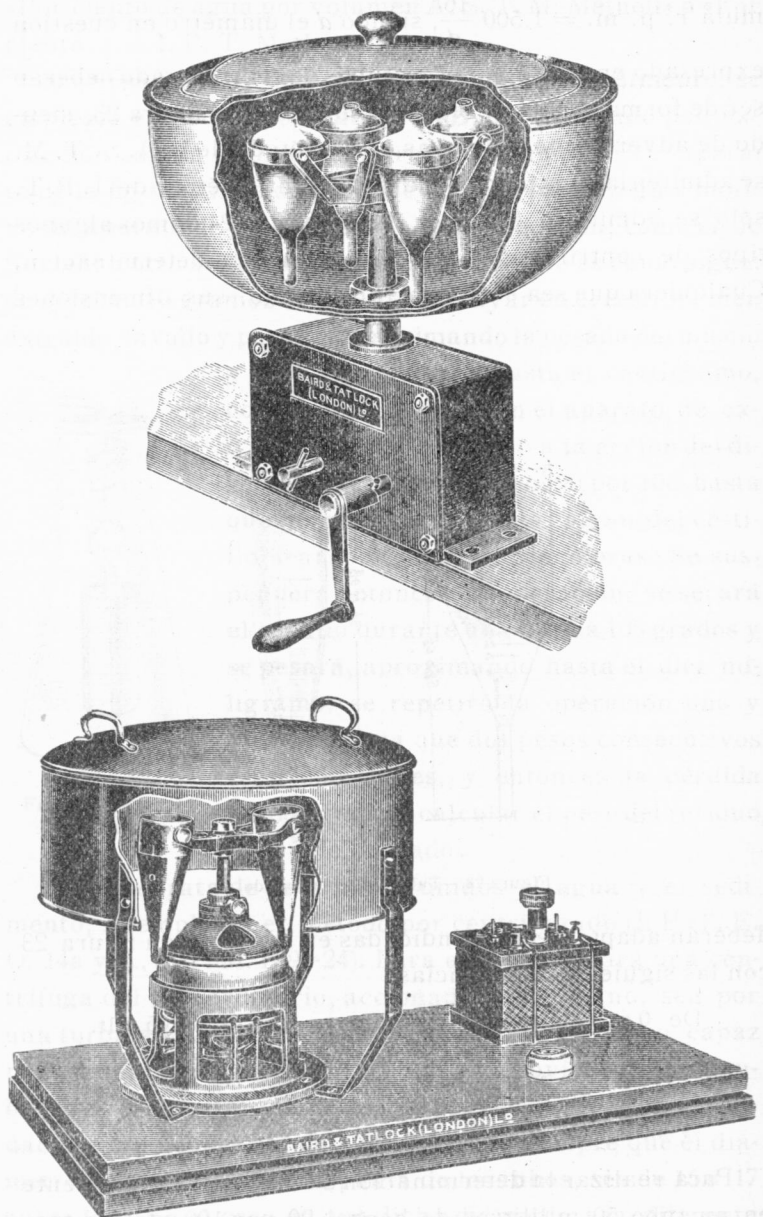


Figura 24 —Tipos de centrifugas.

enérgicamente hasta que la mezcla sea completa entre los dos líquidos. Se llevará después el tubo a un baño-maria (fig. 25), en el cual el agua llegue hasta la división 100 del tubo, y que estará calentado a 100° F (38° C), dejándolo en él durante diez minutos, al cabo de los cuales se coloca en la centrifuga, cuidando que el lugar diametralmente opuesto de ésta se halle ocupado por otro tubo cargado, con el fin de equilibrar el aparato, y se pone en movimiento a la velocidad que hemos indicado durante diez minutos, al cabo de los cuales se retira el tubo y se lee el volumen de agua y sedimento acumulado en el extremo, aproximando hasta el décimo de mililitro, volviendo después el tubo a la centrifuga, poniendo ésta en movimiento durante otros diez minutos, volviendo a leer el volumen de agua y sedimento, y repitiendo esta operación hasta que sean iguales tres lecturas consecutivas. Si se ha tenido la precaución de realizar el ensayo doble, es decir, en dos tubos, cada uno de los cuales lleve 50 mililitros de petróleo bruto, la suma de las dos lecturas dará el porcentaje de agua y sedimento en el petróleo considerado. Este método es menos exacto respecto al contenido en agua que el primeramente explicado (destilación), dando siempre un contenido en aquélla menor del verdadero; sin embargo, en múltiples ocasiones es conveniente su empleo por la mayor rapidez de la evaluación.

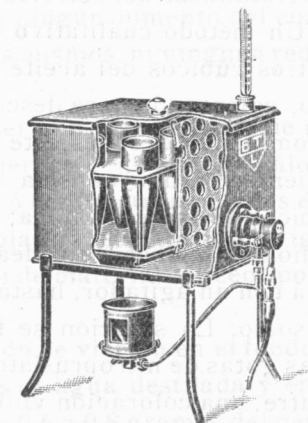


Figura 25.—Baño-maría.

2. **Determinación del azufre.**—Varios son los métodos que se pueden aplicar, pero de ellos el más recomendable es el de la bomba calorimétrica, que es el establecido como

método *standard* por la *American Society for Testing Materials*, por el *U. S. Bureau of Mines* y por la *Institution of Petroleum Technologists* de Inglaterra. Independientemente de este método, en sus diversas variantes, existen algunos otros que en realidad son métodos aproximados, entre los cuales citaremos el método de la lámpara, en el cual se quema una cantidad determinada de petróleo en una lámpara, recogiendo los productos de la combustión en una disolución sódica, en la que se determina después el azufre en forma de ácido sulfúrico, método que es poco recomendable tratándose del petróleo bruto.

Un método cualitativo (1) consiste en tratar dos centímetros cúbicos del aceite por 0,25 gramos de sodio metálico, calentando para descomponerlo en un tubo de ensayo y rompiendo después éste por inmersión, cuando aún esté caliente, en una cápsula que contenga ocho centímetros cúbicos de agua destilada; cualquier pequeña partícula de sodio que se observe rodeada por cok o alquitrán se aplastará con un agitador, hasta que se consuma por completo el sodio. La solución se filtrará después y, añadiéndole unas gotas de nitroprusiato sódico, se observará, si existe azufre, una coloración violeta.

Un tercer método (2) consiste en tratar el petróleo bruto por sodio, según acabamos de explicar, y una vez obtenida la disolución filtrada se la neutraliza, en presencia de fenolftaleína, con unas gotas de ácido clorhídrico en exceso y se introduce en ella un cristal de sulfato de p-amido-dimetilanilina, que se disolverá y, añadiendo después unas gotas de solución de cloruro férrico, se originará, si existe azufre, una coloración azul que se intensificará con el reposo.

El método de determinación mediante la bomba calori-

(1) HAMOR Y PADGEL: *The technical examination of petroleum*, pág. 9.
(2) FRANCIS Y CRAWFORD: *J. Ind. Eng. Chem.*, 9, pág. 479.

métrica se aplica como sigue, según el método oficial americano (1).

La bomba deberá tener una capacidad no inferior a 300 centímetros cúbicos y ser de tipo y construcción tal que no se puedan producir pérdidas, a cualquier presión o temperatura que se origine durante la determinación y que, cuando esté abierta, los líquidos que contenga se puedan transvasar de manera cómoda y completa. La superficie interna debe ser de materiales física y químicamente resistentes a los productos de la combustión e igual resistencia deben presentar los materiales empleados en las juntas, para que no se produzca ningún aumento del contenido en azufre, por ataque de los mismos, ni ninguna reducción por sulfatación.

La cápsula que ha de contener el aceite debe ser de platino, esmalte silíceo o cualquier otro material análogo, con una capacidad superior a 2,5 centímetros cúbicos e inferior a 5. Si la cápsula es de platino, el elemento de ignición será un hilo de platino, y si de material silíceo, podrá ser de platino o de hierro.

Para realizar la determinación se vierten en el fondo de la bomba 20 centímetros cúbicos de agua destilada y en la cápsula bien tarada se toman de 0,6 a 0,8 gramos del petróleo, volviendo a pesar el conjunto y aproximando este peso hasta 0,002 gramos, colocando la cápsula en su lugar, comprobando el mecanismo de encendido y cerrando la bomba, en la que se carga después oxígeno, en corriente lenta, hasta alcanzar las siguientes presiones:

(1) *U. S. Bureau of Mines Technical Paper*, núm. 323 B.

| CAPACIDAD DE LA BOMBA EN CENTÍMETROS CÚBICOS | Presión mínima en atmósferas. |
|-------------------------------------------------|----------------------------------------|
| 300-350 | 40 |
| 350-400 | 35 |
| 400-450 | 30 |
| 450-500 | 27,5 |
| Más de 500 | 25 |

Realizado todo esto, se acoplan los terminales de la bomba con el circuito de ignición, se sumerge aquella en un recipiente de agua fría y se produce la ignición, después de la cual la bomba se dejará en el agua durante diez minutos, transcurridos los cuales se retirará del recipiente, abriendo entonces la llave de salida de modo que los gases salgan de manera lenta, con el fin de que el descenso de la presión hasta la ordinaria se realice a lo menos en un minuto. Se abrirá entonces la bomba, lavando todo su interior, incluso la cápsula, con el chorro de un lavador muy fino y recogiendo todas las aguas, que no deberán componer un volumen superior a 350 centímetros cúbicos, en una cápsula, evitando cualquier pérdida por salpicadura. Estas aguas se filtrarán a través de un filtro ordinario, que se lavará después muy bien con agua destilada, reuniendo estas aguas de lavado con el resto del filtrado, al que se añaden dos centímetros cúbicos de HCl concentrado y 10 de agua de bromo, evaporando el conjunto al baño-maria o sobre una placa caliente, hasta reducir su volumen a 75 centímetros cúbicos. A la solución caliente se añadirán, en chorro muy delgado o gota a gota, 10 centímetros cúbicos de cloruro de bario, agitando durante la adición y durante dos minutos después, dejando luego en reposo durante toda la noche y recogiendo el precipitado en el filtro y determinando su peso según el método general. Del peso hallado de sulfato bórico se deducirá el contenido en azufre, multi-

plicando dicho peso por 13,347 y dividiéndolo por el peso del petróleo ensayado.

Análogo al descrito es el método de la *Institution of Petroleum Technologists* (1), que sólo difiere en que fija como límite del peso ensayado de petróleo un gramo, como único valor de la presión de oxígeno la de 25 atmósferas mínimas; en que añade al conjunto de las aguas de lavado dos mililitros del HCl y 0,5 gramos de peróxido de sodio, y en que el lavado final del filtro que contenga el precipitado se realiza con una solución al 10 por 100 de nitrato amónico, para favorecer la combustión de filtro y evitar la reducción del sulfato bórico.

3. **Determinación de la parafina.**—Dos son los métodos recomendados para esta determinación: el empleado en Alemania y el de la I. P. T.

El *método alemán*, empleado en las Aduanas y demás servicios oficiales de Alemania, es debido a Holde en su forma definitiva (2), aplicándose como sigue:

Se destilan rápidamente, en una retorta o matraz de destilación, 100 gramos del petróleo hasta alcanzar la temperatura de 300 grados, en cuyo momento se acoplará a la salida un recipiente, sin necesidad de condensador, para recoger lo que destile, desde entonces hasta que sólo quede en el matraz un residuo de cok, por lo que no es preciso en esta última fase el empleo de un termómetro; se determinará la cantidad de destilado pesado así obtenido, calculando el porcentaje del mismo en el petróleo original. En este destilado pesado se determinará la parafina, para lo cual se disolverán de cinco a diez gramos en una mezcla de alcohol absoluto y éter a partes iguales, hasta obtener una solución límpida que se enfriará a — 20 grados, empleando la canti-

(1) *Standards methods of Testing Petroleum and its Products*, 1929.

(2) *Journ. Soc. Chem. Ind.*, XVI, pág. 362, e *Hydro-carbon Oil and Saponifiable Fats and Waxes*, pag. 108.

dad de dicha mezcla estrictamente necesaria para que desaparezcan todas las gotas de aceite y sólo queden sólidos los copos de parafina. Esta parafina se recoge en un filtro, cuyo embudo se halle rodeado de una mezcla frigorífica de sal común y hielo, en un aparato de la forma indicada en la figura 26; se lavará esta parafina con la misma mezcla de alcohol y éter, reuniendo todos los líquidos, que se someterán a la evaporación para separar el disolvente, repitiendo después la operación con el aceite y precipitando de nuevo la parafina que aún haya podido quedar, reuniendo

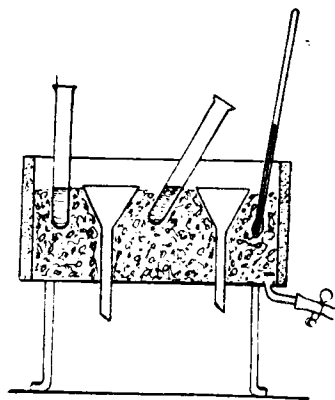


Fig. 26. — Aparato para determinar la parafina.

los dos residuos sólidos, lavándolos en una cápsula tarada con benzol o nafta calientes, evaporando este disolvente y lavando después la parafina con la mezcla fría de alcohol éter, hasta que el líquido del lavado no deje por evaporación ningún residuo, o sólo deje una ligera traza, evitando los lavados prolongados, porque la parafina es ligeramente soluble en la mezcla en cuestión. Se dejará después enfriar y, si la parafina

muestra tendencia a ser de la variedad dura, se calienta a 105 grados durante quince minutos para secarla, dejándola después enfriar en un desecador y pesándola; si, por el contrario, la parafina es de la variedad blanda, se secará durante varias horas en un desecador de vacío a 50 grados y se pesará después.

Según Scheller (1), si se desea conocer la totalidad de la parafina contenida en el petróleo, la destilación antes indicada no se puede realizar, porque una porción de la parafi-

(1) *Petroleum, O.* pág. 905.

na se descompone y propone para evitarlo el siguiente procedimiento: Se destila el petróleo solo hasta 250 grados, para separar las porciones más ligeras, lavando después el residuo en un embudo de decantación con bencina ligera y agitando con una mezcla a partes iguales de ácido sulfúrico concentrado (1,84 de densidad) y de ácido sulfúrico fumante; después de treinta y seis horas de reposo, se separará la capa ácida, lavando el aceite después con álcali y luego con agua caliente, evaporando la bencina y determinando la parafina en el residuo ligeramente coloreado que se obtenga.

En cuanto al *método inglés*, establecido por la *Institution of Petroleum Technologists* (1), no es en realidad sino una modificación feliz del método de Holde, con el fin de evitar la molestia y el peligro de error que entraña la necesidad de mantener la substancia a una temperatura muy baja y constante durante toda la determinación. Para aplicarlo se opera como sigue:

Se destilará el petróleo bruto, hasta que no contenga fracciones de punto de ebullición inferior a 340 grados a la presión atmosférica normal, estando el depósito del termómetro sumergido en el aceite. El residuo así obtenido, cuyo porcentaje en el petróleo original se habrá calculado, recibe el nombre de *residuo normal* y en él se realiza la determinación, si se trata de un petróleo que no sea de base asfáltica; en el caso contrario, es decir, si es de base asfáltica, este residuo se somete a una destilación, especialmente conducida para producir el *cracking*, empleando para ello un pequeño alambique (fig. 27) de hierro o de aluminio. Durante esta destilación destructora, la temperatura se hace subir 15 grados por minuto, entre las temperaturas de 300 a 400 grados, manteniendo, a partir de esta última, la llama del mechero constante hasta llegar a los 430 grados, después de lo cual se mantiene la temperatura constante, hasta que no

(1) *Standard methods of Testing Petroleum and its Products*, 1929, pág. 126.

destile nada más; en el destilado así obtenido se realiza la determinación de la parafina. Para ello se toman, sea el residuo normal, sea el obtenido según acabamos de explicar, según se trate de un tipo o de otro petróleo; si el líquido manifiesta pocos signos de cristalización de la parafina, se tomarán de 8 a 10 gramos, y si, por el contrario, se observa una cristalización considerable, se tomarán sólo de tres a cinco gramos. En cualquiera de los dos casos la muestra se disuelve en 25 mililitros de éter y otros tantos de alcohol de una graduación mínima de 96 por 100, llevando la disolución

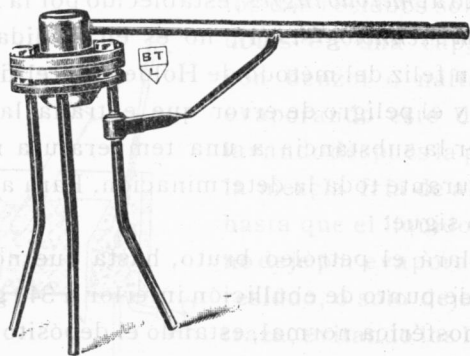


Figura 27.—Alambique.

a un gran tubo de ensayo, que se coloca rodeado de una mezcla frigorífica que produzca la temperatura de -20 grados, colocando en el mismo recipiente otro tubo análogo que contenga la mezcla de alcohol y éter que se ha empleado como disolvente. El mismo recipiente que contiene la mezcla frigorífica contiene un embudo de siete centímetros de diámetro, cuyo tubo sale por debajo, estando provisto de un pequeño recipiente cerca de su extremo, para recoger el agua procedente de la condensación atmosférica sobre la parte externa de dicho tubo. La disolución del aceite, ya fría, se filtra a través de un filtro de nueve centímetros de diámetro colocado en este embudo, acoplando el extremo del tubo de éste con un frasco para filtraciones por succión, con lo que

el conjunto del aparato afectará la forma indicada en la figura 28; cuando el contenido del filtro esté ya seco se retira éste del embudo, con unas pinzas, y se lo lleva a otro embudo colocado sobre una pequeña cápsula o vaso, disolviendo la parafina con éter de petróleo 60/80, libre de aromáticos y de azufre, lavando con el mismo disolvente el tubo que contuvo la disolución y el termómetro, evaporando después la disolución al baño-maría y añadiendo al residuo obtenido 15 mililitros de acetona, disolviendo en ésta la parafina por completo mediante la ebullición y agitación, lavando después el agitador con acetona, en cantidad suficiente para compensar las pérdidas producidas por la ebullición; la solución así obtenida se enfría a 15 grados y se filtra a través de un papel fino, para recoger la parafina, pasando por el mismo filtro los líquidos de lavado de la cápsula y lavando parafina y filtro con acetona a 15 grados. La parafina contenida en el filtro, así como la cápsula empleada en el tratamiento por acetona, se lavan con éter de petróleo, para disolver toda la parafina, recogiendo la disolución en una cápsula tarada y evaporando a sequedad al baño-maría, secando después la parafina a 105 grados durante quince minutos y pesándola.



Figura 28.
Embudo para la parafina.

4. **Determinación del asfalteno.**—Se seguirá para ello el método de Holde o el de la I. P. T., los cuales se describen al tratar de los aceites de engrase.

5. **Análisis elemental.**—Para la determinación del H, C y O se sigue el método general de análisis elemental de las sustancias orgánicas y para la del nitrógeno, bien este método, bien el de Kjeldahl. La realización práctica de estas determinaciones es como sigue:

a) *Determinación del carbono e hidrógeno.*—Se puede seguir para ello, bien el método clásico de análisis elemental, bien el más moderno de Densstedt que vamos a describir:

Método de Densstedt (1).—Este método, relativamente moderno, está siendo empleado en la actualidad de manera creciente en muchos laboratorios. En líneas generales consiste en poner una corriente de oxígeno y el vapor de la sustancia a analizar, en contacto con platino, cuarzo platinado o asbesto platinado a elevada temperatura. Las ventajas de este método son: el no necesitar horno especial de combustión, además de una notable economía en el gas comburente.

Para la *preparación del elemento de contacto*, hay que distinguir si se trata de platino o de cuarzo platinado. Si se trata de este último, se toman trozos grandes de cuarzo que se calientan al rojo, sumergiéndolos inmediatamente en agua fría para producir su fraccionamiento; se escogen luego los trozos del tamaño de un guisante, que se tratan con HCl concentrado y caliente, para disolver todo el hierro que pudieran contener, lavándolos después con agua y secándolos cuidadosamente. Se introducen después en una solución alcohólica de cloroplatinito de piridina (2), que es

(1) PROF. DR. MAC. DENSTEDT.—*Anleitung zur vereinfachten Elemental-analyse*, 1910.

(2) Obtenida añadiendo una solución de cloruro de piridina a otra de cloruro platínico y purificándolo por recristalización.

más eficaz que la solución en agua, porque el cloroplatinito penetra mejor en los poros del cuarzo. Este se seca después y se incinera en un crisol de porcelana al soplete, después de lo cual se ensaya su actividad, calentándolo en un mechero, apagando después éste y viendo si se vuelve a encender, si se da de nuevo gas, al ponerse éste en contacto con el cuarzo caliente. Si así no sucede, hay que repetir el tratamiento con el cloroplatinito.

En vez del cuarzo platinado suele usarse el platino en hilos o láminas; en general se emplea en esta última clase, formando con ella una estrella de seis rayos o planos; a una hoja de 10 centímetros de largo, 12 a 15 milímetros de ancho y 0,04 a 0,08 milímetros de espesor, se sueldan cuatro aletas laterales del mismo material y espesor, tal como se ve en la

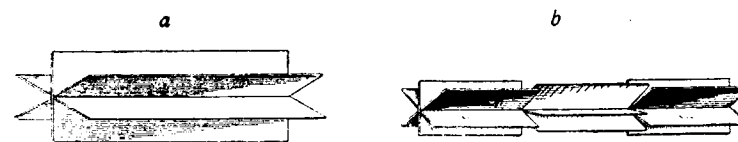


Figura 29.—Estrellas del método de Densstedt.

figura 29 (a). Según los estudios de Densstedt, la combustión es singularmente activa en la proximidad de las aristas de la estrella orientadas hacia la sustancia, y por ello, y con el fin de aumentar la sección activa, propone y practica cortar incompletamente la estrella en trozos regulares, decalándolos unos con relación a los otros, según se ve en (b) de la misma figura.

La estrella se coloca así en el centro del tubo de combustión, aunque un poco más cerca del extremo hacia el que se halla la navicilla. Como el petróleo suele contener N y S y quizá una pequeña porción de halógenos, se colocan, dentro del tubo de combustión y después de la estrella, unas navicillas de tamaño grande con peróxido de plomo,

las que se calientan durante el ensayo a 320 grados; el peróxido absorbe los cuerpos en cuestión, que podrán después ser determinados según diremos.

En los orígenes del procedimiento, la combustión se realizaba como en el método clásico, con una sola corriente de O, mereciendo por esto los reproches de numerosos químicos que, como Vita y Massenez (1), encuentran el defecto de que, si se desea activar la combustión aumentando la corriente de oxígeno, se corre el peligro de que la sustancia a ensayar arda de modo desordenado, con la probabilidad de que su combustión sea incompleta. Para salvar este inconveniente, común por lo demás a los dos métodos, Dens-

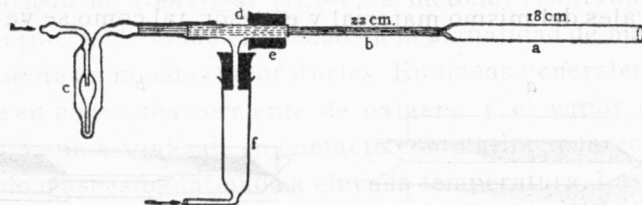


Figura 30.—Fraccionamiento de la corriente de oxígeno.

stedt modificó el suyo practicando una inyección doble de oxígeno, tal como se ve en la figura 30; esto se realiza colocando en el interior del tubo de combustión otro *a*, de 18 centímetros de largo y 14 a 16 milímetros de diámetro, de modo que quede entre él y el de combustión un espacio anular de uno a dos milímetros; en este tubo se coloca la navecilla con el combustible, para lo cual se halla abierto por un extremo, mientras que por el otro se prolonga por un tubo capilar *b*, de 22 centímetros de largo, al que se empalma una de las llegadas de oxígeno. Este tubo capilar pasa por el interior de una T de vidrio *d*, que penetra en el

(1) *Chem. Untersuch. Meth.*

tapón del tubo de combustión y cuyo otro extremo se cierra por un trozo de tubo de goma que lo une al tubo capilar; a la rama vertical de dicha T se une la otra entrada de oxígeno que, por lo tanto, entrará en el tubo de combustión en forma de una lámina gaseosa anular, que permitirá activar la combustión de los productos, desprendidos por el combustible bajo la acción de la corriente central del oxígeno.

En la figura 31 se muestra el conjunto de aparatos empleados en el método que nos ocupa.

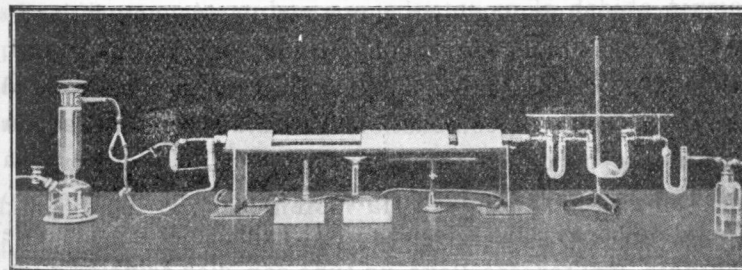


Figura 31.—Aparato para el método de Densstedt.

El suministro de oxígeno se realiza con una botella, provista de válvula y difusor, de la que el gas pasa a través de un tubo capilar de platino mantenido al rojo por un mechero, con el fin de quemar cualquier pequeña porción de H que pudiera contener. Después atraviesa el conjunto de aparatos de purificación compuesto de:

Una columna, que en el fondo contiene una cierta cantidad de solución concentrada de KOH, en la que está sumergido el extremo del tubo de llegada del gas, para producir el barbotaje, y que tiene el cuerpo superior lleno de trozos de cloruro cálcico, soportado por un tapón de algodón colocado en el estrechamiento. En esta columna el gas queda purificado de agua y CO₂.

Al salir de esta columna el gas se divide en dos corrientes mediante un tubo en Y; una de las corrientes pasa por el pequeño lavador, cargado con una pequeña cantidad de $\text{SO}_4 \text{H}_2$, mediante el cual se puede apreciar la importancia y velocidad de la corriente gaseosa al tubo capilar, que constituye la entrada central de oxígeno del tubo de combustión, y otra corriente que, por el intermedio de un tubo vacío de los empleados para el cloruro cálcico, pasa a la rama vertical del tubo en T, produciendo así la corriente anular.

El *horno de combustión* es, como se ve, mucho más sencillo que el empleado en el método clásico, consistiendo en una ligera armazón de chapa que soporta una canal, también de chapa, cubierta de amianto, que constituye el apoyo del tubo de combustión. El caldeo se realiza con tres mecheros, de los cuales uno es sencillo y sirve para calentar la navecilla y su contenido; otro es un mechero Teclu, de boca plana, destinado al caldeo del material de contacto, y el tercero lleva un tubo con diez orificios o llamas y está destinado a calentar las navecillas cargadas de peróxido de plomo.

Los *aparatos de absorción* son los siguientes:

1.º Un tubo en U, cargado de cloruro cálcico, para absorber el agua. Este tubo debe tener en el tubo de entrada la pequeña bola que se ve en la figura, para retener en ella parte del agua condensada y para evitar que este agua se pueda perder parcialmente en la pesada; el tubo se puede cerrar, una vez desmontado, con un pequeño tapón esmerilado, para lo cual su interior está esmerilado también. Las dos ramas del tubo en U llevan llaves de vidrio que permiten dejar el cloruro fuera del contacto del aire. Antes de acoplarlo al aparato, este tubo se somete a una corriente de CO_2 para saturar el cloruro de dicho gas y evitar que lo absorba durante el análisis.

2.º Un tubo en U de forma especial, como se ve en la figura, cargado con cal sodada para absorber el CO_2 . Este tubo, provisto como el anterior de tapón esmerilado en las dos ramas, debe ser cargado con cierta precaución, sin comprimir demasiado la cal sodada en su interior, teniendo en cuenta el aumento de volumen que experimenta por la absorción.

3.º Un tubo en U del tipo corriente, pero con tapones de vidrio en los tubos de salida, y una de cuyas ramas contiene cloruro de calcio y la otra cal sodada. Este tubo desempeña el papel de testigo para comprobar si la absorción se realiza por los tubos precedentes en la debida forma, pues si así no sucede, el tubo que nos ocupa experimentará un aumento de peso, lo que no sucederá si los tubos anteriores cumplen su cometido.

4.º Un frasco lavador con disolución de cloruro paladioso, destinado a indicar si la combustión ha sido completa. Si no es así, habrá en el gas algo de CO , que producirá un cierto ennegrecimiento de la solución. En este caso hay que repetir el análisis.

Pasemos ahora a la *práctica del análisis*: Se monta el aparato completo sin navecilla y se hace pasar por el mismo una corriente de oxígeno, sin encender los mecheros, para desalojar el aire de todo el aparato. Se cierran entonces las llaves de los tubos de absorción y se los pesa llenos de oxígeno, con lo cual, una vez terminado el ensayo, no habrá que desalojar el oxígeno para realizar la pesada. Una vez este peso realizado, se vuelven a acoplar todos los aparatos y se coloca la navecilla en el lugar correspondiente del tubo de combustión, cerrando éste, comprobando la estanqueidad del aparato y estableciendo la corriente de oxígeno. Se empieza entonces a calentar el lugar ocupado por las navecillas de óxido de plomo hasta que alcancen una temperatura de 320 grados próximamente, para lo cual

se gradúa, de una vez para siempre y mediante un termómetro colocado en el interior del tubo, la altura necesaria de llama en el mechero correspondiente. Después se somete la estrella de platino a un caldeo enérgico y gradual, hasta que el punto correspondiente de la canal en chapa esté al rojo, en cuyo momento la estrella lo estará también. Generalmente basta con el calor radiado por ella para la descomposición y volatilización del combustible; pero si no es así se enciende el mechero, que se coloca entre el extremo del tubo y la navecilla; la temperatura se regula de modo que las aristas de la estrella cercana a la navecilla estén incandescentes, lo que será signo cierto de la normalidad con que se realiza el ensayo. Desde luego no se pueden establecer reglas fijas acerca del modo como se ha de conducir la elevación de temperatura, ya por aumento de las llamas, ya encendiendo el mechero de la navecilla, ya cubriendo total o parcialmente el tubo con las correspondientes tejas de hierro y amianto, todo lo cual ha de depender de la naturaleza e inflamabilidad del combustible a ensayar.

Una vez la combustión terminada se procede a la pesada de los tubos, para lo cual, además de cerrarlos con los taponos-llaves para mantenerlos llenos de oxígeno, se dejan un rato separados del aparato para que tomen la temperatura del ambiente, que es a la que se practicó la primera pesada; de no hacerlo así se podrán tener errores de importancia.

El peróxido de plomo contenido en las navecillas correspondientes se extrae, una vez frío, con una solución caliente de sosa o potasa puras, filtrando después a través de un filtro seco; de la solución filtrada se hacen dos mitades; en una de ellas se determina el S en forma de sulfato bórico y en la otra los halógenos, por cualquiera de los métodos conocidos.

b) *Determinación del nitrógeno.*—Se emplea para ello, como ya hemos dicho, el método de Kjeldahl.

Este método ha sufrido algunas modificaciones, siendo la más digna de mención la que ha dado origen al método preconizado por el Fuel Research Board, y que es como sigue:

Se trata un gramo del combustible a ensayar por 30 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado, 10 gramos de sulfato anhidro de sodio y 0,5 a 0,8 gramos de mercurio metálico. Se calienta la mezcla suavemente en un matraz de Kjeldahl hasta que cese la efervescencia original, después de lo cual se hace hervir hasta que la solución esté incolora (dos a seis horas), continuando la ebullición durante dos horas más. Se hace enfriar el contenido, lo suficiente para que la reacción no sea violenta, y se añaden algunos cristales de permanganato potásico, finamente pulverizados, para completar la oxidación.

Se diluye la solución fría con agua hasta completar 200 centímetros cúbicos, se aplica al frasco un tapón, que lleva un embudo de llave y un tubo de salida provisto de un deflegmador, y se conecta con un tubo de bolas que contenga 20 centímetros cúbicos de solución decinormal de ácido sulfúrico. Se añaden entonces, a través del embudo, 100 centímetros cúbicos de una solución que contenga 400 gramos de NaOH y 40 gramos de sulfato sódico por litro, y se destila, continuando el ensayo como de ordinario.

c) *Determinación del oxígeno.*—Según es costumbre en los análisis elementales, la proporción de oxígeno de un petróleo se halla restando por 100 la suma de los porcentajes de los otros tres elementos ya determinados. Los errores acumulados de las tres determinaciones anteriores intervienen en esta última, y esta es la razón de que los valores hallados del contenido en oxígeno de los petróleos y expuestos en las diversas obras que tratan de este asunto no sean dignos de crédito.

7. **Ensayo de carbonización.**—Este ensayo, como su nombre lo indica, tiene por objeto determinar el residuo de cok que se forma cuando se somete al petróleo bruto, bajo ciertas condiciones, a temperaturas elevadas. Varios son los métodos aplicables para realizarla, pero de ellos los más recomendables son: el establecido como método *standard* por la *American Society for Testing Materials* y por la *Institution of Petroleum Technologists*, que, en realidad, no es otro que el método de Conradson, del que nos ocupamos al tratar de los lubricantes, y el de Ramsbotton, recomendado también por la I. P. T., y del que nos ocupamos al tratar del *fuel oil*.

8. **Otros ensayos químicos del petróleo bruto.**—El petróleo bruto se somete en ocasiones a otros ensayos que tienen por objeto formarse una idea aproximada de su composición o de su carácter, apreciando la proporción que contenga de hidrocarburos no saturados, hidrocarburos aromáticos, naftenos e hidrocarburos parafínicos o saturados. De estos ensayos los más interesantes son los siguientes:

a) *Reacción de la formolita o «Ensayo de Nashtjukoff»* (1). Basándose en la reacción que ocurre entre los hidrocarburos no saturados de un petróleo y el formaldehído, en presencia del ácido sulfúrico concentrado y que da lugar a la formación de un producto sólido amarillo, que se ha designado por el nombre de «formolita», se ha establecido este ensayo que proporciona alguna información acerca del grado de no saturación de un petróleo. De los diversos métodos operatorios para realizarlo, uno de los más recomendables es el de Marcusson (2), que se aplica como sigue:

Se disuelven 27 gramos del aceite en 50 centímetros cúbicos

(1) *Petroleum*, 4, páginas 133-97.

(2) *Chemiker Zeitung*, 35, pág. 729.

bicos de bencina normal en un matraz Erlenmeyer de 300 centímetros cúbicos de capacidad, añadiéndole después sin agitación 30 centímetros cúbicos de SO_2H_2 concentrado; se enfría la mezcla por inmersión del matraz en agua de hielo y se agregan 15 centímetros cúbicos de formalina al 40 por 100, agitando entonces el frasco, sin retirarlo del agua fría, hasta que no se desprenda más calor, dejando el matraz fuera del agua en reposo durante media hora, después de lo cual se transvasa todo el contenido a un matraz de litro, que contenga 200 centímetros cúbicos de agua de hielo y añadiendo el agua de lavado del primer matraz; a este conjunto se agrega la cantidad necesaria de hidróxido amónico para neutralizar el exceso de ácido, y el precipitado obtenido se recoge por filtración en un embudo de Buchner, lavándole después con nafta, para arrastrar el aceite, luego con agua para disolver el amoníaco, y finalmente es secado a 105 grados y pesado.

b) *Ensayo con el anhídrido sulfuroso.*—Se aprovecha en este método, propuesto por Edeleanu (1), la propiedad del SO_2 de disolver los hidrocarburos no saturados y aromáticos, dejando inalterados los saturados y los naftenos. Para llevarlo a cabo se opera como sigue:

Se toman 50 centímetros cúbicos del aceite a examinar en una bureta especial A (fig. 32 a) de 200 centímetros cúbicos de capacidad y contenida en un recipiente de dobles paredes, entre las cuales se halla una mezcla frigorífica, y que en el compartimiento interno lleva un líquido conductor del calor (keroseno), manteniéndola a una temperatura de -12 grados. En una ampolla graduada con llave B de 230 centímetros cúbicos de capacidad, mantenida en otro recipiente frigorífico, se carga (fig. 32 b) una cantidad de SO_2 líquido igual en peso al doble del volumen de aceite tomado en A, llevándolo a la misma temperatura de -12

(1) *Petroleum*, 9, pág. 862.

grados (el SO_2 líquido se toma del frasco de Dewar D, haciéndolo pasar a B mediante el aire insuflado con la pera de goma E). Cuando ambos líquidos se hallan a la misma temperatura se acoplan la bureta y la ampolla, según se ve en la figura, y se hace pasar a A parte del SO_2 de B, hasta que, después de agitación, se formen dos capas distintas; se introducirá después en A de nuevo una tercera parte del SO_2 , que aún quede en B, agitando, enfriando y dejando

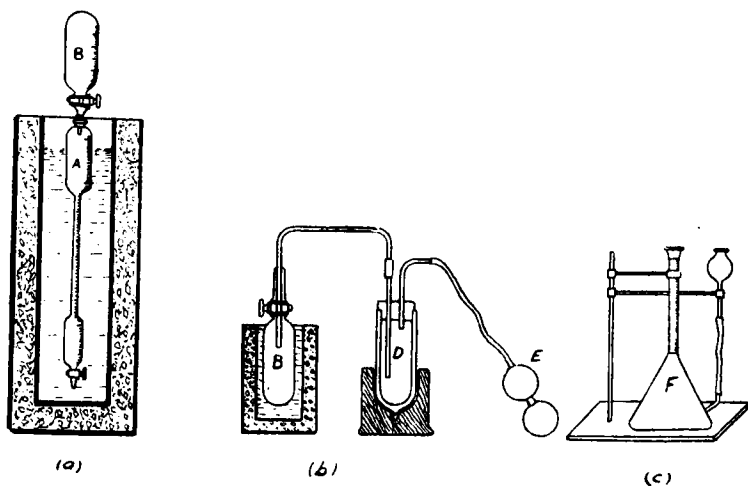


Figura 32.—Aparatos para el ensayo del petróleo con SO_2 .

reposar para extraer la capa de SO_2 , que se recoge en un frasco de Dewar; se vuelve a introducir en A nueva porción de SO_2 , agitando, enfriando, dejando reposar y extrayendo la capa inferior, que se reúne a la anteriormente separada en el frasco Dewar. En la bureta quedarán los hidrocarburos saturados mezclados con alguna porción de SO_2 ; para separar éste se lo puede dejar expuesto al aire para que se evapore espontáneamente, pero se corre el peligro de que con él se desprenda alguna parte de la fracción más ligera del petróleo, y por ello conviene llevar la bureta A sobre un frasco especial (fig. 32 c) de cuello largo

y graduado, haciendo pasar al mismo todo el contenido de A para que se ponga en contacto con un álcali contenido en el fondo de F, que neutraliza el SO_2 ; introduciendo entonces por el fondo de F, mediante el tubo lateral, se irá haciendo subir el aceite, hasta que se halle todo comprendido en el cuello del matraz, donde se podrá leer su volumen, hallándose por diferencia entre éste y el original la proporción de hidrocarburos no saturados.

b) ENSAYOS FÍSICOS

1. **Determinación de la densidad.**—Para determinar la densidad de un petróleo bruto se puede seguir cualquiera de los métodos generales empleados para dicha determinación, tratándose de cuerpos líquidos, es decir, el areómetro, la balanza de Mohr y los picnómetros, siguiendo para ello la técnica operatoria conocida y expresando los resultados obtenidos, sea en la forma decimal, sea en graduación Baumé; en todos los casos la determinación se realizará a la temperatura de 15 grados.

Hamor y Padget (1) recomiendan, en el caso en que el petróleo bruto sea del tipo muy viscoso, que hace inaplicable el areómetro, y no se tenga a mano un picnómetro, el siguiente método rápido aproximado: Se toma una gota del aceite a ensayar y se la hace caer en un vaso que contenga una mezcla de alcohol etílico y agua, de una densidad aproximada a la que se suponga tiene el aceite; si la gota cae hacia el fondo del vaso será preciso aumentar la densidad del líquido, para lo que se le añadirá más agua, y si por el contrario, la gota queda en la superficie, será preciso disminuir dicha densidad, añadiendo para ello más alcohol, continuando estos tanteos hasta que la gota de aceite quede en el seno del líquido sin bajar ni subir, lo que indicará que la

(1) *The examination of petroleum*, pág. 2.

densidad de este último es la misma que la del aceite. Bastará por tanto determinar después dicha densidad, valiéndose de un areómetro, que no siendo este líquido viscoso se podrá aplicar sin dificultad y se conocerá así la densidad del aceite; el valor hallado es el que se designa por los americanos como *densidad Baumé* del aceite en cuestión.

El Comité de Standardización de los ensayos de petróleo de la *Institution of Petroleum Technologists* recomienda para esta determinación el método del frasco, bien empleando los picnómetros para variedades flúidas, bien un frasco de boca ancha análogo al empleado por Lunge para determinar la densidad del alquitrán de hulla, para las variedades espesas.

2. Examen del color, olor y fluorescencia.—Para apreciar el color de un petróleo se toma un frasco de los empleados corrientemente para las muestras del mismo, que tenga 38 milímetros de diámetro, 140 milímetros de alto y 20 milímetros de diámetro en el gollete; se llena del petróleo a examinar y se observa a través de él mirando en el sentido de la altura, es decir, del gollete hacia el fondo, colocándolo entre un ojo y un manantial de luz, que puede ser muy bien un pequeño espejo que refleje la luz que entra por una ventana; en ocasiones el aceite es tan oscuro que no es posible ver la menor claridad mirando de la manera dicha, y entonces la observación se hace de manera que la luz atraviese el frasco diametralmente y, si aun así no fuese posible, se hará dicha observación mirando diametralmente por el gollete. El color puede variar, según la calidad y procedencia del petróleo, entre el amarillo o rojo amarillento y el negro verdoso opaco. También pueden utilizarse los colorímetros que describiremos al tratar de las diversas fracciones.

Para apreciar la fluorescencia (*bloom* de los americanos) basta observar el tubo de muestras lleno de aceite, de ma-

nera que en su superficie dé la luz con una cierta inclinación, que permita su reflexión, para lo cual se colocará el ojo del observador entre la muestra y la fuente luminosa, procurando que el fondo sobre el que se vea el frasco sea muy oscuro y sin brillo.

Por último, para apreciar el olor, que es muy variable, pues desde los petróleos que, por contener un porcentaje elevado en productos volátiles, tienen un marcado olor a gasolina, hasta los petróleos de algunos puntos de California, Tejas, Rumania y Rusia que, por contener hidrocarburos de la serie bencénica, presentan un olor aromático, existen numerosas gradaciones. Para determinar el olor de un petróleo se toman dos frascos de muestras, llenándolos sólo hasta la mitad del petróleo a examinar y taponándolos cuidadosamente; uno de ellos se agita enérgicamente, para que el olor se comunique al aire existente, y abriendo entonces se apreciará con facilidad; si el olor apreciado fuese el de hidrógeno sulfurado, se añaden cinco centímetros cúbicos de una solución concentrada de sosa o potasa, agitando hasta que desaparezca dicho olor, observando entonces si existe otro que estuviese enmascarado por el de hidrógeno sulfurado; en cuanto a la porción contenida en el otro frasco, se añaden cinco centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido y se observa después el olor que pudiera persistir.

3. Determinación de la viscosidad.—Para la determinación de la viscosidad de un petróleo bruto se seguirán los mismos métodos que se han de aplicar para determinar la de los productos derivados del mismo y que se explicarán en los capítulos correspondientes. Ahora nos limitaremos a decir que los métodos recomendados por el ya citado Comité de la *Institution of Petroleum Technologists* consisten en la aplicación del aparato Redwood, número 1, hasta valores de 3,600 segundos y para valores superiores en la del Redwood número 2.

4. **Determinación del punto de congelación.**—Se realizará siguiendo los métodos que describiremos al tratar del análisis de los diversos aceites.

5. **Determinación del coeficiente de expansión.**—La determinación del coeficiente de expansión, que es el aumento, expresado en unidades de volumen, que experimenta la unidad de volumen de un aceite, cuando su temperatura se eleva un grado, es de mucha importancia para la corrección de las densidades, hallando lo que varían cuando el aceite se halla a temperatura distinta a aquella a la cual se realizó la determinación, y también para calcular el aumento de volumen de una cantidad determinada de un aceite, cuando sufre cambios de temperatura durante su almacenamiento o su transporte. Para determinarlo se pueden aplicar dos métodos: uno basado en la densidad y otro en la determinación directa.

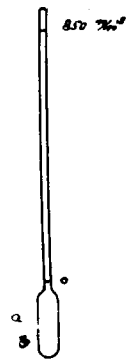


Fig. 33. Dilatómetro.

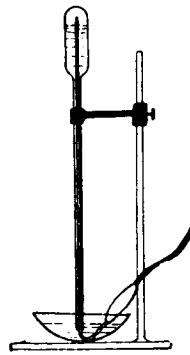


Figura 34.—Llenado del dilatómetro.

Para aplicar el primer método bastará con determinar la densidad del aceite a dos temperaturas diferentes. Si d y d_1 son estas densidades, correspondientes a las temperaturas t y t_1 , el coeficiente de expansión buscado será:

$$c = \frac{d - d_1}{d_1 (t_1 - t)}$$

Si se quiere emplear el método de la observación directa se utilizará el dilatómetro, según el procedimiento de Holde. El dilatómetro está constituido por una ampolla de vidrio (fig. 33), de una capacidad de 30 centímetros cúbicos y provista de un cuello de un diámetro interior de dos milime-

tros y de un largo suficiente para tener una capacidad de 850 milímetros cúbicos, hallándose graduada en toda su longitud; para llenarlo del aceite a ensayar se lo coloca en la forma indicada por la figura 34, con su extremo sumergido en una cápsula que contenga el aceite, y extrayendo el aire interior por succión mediante un capilar introducido hasta el fondo, se hace entrar el aceite, cuidando luego de destruir, por pequeñas aspiraciones, cualquier burbuja que quede en el arranque del cuello y enrasando el nivel del aceite con una división situada en dicho arranque. Se somete entonces el dilatómetro a dos operaciones, con el fin de determinar el volumen del aceite a la temperatura del laboratorio y a otra temperatura superior. Para lo primero se dispone un baño-maría, constituido por dos vasos colocados uno dentro del otro y en el cual se pueden colocar hasta diez dilatómetros diferentes y un termómetro, que marcará la temperatura común de todos los ensayos (fig. 35), y para lo segundo se dispone el baño de vapor de Holde (fig. 36), en el cual el recipiente interno B está calentado por el vapor del líquido contenido en el fondo del recipiente externo A, calentado por un mechero y cuyo vapor

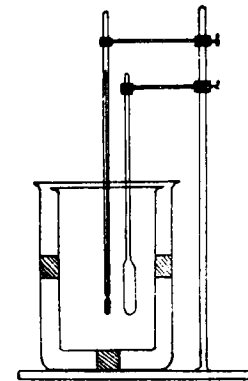


Figura 35.—Baño-maría para ensayos de dilatación.

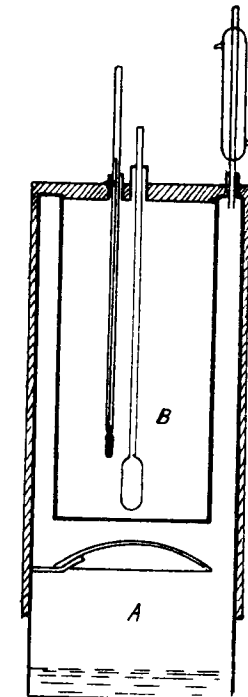


Figura 36.—Baño de vapor para ensayos de dilatación.

no puede salir al exterior, gracias al refrigerante a reflujo *e*; según el líquido que se emplee, se conseguirán diversas temperaturas y así se puede emplear el éter sulfúrico (p. e. 35°), el bromuro de etilo (p. e. 38°), el cloroformo (p. e. 61°), etc. En las dos operaciones se determinará con el mayor cuidado el nivel que alcanza el aceite en el dilatómetro, y como éstos estarán perfectamente aforados y calibrados, de manera que se conozca su verdadero volumen, y además habrá para cada uno de ellos una tabla de correcciones, se podrá saber rápidamente el volumen ocupado por el aceite en cada caso. Si V y V_1 son estos volúmenes, a las temperaturas t y t_1 , y c es el coeficiente de expansión del vidrio, determinado por la expansión aparente del mercurio en los dilatómetros, el coeficiente de expansión del aceite será:

$$d = \frac{V_1 - V}{(t_1 - t) V} + c$$

6. **Determinación del calor de vaporización.**—Esta determinación, que es de gran importancia para el cálculo de los aparatos de destilación, se puede realizar de varios modos, siendo el más recomendable el procedimiento de Syniewski, con las modificaciones y perfeccionamientos introducidos en él por el *Physikalisch-Technische Reichsanstalt* y que se aplica como sigue:

Se emplea el aparato representado en conjunto en la figura 37; en el matraz A se cargan 500 centímetros cúbicos del petróleo, calentándolo con un mechero para producir su destilación. Los vapores pasan por el tubo *b*, rodeado en casi toda su longitud por los vapores calientes contenidos en el tubo *a*, con el fin de evitar una condensación prematura, al frasco de dobles paredes *c*, en el que pueden seguir dos caminos diferentes: bien seguir, por el refrigerante de Liebig *g*, al recipiente receptor *r*, bien pasar por el tubo central, que puede ser cerrado por la válvula de campana *s*,

al serpentín metálico *e*, contenido en un calorímetro lleno de agua y en el cual se condensan, reuniéndose en el recipiente inferior que termina dicho serpentín; en cuanto a los vapores que se condensan en *c*, saldrán por el tubo *d*, del que pasan de nuevo al matraz A. Antes de empezar la determinación, el tubo central que conduce a *e* se mantiene cerrado, por la válvula de campana *s*, hasta que el conjunto del aparato y en especial el frasco *c* ha sido calentado,

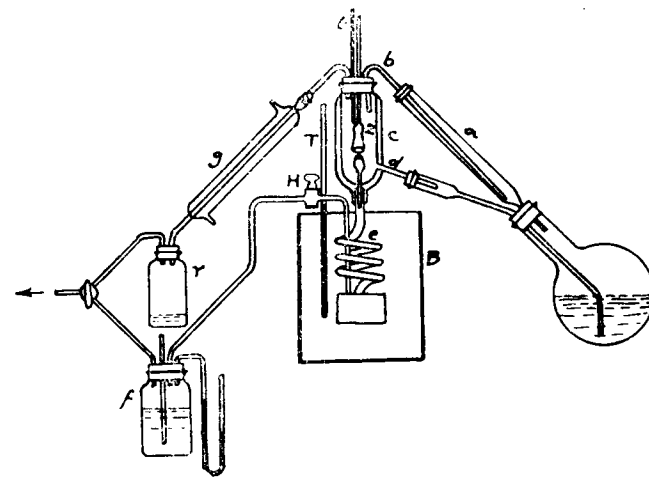


Figura 37.—Aparato de Syniewski.

por el paso de los vapores a través de él, hacia el refrigerante *g*, y que el líquido condensado en dicho frasco salga de manera constante por el tubo *d*. Si la determinación se ha de realizar sobre las porciones de punto de ebullición alto, se dejarán pasar al condensador las fracciones ligeras, esperando a que el termómetro *t* marque la temperatura correspondiente al principio de la fracción que se desea ensayar. Llegado este momento, se levantará desde el exterior la válvula *s*, haciendo pasar los vapores al serpentín sumergido en el calorímetro que estará cargado con 1.200 gramos de agua; con el fin de que pase al serpentín suficiente cantidad de vapor, o para facilitar la circulación gene-

ral cuando el vapor pase al condensador, se aplica al aparato una succión moderada, producida por una pequeña trompa que actúa, mediante una llave de tres vías, indistintamente sobre el circuito del condensador o sobre el del serpentín, intercalando en este último un regulador de presión del tipo bien conocido, constituido por un frasco con un tubo sumergido algunos milímetros en una capa de agua y con el fin de que si se producen irregularidades en el funcionamiento de las bombas, éstas no afecten a la circulación en el serpentín; antes de iniciar la determinación es conveniente cerrar la llave H y regular la trompa, de manera que sólo salga del tubo de aire del regulador una corriente muy moderada de burbujas de aire; logrado esto se sube la válvula *s* y se abre después H.

Mediante los termómetros T y *t* se determinan las temperaturas del agua del calorímetro y de los vapores. Estos se hacen pasar por el serpentín hasta que el termómetro *t* marque una subida de 20 grados, deteniendo entonces la trompa, bajando *s*, desacoplando todo el aparato y retirando del calorímetro el serpentín, que se pesa para determinar la cantidad condensada y determinar así, por la elevación de la temperatura del agua y la cantidad de vapores pasados, el calor buscado de vaporización.

7. **Determinación del poder calorífico.**—Esta determinación se realiza valiéndose de la bomba calorimétrica, siguiendo para ello el procedimiento que explicaremos en detalle al tratar del análisis de los aceites empleados directamente como combustibles líquidos.

8. **Puntos de inflamación y de ignición.**—Se seguirán para estas determinaciones los métodos que explicaremos en detalle al tratar de las diversas fracciones.

9. **Ensayo por destilación.**—Para el examen por destilación en el laboratorio del petróleo bruto, se pueden seguir numerosos métodos, de los cuales sólo podemos citar y describir los que consideramos más interesantes.

El *método original de Engler* consiste en emplear un matraz patrón de la forma y dimensiones indicadas en la figura 38 acoplado a un condensador vertical. Se cargan en

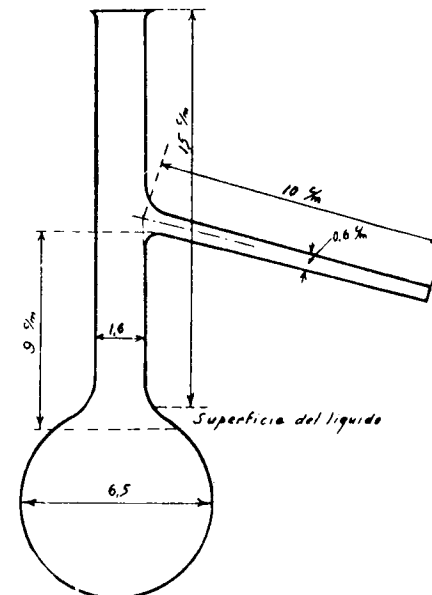


Figura 38.—Matraz patrón de Engler.

este matraz 100 centímetros cúbicos del petróleo y, colocando el termómetro de modo que el depósito se halle frente al tubo de salida, se empieza a calentar hasta que la temperatura haya llegado a los 150 grados, y entonces se retira el mechero, se deja que baje la temperatura 20 grados y se vuelve a calentar hasta llegar de nuevo a los 150 grados, repitiendo estas operaciones hasta que se esté seguro que no destila nada por debajo de los 150 grados, recogiendo todo este destilado que se designa como *gasolina* o *nafta*.

Se continúa el caldeo hasta llegar a los 300 grados, en cuyo momento se retira el mechero, se deja bajar la temperatura 20 grados y se repiten estas operaciones, de igual manera que se ha hecho para la fracción ligera, hasta que se esté seguro de que no destila nada por debajo de los 300 grados; la nueva fracción así obtenida y comprendida entre los 150 y los 300 grados se designa como *keroseno* o *aceite de alumbrado*. El residuo que quede en el matraz constituye el *aceite lubricante*, conteniendo además la parafina y el asfalteno si el petróleo considerado los contiene.

El método de *Engler-Ubbelohde* es similar al anterior, excepto que en él se evitan las bajas de temperatura que se producen en el método de Engler. Este método es de importancia, porque con él se han realizado la mayoría de los análisis de petróleo que se encuentran citados en las obras y memorias referentes a esta industria y aun en la actualidad se emplea con mucha frecuencia. El método, tal como ha sido establecido originalmente por sus autores, ha sufrido algunas modificaciones y perfeccionamientos, con el propósito de obtener datos suplementarios, quedando en la actualidad constituido como sigue:

Se emplea un matraz de destilación patrón de Engler; un condensador, bien del tipo Liebig, bien constituido por un tubo de vidrio atravesando una especie de artesa llena de agua fría, pero que en cualquiera de los casos tenga una longitud de 60 centímetros en su tubo interno; un método de caldeo, sea el que sea (mechero u horno eléctrico), en el que sea posible la regulación de modo que se pueda aumentar el calor de manera lenta y continua; una pantalla protectora de mechero y frasco contra las corrientes de aire, y una serie de recipientes graduados para recoger las fracciones. En la figura 39 se exponen diversos tipos industriales de aparatos para la aplicación de este método de destilación, que gozan de mucho favor en Norteamérica por su robustez y facilidad de montaje y limpieza.

Para realizar el ensayo se miden 100 centímetros cúbicos del petróleo a 15 grados, introduciéndolos en el matraz y pesando éste antes y después de la introducción de la muestra; se coloca el tapón perforado que lleva el termómetro y se dispone éste de modo que la porción superior de su depósito se halle frente al tubo de salida; se conecta el

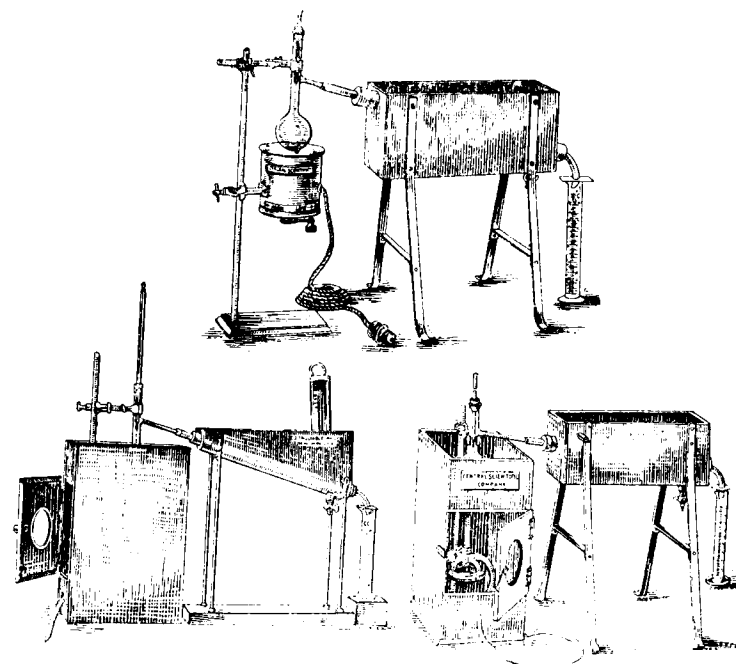


Figura 39. - Aparatos americanos.

extremo de éste con el condensador, mediante un corcho y no un tapón de goma, se coloca debajo del extremo libre de éste un recipiente graduado y, después de haber colocado agua fría en la artesa del condensador, si éste es de dicho tipo, o de iniciar el paso continuo de agua por el espacio anular, si es del tipo Liebig, se empieza a calentar de manera lenta, con el fin de llevar suavemente al petróleo a su punto de ebullición, anotando la temperatura que marque el termómetro cuando aparezca en el extremo del conden-

sador la primera gota de destilado condensado, la que se designa con el nombre de *punto de partida*. A partir de dicho momento, la destilación se inicia y se la mantendrá a una marcha uniforme de 2,5 centímetros cúbicos por minuto, hasta llegar a la temperatura de 300 grados, que marcará una parada en la destilación, según veremos más adelante.

Cuando se llegue a la temperatura de 100 grados, si el punto de partida es inferior a dicha cifra, se cambiará el recipiente donde se recoge el destilado y lo mismo se hará para cada una de las temperaturas de 150, 200, 250 y 300 grados; llegados a este punto se interrumpirá la destilación y el matraz, que contendrá aún los aceites de engrase y quizá asfalteno y parafina, se deja enfriar ligeramente, se pesa, se toman de él 10 centímetros cúbicos de su contenido y se vuelve a pesar, después de lo cual se acopla de nuevo al aparato de destilación y se continúa ésta hasta completa sequedad, recogiendo el destilado, que servirá para determinar la parafina. El matraz se dejará enfriar y se pesará de nuevo para conocer por diferencia de este nuevo peso con la tara el peso del residuo o cok.

Las diversas fracciones obtenidas se someten a los siguientes tratamientos: Las cinco primeras obtenidas, o sean las que destilan antes de los 300 grados, se ensayan para determinar su índice de refracción y su densidad; después las comprendidas entre el punto de partida y 150 grados se reúnen, y del conjunto se determina la densidad, el índice de refracción y la pérdida por tratamiento con ácido sulfúrico, realizando las mismas determinaciones con el conjunto de las fracciones comprendidas entre 150 y 300 grados.

En cuanto a la fracción condensada finalmente se hallará en ella el contenido en parafina por el método de Holde que hemos explicado, y en la porción tomada del residuo que había en el matraz después de los 300 grados se determinará el asfalteno, según explicaremos al tratar de los lubricantes.

Con los volúmenes obtenidos de las diversas fracciones y conociendo sus densidades, se conocerán los pesos respectivos, y de ellos y del peso inicial de petróleo bruto se deducirán los porcentajes de destilación, cuidando al realizar esto de tener en cuenta la reducción de volumen que, a partir de los 300 grados, ha introducido la toma de la porción destinada para estimar el asfalteno.

El U. S. Bureau of Mines ha establecido varios métodos,

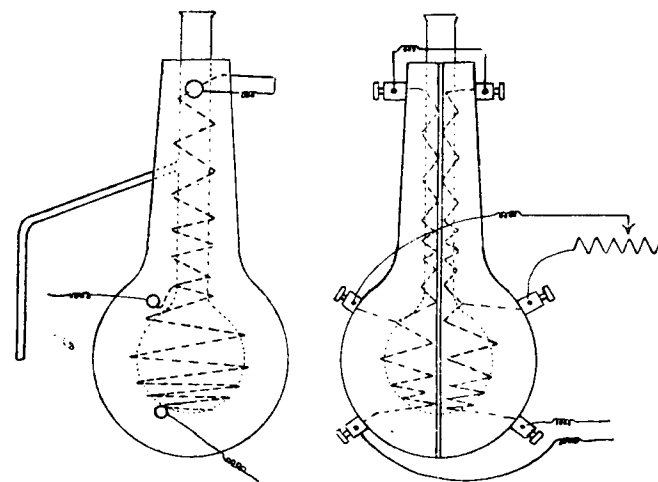


Figura 40. —Matraz de Allen y Jacobs.

de los que nos vamos a ocupar en detalle por ser métodos modernos; estos métodos son el de Allen-Jacobs y el de Rittman-Dean.

El método de Allen-Jacobs (1) se estableció con el fin de evitar la acción deflegmadora que ejerce el tubo de salida del matraz de destilación empleado en los métodos anteriormente descritos; para ello el frasco de destilación, que es de una capacidad de 250 centímetros cúbicos, se halla rodeado por una resistencia metálica que se emplea para el caldeo eléctrico, estando dicho enrollamiento dispuesto

(1) U. S. Bureau of Mines, Bulletin 19.

de manera que se puede realizar una regulación muy fina de la intensidad de corriente, para lo cual se halla fraccionada en dos partes, una de las cuales se puede *shuntar* en la medida necesaria, y además todo el matraz, así como parte del tubo de salida, se hallan rodeados por una envuelta aislante, que afecta la forma general del matraz y que evita las irregularidades de caldeo producidas por las corrientes de aire; la figura 40 representa esquemáticamente este matraz con su enrollamiento y envuelta. El matraz en cuestión se acopla a un refrigerante de Liebig de 60 centímetros de largo y colocado verticalmente, para evitar el estacionamiento en el mismo de los productos pesados, y que además puede ser calentado, en el caso de destilados viscosos, por substitución del agua fría de refrigeración por otra calentada a la temperatura que se desee; este condensador vierte los productos de la destilación en un receptor de Brühl, que puede ponerse en comunicación con una trompa de vacío para realizar la destilación bajo presión reducida; finalmente, en el caso de que se opere con petróleos que contengan agua, la destilación se puede realizar facilitándola mediante una corriente de CO₂ seco; el aparato afectará la forma indicada en la figura 41. Para realizar la destilación se cargan en el matraz 200 centímetros cúbicos del petróleo bruto y se empieza a destilar, a una marcha de una gota por segundo, a la presión atmosférica y formando fracciones separadas para cada 25 grados de aumento de la temperatura, hasta llegar a los 325 grados; al llegar a este punto se baja la temperatura a 125 grados (con el fin de evitar el hinchamiento si se aplicase el vacío a la temperatura elevada) y se continúa la destilación, bajo una presión de 10 a 20 milímetros de mercurio, hasta volver a alcanzar la temperatura de 325 grados. Las fracciones que hierven por debajo de 150 grados bajo la presión atmosférica constituyen las *naftas no refinadas*, según la fraseología americana; las que hierven entre 150 y 300 grados

bajo la presión atmosférica constituyen los llamados *aceites lampantes no refinados*, y, finalmente, los que destilan entre 300 grados a la presión atmosférica y 325 grados bajo vacío son los *lubrificantes no refinados*.

La resistencia de caldeo es de nicromo, con una resistencia a 20 grados de 0,0046 ohms por metro.

El método de Rittman-Dean (1) se caracteriza porque el matraz de destilación tiene un cuello de forma especial, en el cual se colocan bolas de vidrio con el objeto de disponer de una columna fraccionadora. Como se ve por el esquema de la figura 42, el matraz se calienta por una resistencia eléctrica, situada en el interior de un plato de hierro lleno de amianto, sobre el cual se coloca el fondo del matraz; para regular la temperatura, el enrollamiento de caldeo está en serie con un reóstato líquido, hallándose en el circuito intercalado un amperímetro de precisión, para conocer en todo momento la intensidad de corriente que pasa

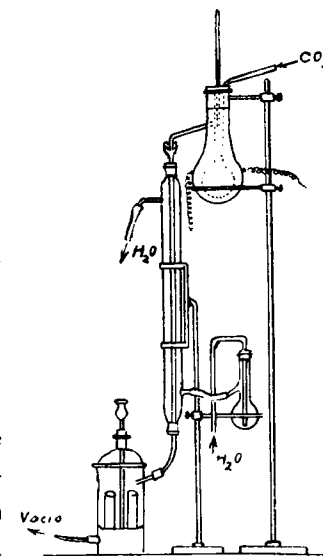


Figura 41.—Aparato de Allen y Jacobs.

por el enrollamiento; los vapores destilados pasan a un condensador vertical de una forma particular, como se ve en la figura, que tiene tres bolas y que se halla sumergido en un depósito cargado de hielo y agua; los productos condensados van por una alargadera a verterse en uno de los diversos tubos receptores, que estarán contenidos en un depósito especial y rodeados de hielo machacado.

La *Institution of Petroleum Technologists* (2), en su co-

(1) U. S.: Bureau of Mines. Bulletin 125.

(2) Standard Methods of Testing Petroleum and its Products, 1929.

lección de métodos patrones, establece un método que llama de *destilación preliminar*, operando sobre una cantidad reducida de petróleo, y además las especificaciones a que ha de responder un método de destilación a mayor escala que

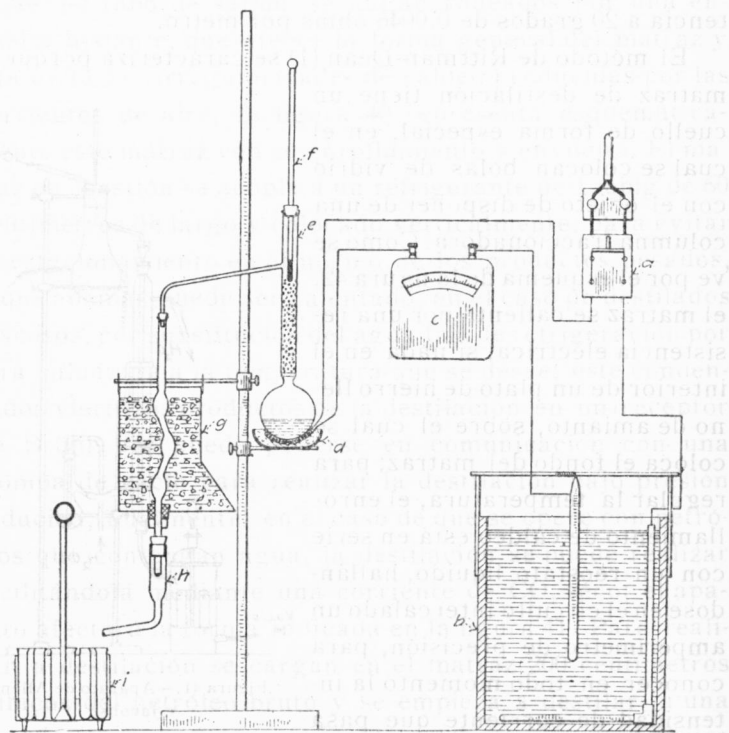


Figura 42.—Aparato Rittman-Dean.

permita por sus resultados conocer el valor comercial de un petróleo.

El aparato para la destilación preliminar consiste, como se ve en la figura 43, en un matraz de Engler, patrón de 100 mililitros, igual al empleado para los análisis de gasolina, acoplado a un condensador de Liebig de 56 centímetros de largo y de un diámetro interno de 1,25 centímetros, con una tolerancia de ± 2 milímetros, prolongado por una alar-

gadera que vierte los condensados en una probeta cuya pared debe tocar el extremo de aquélla (este condensador podrá recibir circulación de agua fría o de agua caliente, según el punto de condensación de los destilados). El matraz se halla colocado dentro de un baño de aire de forma cónica y que lleva en su interior unas protuberancias de amianto con el fin de que no toque al hierro y se calienta

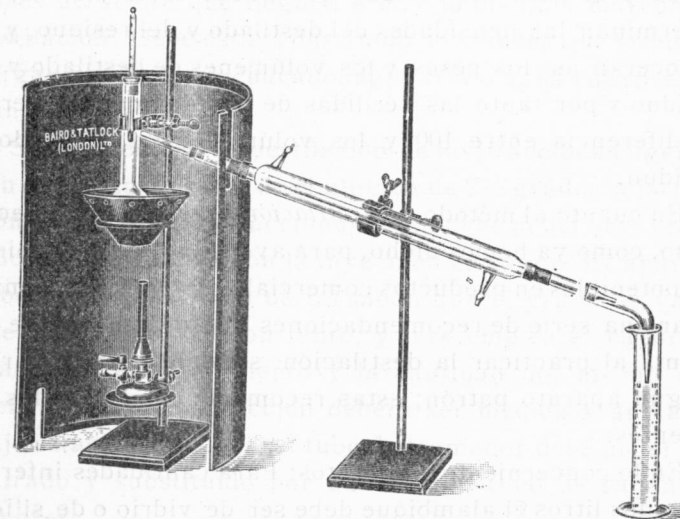


Figura 43.—Aparato de la I. P. T.

por un mechero del tipo ordinario. Tanto matraz como mechero deben ir protegidos por una pantalla semicilíndrica, que evita la acción perturbadora de las corrientes de aire. El termómetro colocado en el matraz deberá ser del tipo especialmente establecido por la I. P. T. para este análisis.

Para operar con este aparato se pesa el matraz, cargando después en él 100 mililitros de petróleo y volviéndolo a pesar para conocer el peso de la carga, operando a la temperatura del laboratorio; acoplado después todo el aparato se empieza a calentar a una marcha inferior a 2 ó 2,5 mililitros por minuto, hasta que cese todo el hincha-

miento, después de lo cual se conservará una marcha uniforme de 2 a 2,5 mililitros por minuto (aproximadamente una gota por segundo), destilando sin interrupción hasta que el termómetro llegue a los 300 grados. Cada 25 grados que suba el termómetro se leerá el volumen destilado, anotándolo, y cuando se haya llegado a los 300 grados se detiene la destilación, se determina el volumen total de destilado y el peso del residuo que quede en el matraz, se determinan las densidades del destilado y del residuo, y se conocerán así los pesos y los volúmenes de destilado y de residuo y por tanto las pérdidas de destilación, que serán la diferencia entre 100 y los volúmenes de destilado y residuo.

En cuanto al método de *destilación a gran escala*, necesario, como ya hemos dicho, para averiguar los rendimientos obtenibles en productos comerciales, la I. P. T. se limita a dar una serie de recomendaciones que deben tenerse en cuenta al practicar la destilación, sin dar, por otra parte, ningún aparato patrón; estas recomendaciones son las siguientes:

En lo concerniente a aparatos: Para cantidades inferiores a dos litros el alambique debe ser de vidrio o de sílice; para mayores cantidades se hará de metal y, mientras que no se establezca nada acerca de su forma, se recomienda tener en cuenta las siguientes previsiones:

La caldera debe estar construida de manera que admita un caldeo uniforme, una transmisión adecuada de calor y un control de temperatura, con una tendencia mínima a la producción de sobrecaldeos locales.

Con el fin de lograr un fraccionamiento durante las primeras fases de la operación se debe proveer de un deflegmador eficiente. Este puede ser construido de vidrio o de metal y deberá tener la forma de una columna rellena de anillos de Raschig, de bolas de vidrio o de metal, o de cualquier material análogo. La forma, dimensiones y capaci-

dad del deflegmador deben ser apropiadas a la cantidad de aceite que ha de ser destilada y a la velocidad de destilación, debiendo admitir el paso de fracciones hasta una temperatura de 275 grados, sin que para ello sea necesario elevar la temperatura a la caldera por encima de 250 grados.

El equipo condensador debe ser de traza adecuada y de capacidad suficiente para condensar por completo los vapores de aceite que lleguen a él, a la máxima marcha de destilación. Debe estar construido de manera que se pueda cargar con hielo machacado, agua fría o agua caliente, según sea necesario.

Subsiguiente a la destilación de las fracciones ligeras, con un punto máximo de ebullición de 275 grados a la presión atmosférica, el fraccionamiento debe poder ser conducido bajo el vacío o con la inyección de vapor. El aparato debe estar construido de tal modo que el grado de vacío pueda conservarse constante, y si se emplea el vapor, el grado de recalentamiento y la cantidad del mismo empleada para cada fracción deberá ser medida y anotada. Bajo estas condiciones, el tubo deflegmador debe poder ser retirado y substituído por un sencillo tubo de salida de vapores.

En cuanto al método operatorio: las fracciones deben ser recogidas y anotadas como porcentajes, en peso o en volumen, del petróleo bruto destilado para cada intervalo de 25 grados o, si conviene más, se pueden recoger fracciones definidas que representen el 5 ó el 10 por 100 del petróleo bruto, anotando las temperaturas a las que esto sucede. Si se sigue el primer método se recomienda anotar la temperatura inicial o punto de partida y anotar los volúmenes que se recojan a 50, 75, 100 grados, etc. Cada fracción obtenida hasta la temperatura de 275 grados deberá ser ensayada para determinar su densidad, así como cualquier otra cualidad que se juzgue interesante, tal como color, punto de inflamación, contenido en azufre, etc.

Si el deflegmador usado es eficiente no será precisa una nueva destilación de las fracciones ligeras; pero si se desea, una porción del destilado podrá ser fraccionado, según los métodos aplicables a las diversas fracciones y establecidos por la I. P. T.

Además de estos métodos, Holde propone un método de destilación que no presenta en realidad nada excepcional, salvo la disposición para la inyección de vapor y la destinada a conseguir condensación fraccionada del destilado.

En Norteamérica se sigue para este estudio un verdadero método semi-industrial, destilando cantidades considerables de petróleo bruto (uno o dos barriles) en calderas de destilación pequeñas, pero análogas, en cuanto a forma y disposición, a las calderas empleadas en la industria. Se obtienen fracciones separadas cada dos grados, y terminada la destilación se unen las fracciones necesarias para componer las diversas cantidades comerciales, sobre las que se realizan después toda clase de ensayos, para averiguar su calidad y hallar el mejor método de tratamiento ulterior.

CAPITULO SEGUNDO

GASOLINA Y OTROS DERIVADOS LIGEROS DEL PETRÓLEO

a) *Ensayos químicos.*

1. Contenido en agua.
2. Acidez.
Método de Formanek.
Idem del U. S. Bureau of Mines.
3. Acción del ácido sulfúrico.
4. Azufre y compuestos sulfurados.
Métodos cualitativos.
Doctor test.
5. Hidrocarburos aromáticos.
Método de Holde.
Otros métodos cualitativos.
Método cuantitativo del punto de anilina (C. S. T.)
6. Hidrocarburos no saturados.
 - 1.º Determinación de la pérdida al ácido sulfúrico.
Método de Kraemer-Botcher.
Idem del U. S. Bureau of Mines.
 - 2.º Determinación del índice de yodo.
Método de Hanus.
 - 3.º Determinación de la absorción de bromo.
 - 4.º Ensayo térmico de Maumene.
Comparación entre los cuatro métodos.
7. Alcoholes metílico y etílico, éter y acetona.
8. Ensayo de corrosión y espesamiento.

* * *

Consideraremos en este capítulo la *gasolina* (*esencia* en Francia, *bencina* en Europa Central, *nafta* en Norteamérica, *spirit* en Inglaterra, etc.), y además el éter de petróleo, la llamada gasolina disolvente y el aceite de limpieza. Los ensayos de todos ellos son los mismos.

a) ENSAYOS QUÍMICOS

1. **Contenido en agua.**—La gasolina no se mezcla con el agua, por lo que, en general, no es preciso determinar la proporción de ésta, que no existirá; pero en algunas ocasiones puede existir, proviniendo de que se haya agitado la bencina con agua, en cuyo caso se ha probado que una pequeña porción de ésta es absorbida por aquélla.

Existen varios métodos para realizar esta determinación, pero todos son poco aplicables, sobre todo desde el punto de vista industrial; por ello, un procedimiento bastante usado para la determinación cualitativa, y que da resultados bastante seguros, consiste en introducir en la bencina algunos fragmentos de sodio o de carburo de calcio; si existe agua en la bencina, se verá, después de una agitación, que se desprenden burbujas de hidrógeno si se emplea el sodio, o de acetileno si se emplea el carburo, siendo el sodio el más recomendable de los dos productos.

2. **Acidez.**—La acidez de una gasolina proviene de que en las últimas fases del procedimiento de refinado no se ha separado totalmente de la misma el ácido empleado en las primeras. Para conocer si una gasolina contiene o no ácido, se toman 10 centímetros cúbicos de la misma en un tubo de ensayo, agitándolo con dos centímetros cúbicos de solución diluida de tornasol y viendo si la coloración de ésta es azul, roja o azul violeta (neutralidad). También puede emplearse el naranja de metilo, que se coloreará en rojo si existe ácido, y mejor aún, según la recomendación de Formanek, el azul álcali 6B de Höchst, del que se disuelven 0,001 gramos en 100 centímetros cúbicos de alcohol etílico, tratando la disolución con otra centinormal de sosa hasta que adquiera la coloración roja, tomando después algunos centímetros cúbicos de ella para mezclarlos con la gasolina, la que se coloreará en azul si existe ácido; este indicador

presenta la ventaja de que cambia de color también con los ácidos orgánicos, que puedan existir en la gasolina procedentes del petróleo bruto original y que no tienen acción sobre el naranja de metilo ni sobre el tornasol.

El *U. S. Bureau of Mines*, en la lista de métodos oficiales, recomienda otro método, consistente en tomar, en un tubo de ensayo, una porción del residuo que queda en el matraz después de realizar el ensayo de destilación (ver más adelante), agitándolo después con tres volúmenes de agua destilada, dejando reposar, tomando la capa acuosa con una pipeta para llevarla a otro tubo, y añadiéndole unas gotas de naranja de metilo que producirán, si existe ácido en la gasolina, una coloración roja.

La I. P. T. recomienda para determinar la acidez de una gasolina el método que describiremos al tratar de los aceites para gas.

Las gasolinas de buena calidad presentan siempre o casi siempre la reacción neutra, y sólo en casos excepcionales, debido a un refinado incompleto, algunas gasolinas pesadas presentan una ligera acidez.

3. **Acción del ácido sulfúrico.**—La coloración obtenida cuando se ponen en contacto una gasolina y ácido sulfúrico concentrado proporciona una idea acerca del grado de pureza obtenido en el proceso de refinado.

Para realizar este ensayo se toman 10 centímetros cúbicos de gasolina, los que se tratan en un frasco con cinco centímetros cúbicos de ácido sulfúrico de 1,53 de densidad, agitándolos durante tres minutos, dejando reposar para la separación en dos capas y observando el color de la capa de ácido.

Con una gasolina refinada, que sea completamente volátil por debajo de 150 grados, no se obtendrá coloración alguna en el ácido sulfúrico, pudiéndose tolerar, por otra parte, y si se trata de gasolina para motores, una ligera

coloración amarilla. Las gasolinas medias o pesadas dan en la generalidad de los casos coloración al ácido sulfúrico, las que oscilan desde el pardo claro para las medias, hasta el pardo obscuro para las pesadas.

Este ensayo no proporciona, por otra parte, indicaciones exactas respecto al grado de refinación, puesto que gasolinas rectificadas, aunque no hayan sido refinadas, pueden no colorar el ácido, mientras que otras refinadas, pero no bien rectificadas, producen alguna coloración.

4. Azufre y compuestos sulfurados.—El azufre en una gasolina se puede presentar en forma de sulfuro de carbono, compuestos sulfurados, complejos y azufre en estado libre. Su investigación es del mayor interés, sobre todo si la gasolina se dedica a ser empleada como combustible líquido. Para llevarla a cabo se pueden seguir diversos métodos:

Una investigación cualitativa, empleada con frecuencia, consiste en tratar 10 centímetros cúbicos de la gasolina con tres centímetros cúbicos de solución alcohólica amoniacal de nitrato argéntico, obtenida disolviendo 0,1 gramo de $\text{NO}_3 \text{Ag}$ en 10 centímetros cúbicos de alcohol y añadiendo a la disolución cantidad suficiente de amoníaco para que se redisuelva el precipitado formado al empezar dicha adición. Se agita el conjunto, calentando durante varios minutos al baño-maría y, si existe algún compuesto sulfurado en la gasolina, el líquido adquiere una coloración parda o negra, debida al sulfuro argéntico precipitado.

Para investigar el sulfuro de carbono, se trata la gasolina con cuatro veces su volumen de solución alcohólica de potasa cáustica al 25 por 100, calentando el conjunto con frecuente agitación, añadiendo después unas gotas de una disolución alcohólico-amoniacal de cloruro de níquel, que originará, en contacto con el xantato potásico formado anteriormente, si existía el sulfuro de carbono, una coloración

parda-rojiza. En opinión de Formanek este método es sensible para contenidos de sulfuro de carbono aun inferiores a 1 por 100.

Votocek propone tratar la gasolina con un volumen igual de solución alcohólica de potasa cáustica, añadiendo después unas gotas de anilina, agitando con energía y calentando suavemente. Unas gotas de solución muy diluida de nitroprusiato sódico recién preparada producirán, después de una agitación, una coloración violácea si existe sulfuro de carbono.

Como determinación cuantitativa se pueden aplicar los métodos que hemos explicado en el capítulo primero del primer grupo al ocuparnos de los ensayos de los benzoles.

Puede seguirse también para esta determinación el método de la lámpara, empleando para ello el procedimiento operatorio que explicaremos en detalle al tratar de los aceites de alumbrado.

En América se sigue por diversas Compañías petrolíferas, entre las que citaremos a la Standard Oil Co., un método designado con el nombre de *doctor test* y que durante la Gran Guerra estaba incluido en las especificaciones a que habían de someterse las gasolinas para aeroplanos. Para aplicarlo se toman 10 centímetros cúbicos de la gasolina y cinco del reactivo especial o *doctor solución* (preparada disolviendo 125 gramos de sosa cáustica en un litro de agua destilada, añadiendo 60 a 70 gramos de litargirio y agitando durante veinte minutos, después de lo cual se lo filtra a través de una capa de amianto en un crisol de Gooch), agitándolos durante quince segundos en un tubo de ensayo, añadiendo después una pequeña porción de azufre en polvo y agitando de nuevo por otros quince segundos, después de lo cual se deja reposar, con lo que se formarán dos capas, una de gasolina y otra de la solución reactivo. Si la gasolina se colorea y la capa de azufre que se forma en la superficie de separación de los dos líquidos se ve obs-

curecida hasta el punto de ser difícil apreciar su color amarillo, se considera el ensayo como positivo, y si, por el contrario, la gasolina sólo se colorea ligeramente, o si el azufre aparece manchado de verde o de pardo, el ensayo se considera negativo. Este método figura también en los métodos *standard* de la I. P. T.

También puede determinarse el azufre de una gasolina por la bomba calorimétrica, operando para ello según el método ya explicado. Modernamente la mayoría de los químicos del petróleo aplican este método para realizar la determinación al mismo tiempo que la del poder calorífico.

5. Hidrocarburos aromáticos.—Cada vez con más frecuencia se emplean mezclas de gasolina y benzol como combustible para motores de explosión; por ello es de gran interés la determinación del contenido de una gasolina en hidrocarburos aromáticos, no sólo para conocer su grado de pureza, sino también para determinar, previamente a su empleo, las condiciones en que éste ha de ser más conveniente.

Para investigar *cualitativamente* estos hidrocarburos hay varios métodos, entre los que citaremos los siguientes:

a) Holde propone emplear un asfalto especial, obtenido por purificación del asfalto ordinario con benzol de 0,70-0,71 de densidad, el cual, siendo insoluble en la gasolina, se disuelve con facilidad en el benzol, produciendo una disolución pardo oscura. Para realizar el ensayo se trata la gasolina con una pequeña porción de dicho asfalto, pulverizado finamente, agitando bien y filtrando; si el filtrado es incoloro, la gasolina no contendrá proporción apreciable de hidrocarburos aromáticos, mientras que si éstos se hallan presentes en alguna proporción, el líquido que filtra estará coloreado con tonos que varían desde el amarillo al pardo. Aunque se dice que por este medio se puede recono-

cer hasta un 5 por 100 de aromáticos, la preparación del asfalto es incómoda y la sensibilidad no es suficiente.

b) Se propone también, basándose en que el benzol comercial contiene alrededor de 0,6 por 100 de tiófeno, mientras que la gasolina que no contenga benzol se halla libre de dicho compuesto, emplear la isatina en solución sulfúrica, que produce con el tiófeno, según hemos dicho al ocuparnos del benzol, una coloración azul. Sin embargo, Formanek (1) expresa que este método es, si no inaplicable, por lo menos poco seguro, debido a que hallándose la isatina en disolución en ácido sulfúrico concentrado, este ácido adquiere en muchos casos con la gasolina una coloración más o menos oscura que enmascara la coloración que produciría el tiófeno, habiendo hallado, como consecuencia de sus investigaciones, que dichas coloraciones falsas son debidas a impurezas de la gasolina.

c) Dieterich (2) propone el empleo de un colorante, la *dracorubina* (mezcla de los ésteres draco-resino-tanólicos de los ácidos benzoico y benzoil-acético), que, siendo insoluble en gasolina, produce una coloración rojo oscuro con el benzol, toluol y xiloles. Para ello propone preparar cuatro tiras de papel impregnado con la dracorubina, introduciéndolos, en unión de 30-35 centímetros cúbicos de la gasolina, en una probeta de tapón y de vidrio bien claro, dejándolos en reposo durante todo el día, o toda la noche, a la temperatura del laboratorio después de haberlos agitado; transcurrido el plazo indicado se vuelve a agitar y se examina el color del líquido, colocando la probeta sobre una hoja de papel blanco. Si existe sólo un 5 por 100 de benzol, la coloración, aunque ligera, es apreciable. Formanek (3) ha estudiado también este método, hallando que, aun siendo

(1) *Benzine and Minerals Lubricants*, páginas 69-72.

(2) *Die Untersuchung und Prüfung der leichten Motor-betriebsstoffe*, 1916, páginas 19, 41.

(3) *Loc. cit.*

de bastante sensibilidad, presenta el inconveniente de que la dracorubina produce una coloración análoga con los alcoholes metílico, etílico y amílico, con el éter, el sulfuro de carbono, la acetona y el cloroformo, todos los cuales, salvo este último, pueden hallarse presentes en la gasolina. Además, la dracorubina se altera gradualmente con el contacto del aire, decolorándose además por la acción de la luz difusa, lo que obliga a emplear siempre soluciones recién preparadas. Por ello propone la substitución de dicho colorante por otros colorantes más fácilmente obtenibles, más baratos y menos alterables, recomendando los dos siguientes: azul oscuro de idantreno BT y violeta de idantreno RT de la Badische, que son mucho menos solubles que la dracorubina en los diversos cuerpos que se pueden hallar presentes en una gasolina, y que son mucho más resistentes a la acción del aire y de la luz; para su empleo se seguirá el siguiente método:

Se toman 0,05 gramos del colorante, añadiéndolos a 20 centímetros cúbicos de la gasolina, contenida en un pequeño frasco de vidrio claro provisto de tapón, agitando bien la mezcla y dejándola en reposo durante dos horas, al cabo de las cuales se filtra la gasolina en un cristallizador, en el que forma una capa de 10 centímetros, y se lo examina por transparencia colocando éste sobre un papel blanco; si la gasolina no tiene aromáticos se observará solamente una ligera tinta que casi no se puede apreciar, bastando que exista un 2 por 100 para que el color sea ya bien apreciable y viéndose aumentar el tono a medida que la proporción de aromáticos es más elevada.

Para la determinación *cuantitativa* existen también varios métodos, de los cuales citaremos el basado en la nitración de los aromáticos, cuando se trata la gasolina con ácido sulfúrico concentrado y ácido nítrico fumante, en la proporción relativa de 1 a 2 y el estudiado por la *Institution*

of Petroleum Technologists (1), que en realidad es doble, y que consiste en lo siguiente:

Si en una gasolina se extraen los hidrocarburos aromáticos que contenga, las constantes físicas de la misma experimentarán una cierta variación, siempre que la extracción se realice de manera que los demás constituyentes de la gasolina no sean atacados. De todas esas constantes, las que presentan mayor interés y proporcionan un conocimiento mejor de la existencia de aromáticos, son la *densidad* y la *temperatura crítica de disolución en la anilina*, o sea la temperatura a la cual son miscibles volúmenes iguales de gasolina y de anilina. Tanto en un caso como en otro, el procedimiento operatorio no es otro que determinar dichas constantes en la gasolina original, someterla después a un tratamiento por ácido sulfúrico concentrado, para sulfonar los aromáticos si los hay y volver a determinar de nuevo dichas constantes, observando las diferencias entre los nuevos valores y los primitivos, basándose después en dichas diferencias para calcular la proporción existente de aromáticos.

Si se opera sobre la variación de la densidad, se determinará ésta valiéndose de un picnómetro de cinco centímetros cúbicos y aproximando hasta la cuarta decimal. Se empleará un depósito en el cual se regula la temperatura mediante un termóstato. Determinada así la densidad, se procederá a la sulfonación, operando según explicaremos al ocuparnos de la temperatura de disolución de la anilina, y después se determinará de nuevo la densidad de la gasolina, separada del ácido de tratamiento. Partiendo de la variación de la densidad y conociendo las densidades del benceno, tolueno y xileno, que son respectivamente 0,8841, 0,8712 y 0,8623, se podrá determinar la proporción existente del hidrocarburo aromático, si bien conviene aplicar al por-

(1) A. E. DUNSTAN: *L'Standardisation des essais du pétrole*.



centaje hallado una pequeña corrección, para compensar el ligero aumento de volumen que se produce cuando se mezclan hidrocarburos aromáticos con otros no aromáticos; estas correcciones son:

| Porcentaje calculado | CORRECCIÓN ADITIVA SI SE TRATA DE: | |
|-------------------------|---------------------------------------|---------|
| | Benceno | Tolueno |
| 5 | 0,3 | 0,2 |
| 10 | 0,6 | 0,4 |
| 15 | 0,8 | 0,6 |
| 20 | 1,0 | 0,7 |
| 25 | 1,2 | 0,9 |
| 30 | 1,3 | 1,0 |

Si en lugar de existir en mezcla con la gasolina un solo hidrocarburo aromático, existen los tres, como es lo normal, es preciso realizar una separación aproximada de los mismos por fraccionamiento de la gasolina, según explicaremos al exponer el método basado en la variación de la temperatura crítica de disolución en la anilina. Este método de la densidad presenta sobre el de la anilina la ventaja de la rapidez, pero en cambio precisa, como acabamos de ver, del conocimiento de la densidad del hidrocarburo aromático existente, y además, en el caso de ser varios, se hace más difícil que con la anilina su diferenciación exacta.

Para aplicar el método que reposa en la variación de la temperatura crítica de disolución en la anilina (C. S. T. o *punto de anilina* de los ingleses) se procede como sigue, según la técnica de Tizard y Marshall (1):

Se toman con una pipeta 10 centímetros cúbicos de la gasolina y otros tantos de anilina recién destilada, vertiéndolos

(1) *J. Soc. Chem. Ind.*, 1921, pág. 20.

dolos en un tubo de ensayo (fig. 44), provisto de un termómetro y de un agitador y que se fija, mediante un tapón, en el interior de otro tubo de más diámetro que sirve de camisa de aire, llevando el conjunto a un baño-maría, donde se le calienta hasta que la mezcla de líquidos dé una disolución clara, enfriándolo entonces lentamente y manteniendo la agitación hasta que se observe en él una turbidez, calentándolo de nuevo hasta nueva clarificación y volviéndole a enfriar hasta que se inicie de nuevo la turbidez, en cuyo momento se lee el termómetro y la temperatura que indique será el punto de anilina buscado, o sea la temperatura crítica de disolución en la anilina. Este doble caldeo y enfriamiento se hace necesario si se quieren resultados precisos, con el fin de evitar la inercia del termómetro, que experimenta una cierta lentitud al enfriamiento después de haber alcanzado temperaturas superiores al punto buscado.

Determinado así el punto de anilina de la gasolina original, se procede a la sulfonación, para lo cual se toman 30 a 40 centímetros cúbicos de la misma, agitándola, con el triple de su volumen de ácido sulfúrico de 98-100 por 100, en un embudo de decantación provisto de tapón, durante media hora, al cabo de la cual se deja reposar, para conseguir la separación de los dos líquidos, separando, una vez esto logrado, la capa de ácido y lavando la gasolina con una mezcla de sosa cáustica y agua. Esta gasolina se somete al mismo procedimiento explicado más arriba para la determinación de la temperatura crítica de disolución en la anilina, hallando el nuevo valor de ésta. De la diferencia, entre las dos temperaturas así determinadas, se

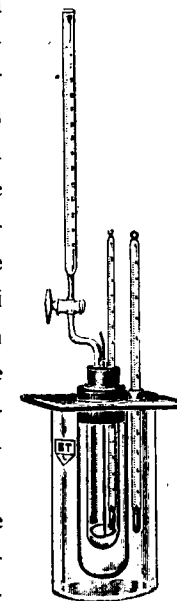


Fig. 44.—Aparato para el punto de anilina.

deduce el porcentaje de aromáticos valiéndose de la siguiente tabla:

| Aumento del punto de anilina | Porcentaje en peso de aromático |
|------------------------------|---------------------------------|
| 5° | 5,9 % |
| 10° | 11,5 % |
| 15° | 16,8 % |
| 20° | 21,9 % |
| 25° | 26,7 % |
| 30° | 31,4 % |
| 35° | 35,9 % |
| 40° | 40,2 % |
| 45° | 44,3 % |
| 50° | 48,2 % |

los valores dados en la cual tienen una exactitud de un 2 por 100, es decir, que si por ejemplo se ha hallado un contenido en aromáticos de 30 por 100, el contenido real será de $30 \pm 0,6$.

Si se quisiera determinar la calidad de los aromáticos, es decir, conocer las proporciones de benceno, tolueno y xileno existentes en la gasolina, precisará, como ya lo hemos indicado más arriba, proceder a un fraccionamiento. Es prácticamente imposible realizar una separación completa de dichos aromáticos; pero se ha visto que, operando de manera muy lenta en la destilación y obteniendo tres fracciones separadas, se logra una separación aproximada bastante completa. Para ello se tomarán 250 centímetros cúbicos de la gasolina y se los destilarán, fraccionándolos mediante una buena columna deflegmadora, cambiando de recipiente a los 95, 122 y 150 grados y conduciendo la destilación de manera que se recojan 4,5 centímetros cúbicos por minuto; se obtendrán así las tres fracciones siguientes:

- A..... Hasta los 95° (fracción del benceno),
- B..... Entre los 95° y los 122° (fracción del tolueno),
- C..... Entre los 122° y los 150° (fracción del xileno),

habiéndose visto que hay compensación, es decir, que las cantidades de tolueno, por ejemplo, que destila antes de los 95 grados y de benceno que destila después de dicha temperatura se neutralizan prácticamente.

Cada una de estas fracciones se somete al ensayo de determinación del punto de anilina, según acabamos de describir, se someten después a la sulfonación, se vuelven a ensayar para el punto de anilina y se determinan así los contenidos de cada una de ellas en aromáticos, deduciendo de estos valores los porcentajes existentes en la gasolina original, como se ve por el siguiente ejemplo:

| | |
|-------------------------------------------|------------------------------------|
| Cantidad total de gasolina examinada..... | 250 c/m ³ |
| Volumen de la fracción A..... | 70 c/m ³ |
| Por 100 de benceno en ésta..... | 30 % |
| Idem en la gasolina..... | $30 \times \frac{70}{250} = 8,4\%$ |

De manera análoga se procederá con las otras fracciones, para determinar el porcentaje en tolueno y xilenos.

Como comprobación conviene determinar el contenido global en aromáticos y comparar el valor así hallado con el obtenido sumando los porcentajes parciales. Los resultados que se obtienen con este método, son más exactos si se realizan las operaciones sobre los pesos y no sobre los volúmenes, pero, desde el punto de vista comercial y práctico, el método por volumen es más rápido y menos sujeto a los errores inherentes a su aplicación por personas poco habituadas.

Este método cae en defecto si la gasolina contiene hidrocarburos no saturados, procedentes principalmente del *cracking* más o menos parcial ocurrido durante la destilación del petróleo. Para poder aplicar este método en dicho

caso, se toma una porción de la gasolina y se la trata primero con el triple de su volumen de ácido sulfúrico a 80 por 100 durante media hora, determinando el punto de anilina después del tratamiento, tratando de nuevo con ácido sulfúrico a 98 por 100 y volviendo a determinar el punto de anilina, y en este caso la proporción de aromáticos estará dada con bastante aproximación, siempre que el contenido en no saturados no sea muy elevado, por la cifra hallada comparando los dos puntos de anilina así determinados.

6. **Hidrocarburos no saturados.**—Como es bien sabido, en la actualidad uno de los factores más importantes existentes en la producción de gasolina es el *cracking* o crujido, en virtud del cual se transforman en combustible para motores de explosión, una proporción considerable de las fracciones elevadas del petróleo, o sean los aceites pesados. Las gasolinas, procedentes de las instalaciones en las que se aplican los métodos de *cracking*, se distinguen por el elevado porcentaje de hidrocarburos no saturados que contienen. Estos cuerpos eran en otro tiempo rechazados inexorablemente en una gasolina, por lo que éstas se refinaban dirigiendo el refinado a la total separación de los mismos, con las consiguientes pérdidas que llegaban a ser considerables, sobre todo tratándose de productos del *cracking*; afortunadamente dicho estado de cosas ha cambiado radicalmente, hasta el punto de que existe la evidencia de que una proporción de hidrocarburos saturados que llegue hasta el 12 por 100 no deja por ello de hacer que la gasolina sea un combustible para motores satisfactorio, y aun se admite que gasolinas que contengan más de esa proporción pueden usarse sin trastorno, habiéndose llegado por algunos (1) a expresar la superioridad de la gasolina de *cracking* sobre la obtenida por los métodos ordinarios de destilación. Por

(1) Hall, W. A.—*Petroleum World*, vol. 12, Mar. 1915, págs. 137-149.

todo ello, la determinación del contenido en hidrocarburos no saturados de una gasolina no presenta un gran interés, desde el punto de vista comercial, pero, en cambio, desde el punto de vista técnico es de mucha importancia, porque permite apreciar la calidad química de una gasolina y su origen y método de obtención.

Para la determinación del *grado de no saturación* de una gasolina, se preconizan diversos métodos, que vamos a estudiar en detalle, comparándolos entre sí y viendo las modificaciones introducidas en ellos por diversos investigadores. Estos métodos son:

- 1.º Determinación de la pérdida al ácido sulfúrico.
- 2.º Determinación del índice de iodo.
- 3.º Determinación de la absorción de bromo.
- 4.º Ensayo térmico de Maumené o de caldeo al ácido sulfúrico.

1.º **Determinación de la pérdida al ácido sulfúrico.**—Como el ácido sulfúrico concentrado reacciona con los hidrocarburos no saturados y, parcialmente, además con otros compuestos oxigenados y sulfurados existentes en los petróleos brutos, este ensayo es muy importante para conocer el grado de refinado de una gasolina y su grado de no saturación; además, la cifra que indica la pérdida al ácido sulfúrico constituye una de las cifras fijas en numerosas especificaciones reguladoras de suministros de gasolinas. Para realizar este ensayo hay diversos métodos, entre los cuales citaremos como más importantes los siguientes:

a) *Método de Krämer-Böttcher.*—Se miden 25 centímetros cúbicos de la gasolina, en un frasco de 75 centímetros cúbicos que tenga un cuello de 50 centímetros cúbicos de largo (fig. 45), graduado en décimas de centímetro cúbico, y se le añaden 25 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado de 1,84 de densidad, tapando el frasco y agitándolo con energía durante quince minutos, dejando después en

reposo durante cincuenta minutos y añadiendo entonces suficiente ácido sulfúrico, para que toda la gasolina llegue a ocupar el cuello, en el cual se leerá el volumen a que haya quedado reducida, hallando por diferencia la pérdida por tratamiento, sufrida en los 25 centímetros cúbicos, de lo que se pasará a la pérdida por 100.

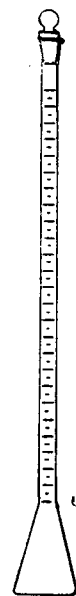


Fig. 45.
Frasco de
Krämer-
Böttcher.

b) *Método del U. S. Bureau of Mines* (1).—Este método, que no es sino un perfeccionamiento, introducido por los investigadores del U. S. Bureau of Mines, E. W. Dean y H. H. Hill, al método propuesto por Egloff y Twomey (2), para substituir el método anteriormente explicado por otro que no precisase el empleo de un matraz especial como hemos descrito, se basa en la utilización de una centrifugadora y de frascos para la misma, del tipo conocido y designado en Norteamérica como *Babcock cream bottle* y empleado en las determinaciones de la materia grasa contenida en una leche; los frascos empleados están provistos en su cuello de una graduación que comprende cinco centímetros cúbicos. Para realizar el ensayo, se toman cinco centímetros cúbicos de la gasolina en un frasco de dicho tipo, agregándole el doble de su volumen de ácido sulfúrico concentrado (1,84 de densidad), después de haber enfriado tubo y gasolina por una inmersión durante uno a dos minutos en agua de hielo; al agregar el ácido se pondrá cuidado de que éste escurra suavemente a lo largo de la pared del frasco, en lugar de caer de manera violenta sobre la superficie de la gasolina; se cerrará entonces el tubo, mediante un tapón de goma, y se lo agitará, suavemente primero, con energía después, durante varios minutos con un movimiento circular. Contrariamente a lo

(1) *Technical Paper*, 180.

(2) *Met. and Chem. Eng.* Marzo 1916, pág. 247-250.

que se supone con frecuencia, acerca de la violencia de la reacción entre el ácido sulfúrico y los hidrocarburos no saturados del petróleo, los investigadores citados establecen, como resultados de sus experimentos, que dicha reacción es tanto menos violenta cuanto mayor es el exceso de ácido sulfúrico, lo que explican, primero, porque la mayor capacidad calorífica del ácido absorbe rápidamente el calor formado por la reacción y, en segundo lugar, porque, hallándose el ácido en exceso, la reacción se debe considerar como de ataque de los hidrocarburos no saturados al ácido, mientras que en el caso contrario, el ataque será del ácido a los hidrocarburos no saturados y, a consecuencia de ello, en el primer caso habrá una combinación con la probable formación de éteres, mientras que en el segundo habrá una reducción del ácido, con desprendimiento de productos volátiles, entre los que se ha de citar el SO_2 .

Después de realizada la agitación, se logrará la separación de la gasolina y del ácido por uno cualquiera de los dos procedimientos siguientes:

1.º Dejando reposar el frasco, después de haber añadido a la mezcla cantidad suficiente de ácido sulfúrico, para que el nivel del líquido se aproxime a la graduación superior del cuello de aquél y dejando el conjunto en reposo durante toda la noche, para conseguir una separación neta por diferencia de densidad.

2.º Colocando el frasco cerrado en una centrifuga y haciendo girar a ésta durante dos o tres minutos a una velocidad de 500 a 1.000 r. p. m., después de lo cual se añade ácido sulfúrico en cantidad suficiente, para que el nivel quede por encima de la graduación más baja del cuello, centrifugando de nuevo hasta separación completa y añadiendo finalmente la cantidad necesaria de ácido para que el nivel se aproxime a la marca superior de la graduación.

Conseguida la separación por uno u otro método, nos bastará leer el volumen ocupado por la gasolina para ver la

reducción sufrida por el mismo y deducir de ella el porcentaje de *pérdida al ácido sulfúrico*.

Los químicos del U. S. Bureau of Mines han realizado ensayos, para determinar en qué proporción el ácido empleado en este ensayo atacaba y absorbía los hidrocarburos aromáticos eventualmente presentes en la gasolina, habiendo visto que benceno y tolueno se muestran casi inatacables por el ácido sulfúrico concentrado corriente empleado en el ensayo y que el xylol (nombre con que designan a la mezcla de los tres xylenos) es algo atacable, sufriendo una absorción de un 10 por 100; sin embargo, como la proporción de xylenos presentes en las fracciones del benzol existentes generalmente en la gasolina es muy reducida, el error que introduce la absorción de un 10 por 100 de los mismos es muy pequeño, hallándose dentro del grado de aproximación ya indicado de 1 a 2 por 100.

2.º Determinación del índice de iodo.—Esta determinación, tan útil en el análisis de una grasa vegetal o animal, es también de valor en la determinación del grado de no saturación de una gasolina, ya que los hidrocarburos saturados se combinan por adición con los halógenos. Claro está que el índice de iodo no da el contenido en hidrocarburos no saturados, sino una cifra que, por comparación con otras, permite formarse una idea del grado de no saturación de la gasolina, siendo en esto como el ensayo antes descrito de la pérdida al ácido sulfúrico. Para llevar a cabo este ensayo se pueden seguir diversos métodos, entre los que citaremos el de Hübl (1), que ha experimentado diversas modificaciones; el de Wijs (2), y el de Hanus (3), que ha sido objeto de diversos estudios acerca de las mejores con-

(1) *Eine allgemein anwendbare Methode zur Untersuchung der Fette.*—*Ding. Poly. Jour. Bd.* 1884, págs. 281-295.

(2) *Zur Jod-Additionsmethode.*—*Ber. Deut. Chem. Ges.* 31, 1898, págs. 750-52.

(3) *Die Anwendung von Jodmonobromid bei der Analyse von Fettem und Oelen.*—*Zschr. Unters. Nahr. Genuss.*, vol. 16, 1910, págs. 913-9-0.

diciones para su realización por Smith y Tuttle (1), que es el recomendado por el U. S. Bureau of Mines (2) y el que vamos a describir, por ser en nuestra opinión el más recomendable no sólo por su mayor rapidez sobre el de Hübl, sino también porque no precisa los reactivos especiales empleados en el de Wijs. De éste y del de Hübl nos ocuparemos al tratar de los lubricantes.

Para aplicar el *método de Hanus* es preciso preparar las siguientes soluciones:

1.^a Solución de iodo, obtenida disolviendo 13,2 gramos de iodo bisublimado y tres centímetros cúbicos de bromo en un litro de ácido acético glacial y dejándolo varios días en reposo antes de usarlo.

2.^a Solución de bicromato potásico, preparada disolviendo 3,8663 gramos de $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$ puro y seco en agua y completando con ésta el volumen a un litro. Esta solución debe prepararse con sumo cuidado, ya que es la solución patrón que permite la comprobación de todas las demás. Un litro de la misma pondrá en libertad 10 gramos de iodo, procedentes de una solución de ioduro potásico acidificada.

3.^a Solución de ioduro potásico al 10 por 100 en peso.

4.^a Solución indicadora de engrudo de almidón, que puede prepararse de varios modos, siendo el más recomendable el de Gooch (3), según el cual se mezclan cinco gramos de almidón con una pequeña porción (alrededor de 0,01 gramos) de ioduro mercuríco, haciendo una pasta con una pequeña cantidad de agua, introduciendo después esta pasta en un litro de agua hirviente, haciendo hervir durante uno o dos minutos con agitación enérgica, dejando después enfriar y reposar y decantando el líquido claro, que se recoge en un frasco para irlo empleando según sea preciso.

(1) *U. S. Bureau of Standards Tech. Pap.* 37.

(2) *Tech. Pap.* 181.

(3) *Methods in chemical analysis.*

5.^a Solución de tiosulfato sódico, preparada disolviendo, aproximadamente, 25 gramos de la sal cristalizada ($S_2O_3Na_2 \cdot 5H_2O$) en agua y completando el volumen a un litro. Esta solución hay que comprobarla, para lo cual se tomarán mediante una pipeta 25 centímetros cúbicos de la solución de bicromato (equivalente a 0,25 gramos de yodo), vertiéndolas en un Erlenmeyer, de 200 centímetros cúbicos, que contenga 12 centímetros cúbicos de la solución de ioduro potásico y cinco centímetros cúbicos de ácido clorhídrico concentrado químicamente puro; el bicromato pondrá en libertad el iodo del ioduro, el cual se titulará con la solución de tiosulfato añadida lentamente, primero hasta que se llegue muy cerca de la decoloración y después, una vez añadidos unos centímetros cúbicos de la solución de engrudo de almidón, hasta que desaparezca el color azul que dicha adición produzca; como se conoce el peso de iodo existente en la solución, se podrá, conociendo el volumen empleado de la solución de tiosulfato, determinar el equivalente en iodo de cada centímetro cúbico de la misma. Esta comprobación de la solución de tiosulfato se debe llevar a cabo cada vez que se vaya a proceder a una serie de ensayos, ya que su título cambia ligeramente con el tiempo.

Una vez preparadas y comprobadas así las soluciones se estará en condiciones de proceder a las determinaciones de los índices de iodo. Para ello es conveniente, si se han de realizar varios ensayos, hacerlo escalonadamente y con intervalos de tiempo iguales entre cada uno de ellos, es decir, empezar uno poniendo en contacto las diversas soluciones y, mientras este contacto se mantiene ir iniciando los demás, siguiendo un orden fijo y siempre con el mismo período de tiempo entre cada dos operaciones; como los estudios más recientes muestran que el tiempo más conveniente de contacto entre la gasolina y la solución de iodo es de treinta minutos, es una buena prueba realizar seis ensayos al mismo tiempo, espaciándolos cinco minutos y así cuando

el último está preparado, el primero estará ya en condiciones de ser sometido a la determinación del iodo absorbido, operación que a su vez se podrá realizar en otros cinco minutos y, por tanto, terminada ella se estará en el punto de iniciar la misma determinación en el siguiente ensayo, y así sucesivamente, hasta terminar con el sexto. Cada uno de estos ensayos se realizará como sigue:

Se tomarán en un frasco Erlenmeyer, provisto de tapón esmerilado (fig. 46), 10 centímetros cúbicos de cloroformo o de tetracloruro de carbono, añadiéndole después una cantidad variable de gasolina, que oscilará entre 0,4 y 0,20 gramos, según la cantidad de hidrocarburos no saturados que contenga (esta variación obedece a la necesidad de que sólo se absorba en el ensayo del 10 al 30 por 100 del iodo empleado). Al agregar esta gasolina se deberá cuidar especialmente de evitar las pérdidas por evaporación de la misma, y para ello un buen método es el recomendado por el *U. S. Bureau of Mines*, empleando una pipeta capilar pequeña, hecha mediante un tubo de vidrio de un milímetro de diámetro interior, y en el cual se habrán hecho diversas marcas correspondientes a pesos diversos de gasolina, calculados según las diferencias de peso observadas, pesando la pipeta vacía y seca primero y conteniendo después volúmenes diversos de agua destilada a 15 grados; para utilizar esta pipeta se tomará en ella la cantidad de gasolina a ser empleada en el ensayo, a una temperatura de 15 grados, descargando su contenido en el Erlenmeyer, cuidando de que el extremo inferior de aquélla se halle debajo de la superficie del cloroformo, después de lo cual se lavará la pipeta con la mezcla de cloroformo y gasolina, que se dejará escurrir de nuevo en el matraz, llenándose entonces de nuevo la pipeta con el disolvente puro (cloro-

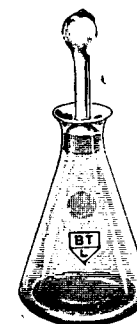


Fig. 46.—Matraz para determinar el índice de iodo.

formo o tetracloruro de carbono) para terminar su lavado y vertiendo también este líquido en el matraz; se añadirán después 10 centímetros cúbicos de la solución primera y se deja el conjunto en reposo durante treinta minutos, a ser posible, en la obscuridad y nunca a la luz directa del sol; al fin de este período de reacción se añaden 25 centímetros cúbicos de la solución de ioduro potásico y 100 de agua destilada, después de lo cual se procede a la titulación del iodo libre, valiéndose de la solución de tiosulfato sódico y operando según ya hemos indicado en la comprobación de esta solución, cuidando de agitar cada vez que se haga una nueva adición de solución y siguiendo hasta el cambio de color producido por el engrudo de almidón, añadido, según también hemos dicho, cuando va desapareciendo la coloración debida al iodo.

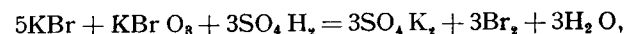
Conociendo el contenido en iodo de cada centímetro cúbico de la solución Hanus y la correspondencia en iodo de la solución de tiosulfato, se podrá, por una sencilla substracción, deducir el iodo absorbido por la gasolina; de esta cantidad se deducirá la que se vea ha sido absorbida en un ensayo *en blanco*, es decir, con las mismas cantidades de reactivos, pero sin gasolina, con el fin de eliminar el error que pudiera derivarse de la absorción de iodo por estos reactivos. El peso de iodo, definitivamente hallado como absorbido por la gasolina, dividido por el peso en gramos de la gasolina empleada en el ensayo y multiplicado por 100, dará el llamado *índice de iodo* de la gasolina examinada.

3.º **Determinación de la absorción de bromo.**—Este método, que se ha tratado de substituir al de determinación del índice de iodo, consiste, según la técnica de McIlhiney (1), en tratar a la gasolina, en un medio de tetracloruro de carbono, por bromo, que es absorbido parcialmente por

(1) *Jour. Am. Chem. Soc.*, 21, 1899, páginas 1.084-89.

los hidrocarburos no saturados de la gasolina, y en determinar después el bromo no absorbido mediante una solución de ioduro potásico, al cual descompondrá aquél poniendo el iodo en libertad, que se determina según el método general aplicado en la determinación del índice de iodo. Este método presentaba algunos inconvenientes, por lo que el Dr. Formanek (1), en colaboración con el Dr. J. Knop, lo ha modificado como sigue:

En un matraz de 50 centímetros cúbicos con tapón esmerilado, se cargan cinco centímetros cúbicos de la gasolina, 10 de ácido sulfúrico al 20 por 100 y otros 10, exactamente medidos, de una solución decinormal de bromuro y bromato de potasio, que contenga 9,9180 gramos de bromuro y 2,7836 gramos de bromato potásicos por litro de agua destilada. Al contacto de esta solución con el ácido sulfúrico se pondrá bromo en libertad, según la reacción:



lo que coloreará el líquido en pardo amarillento. Se tapa el matraz, se le envuelve en papel obscuro y se coloca en un agitador mecánico, donde se le mantiene en movimiento durante media hora, o bien, si no se dispone de agitador, se le deja en reposo en la obscuridad durante veinticuatro horas. Al mismo tiempo se habrá realizado un ensayo *en blanco*, es decir, con todos los reactivos, pero sin la gasolina, con el fin de contrastar la solución de bromuro y bromato.

Los matraces en ambos ensayos se tratarán después con cinco centímetros cúbicos de una solución al 10 por 100 de ioduro potásico y 10 centímetros cúbicos de agua y, después de haber añadido solución de engrudo de almidón recién preparada, se titulara el iodo libre, hasta desaparición del color azul, con una solución normal de tiosulfato

(1) *Comp. rend.*, 35, 1852, páginas 572-73.

sódico igual que la preparada, según explicamos al tratar de la determinación del índice de iodo. De la diferencia de los volúmenes empleados de esta solución en los dos ensayos se hallará el bromo consumido por los hidrocarburos no saturados.

4.º **Ensayo térmico de Maumené** (1).—Este ensayo, usado generalmente con los aceites de origen animal y vegetal, ha sido muy empleado en los laboratorios de las refineries de petróleo americanas, donde se le designa con el nombre de *acid heat test* y, en realidad, sólo consiste en medir el calor de reacción del aceite y del ácido en condiciones especiales. Su realización es como sigue cuando se trata de la gasolina:

Se toman 50 centímetros cúbicos de gasolina, en un frasco de vidrio con tapón, añadiendo 10 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico concentrado y agitando el conjunto. Al añadir el ácido, y después con intervalos regulares, suspendiendo para ello la agitación, se toma la temperatura del líquido hasta que se alcance un máximo, que indicará que se ha terminado la reacción; la temperatura máxima así alcanzada se designa como el *acid heat test*, expresándolo generalmente en grados Fahrenheit.

Los estudios de Dean e Hill, del *U. S. Bureau of Mines* (2), referentes a los métodos más convenientes para la determinación del grado de no saturación de una gasolina, han mostrado que el método en cuestión no es aplicable a la gasolina y necesita ser objeto de diversas modificaciones; además de que en general presenta el defecto de estar afectado lógicamente por las variaciones de capacidad calorífica de los recipientes empleados y por la mayor o menor posibilidad de pérdidas caloríficas, en el caso de la gasolina se ha encontrado una dificultad esen-

(1) *Comp. rend.*, 35, 1852, páginas 572 - 73.

(2) *Technical Paper*, 181.

cial, que hace al método realmente inaplicable a la gasolina y que reside en la volatilidad de la misma, lo que hace que una parte del calor desarrollado en la reacción se emplee en vaporizar una parte de aquélla, en lugar de producir un aumento de temperatura, introduciendo un error que, si bien en el caso de una gasolina normal es débil, en el caso de una gasolina rica en productos no saturados alcanza valores considerables. Las dificultades primeramente expuestas se han tratado de evitar por el empleo, recomendado por Tortelli (1), de botellas de dobles paredes entre las cuales se haya hecho el vacío a la manera de los frascos Devar, pero sin necesidad de ser de tan alta calidad, sino que simplemente las botellas empleadas en los terreros utilizados para la conservación de comidas o bebidas calientes son perfectamente aplicables; con su empleo se ha logrado casi eliminar por completo las pérdidas por radiación, y además, dada la extrema delgadez de las paredes internas, la influencia de la capacidad calorífica de las mismas se ha hecho casi inapreciable; pero lo que no hay manera de evitar ni de controlar son las pérdidas de calor por vaporización parcial de la gasolina, y por ello el *U. S. Bureau of Mines* ha renunciado a estudiar más el método y recomienda no se le emplee, salvo en casos en que se trate de gasolinas que contengan una proporción muy reducida de hidrocarburos no saturados.

De los cuatro métodos de que nos hemos ocupado, este último sólo se puede aplicar, y de una manera sólo aproximada, cuando se trate de gasolinas que contengan, como ya hemos dicho, una proporción muy reducida de no saturados, y por ello no es recomendable. En cuanto a los otros tres, o sean el método del índice de iodo de Hanus, el de la pérdida al ácido sulfúrico y el de la absorción de bromo, los estudios realizados por diversos investigadores

(1) *Chem. Centralb. Jahrg.*, 75, 1904, páginas 1.424 - 26.

y sobre todo los ya citados del *U. S. Bureau of Mines*, permiten establecer como sigue sus respectivos valores prácticos:

1.º El método de Hanus, aplicado con cuidado, da resultados satisfactorios para la determinación del grado de no saturación de una gasolina, pudiéndose realizar las determinaciones con una cierta rapidez y siendo los resultados bastante exactos; exige, sin embargo, una cierta costumbre y bastante cuidado en la técnica de la iodometría. Comparado con los otros métodos de determinación de este índice, el método de Hanus presenta serias ventajas a su favor.

2.º El método de determinación de la pérdida al ácido sulfúrico es rápido, fácil de aplicar y de bastante exactitud, si bien su valor depende del empleo de aparatos apropiados y de la observación de las sencillas, pero necesarias, precauciones ya indicadas en su descripción. El *Bureau of Mines* lo considera muy recomendable para el uso ordinario.

3.º El método de absorción de bromo, aunque da resultados bastante aproximados a los del índice de iodo, es mucho menos recomendable y además es bastante menos rápido, como se comprende sin dificultad al pensar en la serie de operaciones que exige.

7. Determinación de los alcoholes metílico y etílico, del éter y de la acetona.—La gasolina, como es bien sabido, es fácilmente miscible con los alcoholes metílico y etílico, con el éter y con la acetona y por ello a veces se encuentran alguno o algunos de estos cuerpos en la gasolina destinada a ser empleada en motores de explosión, con lo que, en realidad, en lugar de gasolina propiamente dicha, constituye uno de los llamados *combustibles para motores*. Por ello, su investigación en una gasolina es muy importante en ocasiones, y puede ser realizada, sea en el

combustible tal como se emplea, sea en las diversas fracciones obtenidas del mismo por destilación y limitadas entre las temperaturas de 40° — 60°, 60° — 80° y 80° — 100°. Si el objeto del ensayo es investigar los alcoholes metílico y etílico, así como la acetona, se agitarán porciones de las dos últimas fracciones con una pequeña porción de agua, dejando reposar para lograr la separación por densidades y, separando después la capa acuosa, se buscarán dichos cuerpos en ella, a la cual habrán pasado por disolución.

La presencia de los mismos en la gasolina se sospechará por el aumento de la densidad de las diversas fracciones, comparadas con las densidades que posean las mismas fracciones de una destilación patrón.

Si existe éter sulfúrico se hallará, en todo o en parte, en la fracción que termina de recogerse a los 40 grados, puesto que su punto de ebullición es 35 grados; su presencia produce también el aumento de la densidad de la fracción, y se le reconocerá fácilmente agitando la gasolina con agua, en la cual se disolverá parcialmente, comunicándole su olor característico, que en la gasolina podrá estar enmascarado por el olor propio de ésta.

Un ensayo previo de la presencia de los alcoholes metílico y etílico se realiza valiéndose de la fluorescina o uranina, colorante que es la sal sódica de la resorcinoftaleína. Se tomarán cinco centímetros cúbicos de la gasolina en un tubo de ensayo, añadiéndole una pequeña porción del colorante y agitando; la presencia de los alcoholes en cuestión se manifestará por una coloración amarillo anaranjado y por una fluorescencia verde intensa. Otros colorantes solubles en dichos alcoholes, como el azul Victoria recomendado por Ostwald, puede servir para este ensayo; pero la fluoresceína, merced a la fluorescencia que produce, lo hace más sensible que cualquier otro.

Para determinar aisladamente el alcohol etílico se pueden aplicar diversos métodos, entre los que citaremos:

1.º Reacción del iodoformo.—Se tomarán tres centímetros cúbicos del destilado, o mejor aún del extracto acuoso, obtenido de éste tratándolo con tres o cinco de solución diluída de potasa (1 : 20) hasta reacción fuertemente alcalina. Se calienta la mezcla a 50-60 grados y se añade, con agitación moderada, una solución que contenga un gramo de iodo en 50 centímetros cúbicos de agua, con cuatro gramos de ioduro potásico, hasta que la mezcla presente un color amarillo marcado, después de lo cual se deja reposar para lograr la separación de una capa inferior, acuosa que, si existe alcohol etílico en la mezcla, dejará depositar los cristales amarillos de iodoformo con su olor característico, bien en seguida, bien al cabo de algún tiempo. Si el ensayo se realiza sobre la fracción de la gasolina, se deberá cuidar de no agitar violentamente, porque el iodoformo es soluble en la gasolina; sin embargo, en todo caso se le reconocerá por el olor. Esta reacción no se puede aceptar como definitiva, acerca de la presencia del alcohol etílico, ya que el éter sulfúrico, el éter acético, la acetona, el acetaldehído, etcétera, dan lugar a la misma reacción y también ésta se presenta si existe el alcohol metílico, ya que este cuerpo suele estar impurificado con acetona y diversos aldehídos; por esta razón será preciso recurrir además a las siguientes reacciones de confirmación.

2.º Reacción de Berthelot del cloruro de benzoilo.—Se tratan cinco centímetros cúbicos de la muestra con dos gotas de cloruro de benzoilo, agitando y, después de algunos minutos, se trata con solución de potasa al 1 : 10 hasta reacción alcalina fuerte. Si existe alcohol etílico, se observará el olor agradable del benzoato de etilo que, sin embargo podrá ser enmascarado, si existen benzoles u otros aromáticos.

3.º Ensayo del acetaldehído.—Se tratará un centímetro cúbico de la muestra con otro tanto de ácido sulfúrico

puro, agregando después de manera gradual 20 — 25 centímetros cúbicos de una solución al 1 por 100 de permanganato potásico y la cantidad necesaria de solución saturada en frío de ácido oxálico (y si es preciso otro centímetro cúbico de ácido sulfúrico), para decolorar cualquier exceso de permanganato. Se habrá formado así el acetaldehído, que se reconocerá porque, añadiendo unas gotas de una solución recién preparada de nitroprusiato sódico, unas gotas de fenilhidracina y un centímetro cúbico de solución de sosa al 50 por 100, añadido gota a gota, se producirá, si existe aquél, una coloración roja. En este ensayo, la conversión del alcohol en acetaldehído se puede lograr ventajosamente mediante la inmersión en la muestra, durante varias veces, de una espiral de alambre de cobre superficialmente oxidada; con este medio se evita la introducción de sales de manganeso y además la oxidación se consigue con mayor rapidez.

Para investigar el *alcohol metílico* se aplicarán los siguientes ensayos:

1.º Ensayo del formaldehído.—Análogamente al ensayo ya descrito, de determinación del alcohol etílico por su oxidación para que pase a acetaldehído, en éste, para determinar el alcohol metílico, se lo convierte de igual manera en formaldehído y después se determina éste; para ello se toman dos centímetros cúbicos del destilado o del extracto acuoso, oxidándolos mediante el método ya descrito de la inmersión en él repetidas veces de una espiral incandescente de alambre de cobre oxidado superficialmente. El formaldehído producido se identifica por su olor característico y también tratando cinco gotas del líquido por veinte gotas de ácido sulfúrico concentrado y unos miligramos de morfina, o por varias gotas de una solución recién preparada de pirogalol, en ambos casos en una pequeña cápsula. Si existía en la gasolina original alcohol metílico, el primer trata-

miento dará más o menos pronto una coloración violeta oscura y el segundo una coloración pardo chocolate.

2.º Reacción de Deniges al bisulfito de fuschina.—Se trata un centímetro cúbico de la gasolina con 5-10 centímetros cúbicos de una solución al 1 por 100 de permanganato potásico, añadiendo además de 0,5 a 1 centímetro cúbico de ácido sulfúrico concentrado; al cabo de dos o tres minutos se habrá realizado por completo la oxidación del alcohol metílico y cualquier coloración debida al exceso de permanganato se hará desaparecer por la adición de un centímetro cúbico de ácido sulfúrico y de solución saturada en frío de ácido oxálico. El líquido así decolorado se trata por cinco centímetros cúbicos de una solución al 1 por 100 de bisulfito de fuschina, decolorada por el bisulfito de sodio. Si existía el alcohol metílico se observará una coloración violeta antes de los quince minutos.

Este método presenta la ventaja de que permite identificar el alcohol metílico, aun en presencia del etílico, ya que el acetaldehído, formado por la oxidación de este último, no produce coloración con el bisulfito de fuschina en una solución de reacción fuertemente ácida.

3.º Reacción de la resorcina (1).—Tres centímetros cúbicos de la gasolina o del extracto acuoso, después de oxidados con la espiral incandescente de alambre de cobre oxidado, se tratan con una gota de una solución de resorcina al 0,5 por 100 y, si se introduce, mediante una pipeta con cuidado, una porción de ácido sulfúrico concentrado, que formará una capa inferior, se observará, si existe alcohol metílico, una zona rosa en el plano de unión de ambas capas.

Cuando se hallen al mismo tiempo en una gasolina los dos alcoholes citados, su identificación se realizará de alguna de las maneras siguientes:

(1) MULLIKEN SCUDDER.—*Am. Chem. Journ.* Vol. XXI, pág. 267.

1.º Tratada la gasolina con el espiral incandescente de cobre oxidado, o por el método de Deniges al permanganato, para oxidar los alcoholes, se someterá a la destilación fraccionada y en la tracción más ligera se hallará la totalidad del acetaldehído, mientras que el formaldehído destillará a temperatura más elevada. La primera dará, si existe alcohol etílico, una coloración rojo oscuro con el nitroprusiato y la fenilhidracina, empleadas según hemos explicado más arriba, mientras que si existe el alcohol metílico, la segunda fracción dará con los mismos reactivos una coloración azulada verdosa.

2.º La muestra de gasolina se divide en dos partes, de la que una se oxida con la espiral de cobre oxidado, después de lo cual se la añade una gota de una solución al 10 por 100 de nitroprusiato sódico y otra gota de solución de piperidina, que originarán, si existe alcohol etílico, una coloración azul; la otra parte se hierva durante un minuto, después de lo cual se deja enfriar; introduciendo debajo del líquido después una capa de ácido sulfúrico concentrado y dejando caer una gota de ácido fénico, se formará en la zona de contacto de los dos líquidos un anillo rojo, si existe alcohol metílico.

Por último, para investigar la acetona, se pueden seguir los siguientes métodos:

1.º Un centímetro cúbico de la fracción comprendida entre los 40 y los 80 grados, o del extracto acuoso de la misma, se trata con un volumen igual de solución de sosa caústica y seis gotas de nitroprusiato sódico en solución 1:50 recién preparada. Si existe acetona, se producirá una coloración roja, mientras que si la alcalinidad del líquido se neutraliza con ácido acético la coloración obtenida será violeta.

2.º Dos centímetros cúbicos del destilado, o del extracto acuoso, se tratan con unas gotas de ortonitrobenzaldehído y una pequeña porción de sosa caústica. Si existe aceto-

na, el líquido se coloreará por el azul índigo formado (reacción de Baeyer).

8. **Ensayo de corrosión y espesamiento.**—Este es un ensayo que sirve para apreciar, de una manera aproximada, la calidad de una gasolina, siendo, más que un método científico, un método empírico que por su sencillez puede ser aplicado por cualquiera, aunque no posea casi ninguna práctica de laboratorio. Para llevarlo a cabo se toma una especie de cápsula de cobre hemisférica, de un diámetro aproximado de 80 - 90 milímetros, que se limpia y pulimenta antes del ensayo y en la cual se vierten, mediante una pipeta, 100 centímetros cúbicos de la gasolina, llevándolo entonces a un baño-maria después de pesado y dejándolo en el mismo hasta que se hayan desprendido todas las porciones volátiles; se deja después enfriar y se pesa de nuevo, con lo que se determinará el residuo sólido, que si es apreciable indicará la presencia en la gasolina de constituyentes gomosos o resinosos indeseables. Si la gasolina contiene azufre elemental, el fondo de la cápsula presentará después del ensayo una coloración negra, considerándose entonces el ensayo como positivo, mientras que si la coloración es sólo gris o parda el ensayo se considera como negativo.

CAPITULO TERCERO

GASOLINA Y OTROS DERIVADOS DEL PETRÓLEO

(Continuación)

b) *Ensayos físicos.*

1. Características externas. (Color, olor y ensayo al papel de filtro.)
Cromómetro de Saybolt.
2. Densidad.
3. Coeficiente de refracción.
4. Punto relámpago y punto de inflamación.
5. Temperatura de inflamación espontánea.
6. Explosibilidad de las mezclas de vapores de gasolina y aire.
7. Poder calorífico.
8. Tensión de vapor.
Método de Holde.
Idem del U. S. Bureau of Explosives.
9. Ensayo de evaporación.
10. Ensayo por destilación.
Método de Engler.
Idem de Ubbelohde y Holde.
Idem de las Aduanas alemanas.
Idem modernos alemanes. (Método de Formanek.)
Idem moderno americano.
11. Puntos de solidificación y turbidez.

* * *

Los ensayos físicos a que se ha de someter una gasolina son los siguientes:

1. **Características externas.**—Como tales consideramos el color, el olor y el resultado del ensayo al papel de filtro.

Para apreciar el color de una gasolina, un método sencillo y muy aplicado consiste en llenar con ella un tubo de

ensayo de 100 milímetros de largo, el cual, colocado sobre una hoja de papel blanco, se observa por transparencia dirigiendo la mirada en el sentido de su longitud, viendo así si la gasolina es completamente incolora o si por el contrario posee un ligero tinte amarillento, debido a un mal refinado.

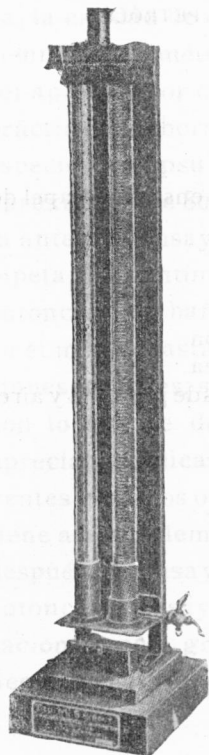


Fig. 47.—Cromómetro de Saybolt.

Un método más exacto es el método patrón oficial del Gobierno americano (1) que consiste en el empleo del colorímetro o *cromómetro* de Saybolt. Este aparato consiste (fig. 47) en dos tubos de vidrio verticales de un diámetro interno de 14 a 16 milímetros; uno de estos tubos, de un largo de 20 pulgadas (50,8 centímetros), se halla cerrado por su parte inferior de una manera permanente, mediante un disco de vidrio muy plano y de superficies perfectamente paralelas, hallándose montado en un collar metálico y pudiendo ser vaciado mediante una pequeña llave situada en dicho collar; este tubo se halla dividido en toda su longitud en octavos de pulgada, hallándose numeradas las divisiones correspondientes a las pulgadas. El otro tubo tiene una longitud de 19 pulgadas (47,5 centímetros), estando abierto por sus dos extremos e inferiormente se halla montado sobre un collar metálico, en el cual se colocan para los ensayos los vidrios coloreados que se emplean como tipos de comparación y un diafragma que tiene una abertura de 12 milímetros de diámetro. Ambos tubos, montados verticalmente, están dispuestos de manera que sus extremos su-

(1) U. S. Bureau of Mines.—*Technical Paper*, número 328 B.

periores se hallen a la misma altura; los dos llevan en este extremo unas tapas provistas de aberturas circulares de 14 milímetros. Además, en este extremo superior ambos tubos están provistos de un sistema óptico, consistente en dos prismas y un ocular, dispuesto de tal manera que los rayos luminosos, que pasan a través de cada uno de los tubos, son desviados en dirección del ocular común, en el cual los que pasan a través de un tubo iluminan la mitad del campo, mientras que los que pasan a través del otro iluminan la otra mitad.

Para iluminar el campo del instrumento a través de los tubos, el aparato lleva, en su base y debajo del extremo inferior de éstos, un espejo giratorio con la superficie ligeramente esmerilada, el cual permitirá, por su giro hasta llegar a la posición conveniente, dirigir rayos de luz paralelos a través de los tubos y procedentes, sea de la luz natural del Norte, sea de un manantial de luz artificial, que es lo más usado y que en casos de ensayos de controversia debe utilizarse siempre, con el fin de disponer de una luz de espectro constante. El método oficial americano prescribe el empleo de una lámpara Mazda, tipo C2, cuyos rayos se hacen pasar a través de una pantalla de color especial que, combinado con el color propio de la luz producida por la lámpara, proporciona una luz que según el análisis espectroscópico es análoga a la luz natural, cuando se toma ésta en dirección al Norte.

Según se empleen uno o dos discos coloreados (vidrios de urano) y según la altura que en el tubo graduado alcance el aceite, se obtiene una serie de tonos diferentes de color, que se representan por los números de una escala especial que se indica en la tabla siguiente:

ESCALA DEL CROMÓMETRO SAYBOLT

| Número de discos | Altura de aceite | Tono de color | Número de discos | Altura de aceite | Tono de color |
|------------------|------------------|---------------|------------------|------------------|---------------|
| | Pulgadas | | | Pulgadas | |
| 1 | 20,0 | + 25 | 2 | 5,50 | + 4 |
| 1 | 18,0 | + 24 | 2 | 5,25 | + 3 |
| 1 | 16,0 | + 23 | 2 | 5,00 | + 2 |
| 1 | 14,0 | + 22 | 2 | 4,75 | + 1 |
| 1 | 12,0 | + 21 | 2 | 4,50 | + 0 |
| 1 | 10,75 | + 20 | 2 | 4,25 | - 1 |
| 1 | 9,50 | + 19 | 2 | 4,00 | - 2 |
| 1 | 8,25 | + 18 | 2 | 3,75 | - 3 |
| 1 | 7,25 | + 17 | 2 | 3,625 | - 4 |
| 1 | 6,25 | + 16 | 2 | 3,50 | - 5 |
| 2 | 10,50 | + 15 | 2 | 3,375 | - 6 |
| 2 | 9,75 | + 14 | 2 | 3,25 | - 7 |
| 2 | 9,00 | + 13 | 2 | 3,125 | - 8 |
| 2 | 8,25 | + 12 | 2 | 3,00 | - 9 |
| 2 | 7,75 | + 11 | 2 | 2,875 | - 10 |
| 2 | 7,25 | + 10 | 2 | 2,95 | - 11 |
| 2 | 6,75 | + 9 | 2 | 2,625 | - 12 |
| 2 | 6,50 | + 8 | 2 | 2,50 | - 13 |
| 2 | 6,25 | + 7 | 2 | 2,375 | - 14 |
| 2 | 6,00 | + 6 | 2 | 2,25 | - 15 |
| 2 | 5,75 | + 5 | 2 | 2,125 | - 16 |

Para determinar la coloración de una gasolina con este aparato, se ajusta ante todo el mismo, de tal modo que el espejo refleje una luz difusa, sin porciones brillantes ni tampoco con zonas oscuras, a través de los dos tubos vacíos hasta el ocular. Se limpiará después el tubo de la llave de fondo, lavándolo con una pequeña porción de la gasolina a examinar, y se llenará con la gasolina hasta una altura de 10,5 pulgadas; se mirará entonces por el ocular y, si se viese que el color de la gasolina es más fuerte que el de los dos discos colocados en el tubo vacío, se emplearán estos

dos discos como color patrón, mientras que se utilizará uno solo si el color de la gasolina es más bajo que el de los dos discos; en todo caso el color del tubo que contenga la gasolina deberá ser más fuerte que el del tubo patrón. Sin cesar de mirar entonces por el ocular, se abrirá con cuidado la llave de salida del tubo de aceite, haciendo salir poco a poco la gasolina, hasta que el color de ésta sea sólo ligeramente superior al del tubo patrón; en este momento se llevará el nivel de la gasolina en el tubo a coincidir con la división más cercana, pero situada por debajo del nivel anterior y se mira si el color del tubo de gasolina es más o menos fuerte que el del tubo patrón, bajando de nuevo dicho nivel a la división siguiente si dicho color siguiese siendo más fuerte que el patrón, hasta llegar a una división en la que se observe la completa coincidencia de colores o que las diferencias entre los dos tonos sean poco apreciables; se bajará entonces aún una división y, si se viese claramente que la columna de gasolina es más clara que el patrón, se tomará el tono correspondiente a la división anterior como el tono de color de la gasolina ensayada. (Grado Saybolt.)

Como aclaración daremos un ejemplo:

| | | |
|----------------------------------------------|-------|----------|
| Gasolina más oscura que el patrón a las..... | 16 | pulgadas |
| Idem id. id..... | 14 | " |
| Idem dudosa a las | 12 | " |
| Gasolina más clara que el patrón a las..... | 10,75 | " |
| Grado de color | 21 | |

Una gasolina de buena calidad no debe presentar un tono de color superior al grado + 25 Saybolt.

Otros colorímetros pueden ser aplicados a esta determinación, tales como los de Stamer, Wilson, Hellige, etc., los cuales iremos describiendo al tratar de los diversos aceites.

Para examinar el olor de la bencina se verterán unas gotas de la misma sobre un trozo de papel de filtro y se observará el olor, que se desprende al evaporarse fácilmente

estas gotas, pudiendo apreciarse con algo de práctica si la gasolina posee su olor característico o si, junto con éste, se aprecia otro distinto debido a alguna adición de otras substancias.

Con este mismo trozo de papel de filtro se realiza el llamado ensayo al papel de filtro, que consiste en ver si las gotas de gasolina vertidas sobre dicho papel dan, al secarse, alguna señal grasienta o algún otro residuo.

2. Determinación de la densidad.—Para ello se seguirán los métodos generales de todos conocidos: areómetros, picnómetros, balanza de Mohr, etc., operando siempre, a ser posible, a 15 grados centígrados. Si, por cualquier circunstancia, no fuese posible operar a esta temperatura, los resultados obtenidos a la temperatura a que se haya operado se deberán reducir a 15 grados, para lo cual se puede, bien emplear una corrección aproximada que consiste en añadir 0,0008 por cada grado que pase de los 15 grados, a la densidad hallada, o en disminuir esta última en la misma cifra por cada grado que falte para llegar a los 15 grados, o bien emplear la tabla establecida por D. Mendelejef para los petróleos rusos y de Pensilvania y que es la siguiente:

| Valor hallado de la densidad | Corrección aditiva o subtractiva por cada grado que se diferencie de 15 grados | |
|------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|
| | Petróleos rusos | Petróleos de Pensilvania |
| 0,700 - 0,720 | 0,00082 | 0,00086 |
| 0,720 - 0,740 | 0,00081 | 0,00082 |
| 0,740 - 0,760 | 0,00080 | 0,00077 |
| 0,760 - 0,780 | 0,00079 | 0,00072 |
| 0,780 - 0,800 | 0,00078 | 0,00068 |

Si se dispusiese de pequeña cantidad de muestra se seguirá el método del picnómetro, empleando uno del tipo

tan conocido de Sprengel o de Nichols y operando según el método general de todos conocido.

3. Coeficiente de refracción.—La determinación del índice o coeficiente de refracción de una gasolina, obtenido valiéndose del refractómetro Abbe-Zeiss según la técnica de todos conocida para estas determinaciones, ha sido preconizada por algunos como un medio seguro de apreciar las condiciones de pureza de la misma. Sin embargo, nada más lejos de la realidad que este carácter de seguridad que se ha tratado de dar al método que, si bien puede prestar servicios en el examen de las gasolinas, sólo dará indicaciones aproximadas, debido a que el índice de refracción de las gasolinas varía considerablemente con las calidades y densidad, observándose diferencias notables entre diversos tipos de las mismas, aunque todas tengan el mismo grado de pureza. Para aclarar más estos puntos damos a continuación los valores de dicho índice para diversas fracciones de una gasolina, que son:

| Fracción comprendida entre las temperaturas | Valor del índice de refracción |
|---------------------------------------------|--------------------------------|
| 20° - 40° | 1,3608 |
| 40° - 60° | 1,3735 |
| 60° - 80° | 1,3941 |
| 80° - 100° | 1,4100 |
| 100° - 120° | 1,4189 |
| 120° - 140° | 1,4268 |
| 140° - 160° | 1,4334 |
| 160° - 180° | 1,4398 |
| 180° - 200° | 1,4445 |
| 200° - 220° | 1,4500 |

y por los que se ve que, según se trate de gasolinas ligeras o de las fracciones pesadas de las mismas, el índice de refracción varía considerablemente. Prescindiendo del fraccionamiento, los índices de refracción de diversas gasolinas varían entre 1,37027 y 1,42857, según el predominio en ellas de las fracciones ligeras o pesadas.

El índice de refracción puede variar también por la presencia del bencol, que por su adición a una gasolina origina una elevación del mismo, como demostramos a continuación:

| Proporción existente de bencol | | Valor del índice de refracción de la mezcla |
|--------------------------------|-------|---------------------------------------------|
| 5 % | | 1,4014 |
| 10 % | | 1,4063 |
| 15 % | | 1,4119 |
| 20 % | | 1,4161 |

Si comparamos estos valores con los límites que hemos dado más arriba del índice de refracción de una gasolina veremos que, desgraciadamente, no podremos, basándonos solamente en el valor del mismo, deducir con todo rigor que la gasolina contiene o no aromáticos, ya que es precisa una proporción muy superior al 20 por 100 para que el valor del índice sea superior al límite superior del de las gasolinas puras.

También la naftalina, presente en algunos benzoles impuros, puede elevar el índice de una gasolina impurificada por benzoles y análogamente obra el sulfuro de carbono; pero en todos los casos nos encontramos con las mismas dificultades para establecer conclusiones definitivas. El valor del índice de refracción de una gasolina sólo es relativo y su única aplicación es la de proporcionar una idea

aproximada acerca de la probable presencia de materias impurificantes, que deberán ser luego buscadas por otros métodos químicos más exactos.

4. Punto relámpago y punto de inflamación.— Como es bien sabido, se da el nombre de *punto relámpago* (*point d'éclair, flash point*) a aquella temperatura a la cual un combustible líquido produce una cantidad tal de vapores que, mezclados con el aire que los rodea, dan lugar a una mezcla explosiva, que se inflama momentáneamente cuando se aproxima una llama a la superficie del líquido, originando una pequeña explosión y apagándose en seguida la llama producida. Igualmente, se da el nombre de *punto de inflamación o de ignición* a la temperatura a la cual, si se acerca una llama a la superficie del combustible líquido, se produce la inflamación de éste, que sigue ardiendo de una manera continua.

La determinación de estas dos temperaturas tiene importancia, principalmente desde el punto de vista de la seguridad de manipulación del combustible y de los riesgos de incendio; además, su conocimiento tiene también importancia para el método de empleo del combustible.

Tratándose de la gasolina, el conocimiento de estos puntos presenta poca importancia práctica, ya que, en general, este punto es inferior a la temperatura ordinaria del aire, por lo que su determinación es inútil para la evitación de los riesgos de incendio; sin embargo, en algunas especificaciones de gasolinas se fijan cifras para estos puntos, y por ello es preciso a veces proceder a su determinación.

Para realizarla se emplea, en general, el aparato de Abel, que es el reglamentario en Norteamérica, Alemania e Inglaterra y que describiremos en detalle al tratar de los petróleos de alumbrado o kerosenos. En el caso de la gasolina, y a causa de que, como hemos dicho antes, dichos

puntos son, en general, inferiores a la temperatura ordinaria, es preciso introducir una modificación en el procedimiento de aplicación del aparato en cuestión con el fin de someter a la gasolina a temperaturas inferiores a la ordinaria del aire. Para ello, el crisol o recipiente interno del aparato de Abel, o sea aquel que está destinado a contener el aceite a ensayar, se saca del resto del aparato, disponiéndolo como se indica en la figura 48, es decir, que el recipiente en cuestión *a* se coloca dentro de un vaso *b* de chapa de 60 milímetros de diámetro y 90 milímetros de altura, el cual a su vez, se coloca dentro de un recipiente de

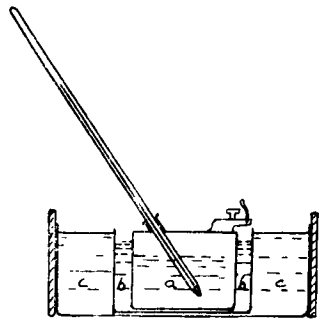


Figura 48.—Aparato Abel para la gasolina.

hierro esmaltado *e* de 70 milímetros de altura y 160 milímetros de diámetro, protegido exteriormente por un forro de fieltro grueso. Los espacios anulares entre todos estos vasos se llenan de una mezcla de alcohol y ácido carbónico sólido, que puede producir una temperatura de -60 grados; se carga la gasolina a examinar en el recipiente interno hasta una marca que en él

existe y, envolviendo el conjunto en trapos o introduciendo el vaso exterior en serrín de madera para protegerlo del caldeo, se deja hasta que la temperatura de la gasolina sea la misma que la de la mezcla externa. (Durante este período no se deberá dejar sobre el vaso interno el aparato de encendido ni el de apertura de la tapa del mismo, porque la baja temperatura hiela el aceite de la lámpara e impide su encendido y porque la totalidad del mecanismo trabaja mal a tan baja temperatura.) Cuando la gasolina se ha enfriado lo necesario, se retira el recipiente interno del conjunto de vasos, se le envuelve

en trapos, se colocan sobre él el conjunto del mecanismo de apertura y la lámpara de encendido y se va ensayando, abriendo la cubierta e introduciendo la llama cada vez que el termómetro marca una elevación de medio grado, hasta que se produzca la inflamación momentánea de los vapores desprendidos, en cuyo momento se lee la temperatura del termómetro, que será el punto relámpago buscado.

Para determinar el punto de inflamación, se retira la cubierta del recipiente *a*, se introduce en la gasolina un termómetro sostenido por un soporte y se aproxima a la superficie de la misma la llama de un soplete cada medio grado de aumento de la temperatura, hasta que se produzca una combustión ininterrumpida en la superficie de la gasolina; la temperatura que marque entonces el termómetro será el punto de inflamación o de ignición.

5. Temperatura de inflamación espontánea.—La determinación de esta temperatura es de mucho interés, para hallar las mejores condiciones de empleo de la gasolina en motores en relación con los límites de compresión; desgraciadamente, aunque este asunto ha sido estudiado por algunos investigadores (1), los resultados obtenidos no son aún suficientes para el establecimiento de un método definitivo. Lo único que es factible hacer, para adquirir algún conocimiento acerca de este importante asunto, consiste en dejar caer una gota de la gasolina sobre un crisol de platino caldeado a una temperatura determinada; si la temperatura es más alta que el punto de ignición se producirá una explosión violenta inmediatamente y si, por el contrario, la temperatura es inferior a dicho punto de inflamación, no se producirá explosión alguna; la temperatura más baja a la cual se origine dicha explosión es lo que se designa con el nombre de *temperatura de inflamación espontánea*.

(1) MOORE: *J. Soc. Chem. Ind.*, 36, pág. 109; LOMAX: *J. Inst. Pet. tech.*, 4-13.

6. Explosibilidad de las mezclas de vapores de gasolina y aire.—Es muy corriente la confusión entre inflamabilidad y explosibilidad de un combustible líquido, siendo como son conceptos completamente distintos. Todos los combustibles líquidos son inflamables, pero no todos son explosivos, siendo preciso para ello que sus vapores, a una determinada temperatura, se hallen mezclados con aire en proporción determinada para que la mezcla resultante sea explosiva. El conocimiento de los límites de explosibilidad de una gasolina es de gran importancia, para determinar las mejores condiciones de aplicación a un motor y para hallarlo se puede seguir, bien el método de Bunte (1), bien el recomendado por Holde (2); consiste el primero en introducir cantidades determinadas de vapor de gasolina y de aire en una bureta de Bunte, colocada en una cuba de agua y en intentar la explosión de las mezclas formadas por una chispa eléctrica que se hace saltar entre dos puntas de platino; el segundo método, que es el más empleado, consiste en evaporar en el interior de un gasómetro que contenga un volumen determinado de aire sobre agua una cantidad conocida de la gasolina a examinar hasta conseguir la formación de una mezcla, de la que después se toma una porción determinada, haciéndola pasar a una pipeta de explosión del tan conocido tipo de Hempel, cargada con mercurio y en el interior de la cual se hace saltar la chispa. Se determinarán así los límites inferior y superior de explosibilidad, es decir, las proporciones mínima y máxima de gasolina para conseguir la explosión.

7. Poder calorífico.—Esta determinación se realizará siguiendo el método general que hemos explicado al tratar del petróleo bruto.

Para determinar el poder calorífico se puede seguir

(1) *Jour. f. Gasbel*, 44, pág. 835.

(2) *The examination of Hydrocarbon oils*, pág. 121.

también un método que reposa en el empleo del calorímetro Junkers, tan conocido y empleado para la determinación del poder calorífico de un gas. Para ello se vaporiza una cantidad pesada de gasolina, haciéndola después arder completamente en el mechero de un calorímetro Junkers, según el método generalmente seguido, cuando se realiza esta determinación en un gas, es decir, midiendo el volumen de agua v , que ha pasado a través del aparato durante la combustión del peso b de gasolina y determinando el aumento de temperatura de este agua, que designaremos por t . El poder calorífico H de un kilogramo de gasolina estará dado por la fórmula

$$H = \frac{v}{b} \cdot t \cdot 1.000.$$

8. Tensión de vapor.—La determinación de la tensión de vapor de una gasolina es de gran importancia desde el punto de vista del almacenamiento de la misma en depósitos cerrados. Para llevarla a cabo se puede seguir el procedimiento recomendado por Holde o el método oficial establecido por el *U. S. Bureau of Explosives*.

Consiste el *método de Holde* (1) en operar en una cámara tubular en la cual se ha creado, según las sugerencias de Kohlrausch (2), un vacío barométrico. Para ello se toma un tubo de vidrio de 10 milímetros de diámetro y un metro de largo, que se llena de mercurio, expulsando después el aire contenido aún en el tubo y en el mercurio por ebullición de este último, después de lo cual se le invierte sobre una pequeña cuba de mercurio; se formará así en la parte superior cerrada una cámara barométrica, a la cual se hace llegar, introduciéndola bajo la boca sumergida del tubo con una pipeta curva, una cierta cantidad de gasolina (al

(1) *The examination of Hydrocarbon oils*, pág. 118.

(2) *Praktische Physik*.

realizar esta introducción es preciso operar con cuidado, inclinando lo más posible el tubo para evitar que la rápida vaporización de la gasolina, al llegar a la cámara, sea tan violenta que produzca la rotura del tubo) suficiente para que, después de vaporizarse una parte de la misma hasta saturar el espacio, quede aún una cierta porción líquida que es necesaria para establecer el equilibrio. Se leerán, mediante un catetómetro o merced a una graduación existente en el tubo, las alturas de la columna de mercurio antes y después de haber introducido la gasolina; se lee también la altura de la capa de gasolina líquida y se estará en condiciones de calcular la tensión de vapor buscada, que estará dada por la fórmula

$$H = h - \left(\frac{h' + h'' \cdot s}{13,6} \right);$$

siendo h la altura original de la columna de mercurio, h' la altura de la misma, una vez introducida la gasolina, h'' la altura de la capa líquida de gasolina y s la densidad de ésta.

Esta determinación se puede realizar a diversas temperaturas, rodeando el tubo por una doble pared constituida por un tubo de mayor diámetro (ver fig. 49), con dos entradas y haciendo circular por este espacio anular vapor de agua o de cualquier otro líquido, según la temperatura que se desee obtener.

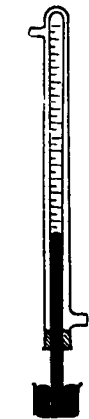


Figura 49.

Aparato de Hoide para determinar la tensión de vapor en la gasolina.

En cuanto al método del *U. S. Bureau of Explosives* (1), recomendado con reservas por el *U. S. Bureau of Mines* (2), reposa en el empleo de un tubo especial (fig. 50), de las dimensiones indicadas en el dibujo y que una de sus tapas lleva soldado un tubo de 1/4 de pulgada de diámetro, al cual se acopla,

(1) *Report of the Chief inspector of the Bureau of the Safe Transportation of Explosives and other Dangerous Articles*. Febrero 1916, página 27 - 30.

(2) *Technical Paper 214*, pág. 26.

mediante un racord, un manómetro del tipo ordinario. Para operar se quita el manómetro, se llena el tubo hasta su mitad con gasolina, se agita ésta y se vacía, llenando de nuevo el tubo por completo con otra porción de la gasolina y vertiendo luego de ésta una porción igual al 1/10 del volumen del tubo, para lo cual lo mejor es disponer de una medida que tenga una capacidad igual al décimo de dicho volumen; cargado así el tubo con una cantidad de gasolina igual a los 9/10 de su volumen, se cierra mediante el manómetro, se le introduce en agua a 70 grados F (21 grados C) y se le deja allí durante cinco minutos, agitando constantemente el agua, después de lo cual se le retira de ésta, se desacopla el manómetro, para que baje la presión interna que existía en su interior, se deja así desacoplado durante veinte segundos y se vuelve a roscar el manómetro, de modo a lograr una junta estanca. Entonces se sumerge el tubo, hasta la conexión del manómetro, en agua a la temperatura de 100 grados F (38 grados C) durante los meses de 1.º de marzo a 1.º de noviembre, y a la de 90 grados F (32 grados C) durante los otros meses. El agua se mantiene en agitación constante durante diez minutos, manteniendo la temperatura constante mediante un regulador de temperatura y, transcurrido dicho período, se golpea ligeramente con los dedos el manómetro y se lee la presión que marque, que será la cifra buscada. Sin embargo, habrá que introducir una corrección de la cifra hallada, según la temperatura a que se halle la gasolina al empezar el ensayo; esta corrección será de una libra, si la temperatura inicial de la gasolina se halla entre 50 y 59 grados; de dos libras, si la tem-

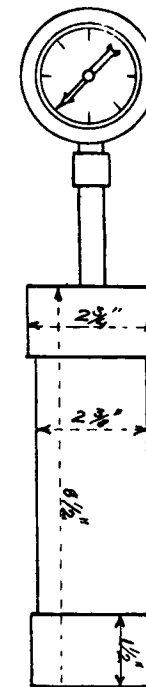


Figura 50.

Aparato del U. S. B. E. para determinar la tensión de vapor en una gasolina.

peratura inicial es de 40 a 49 grados, y de tres libras si la temperatura es inferior a los 40 grados (todos Fahrenheit); estas correcciones serán siempre substractivas.

9. **Ensayo de evaporación.**—Cuando se dejan evaporar espontáneamente gasolinas de diversos tipos, se observa que el tiempo necesario para la evaporación completa varía considerablemente de unos tipos a otros. Esta variación depende de la composición de la gasolina, siendo tanto más corto el período de evaporación cuanto más bajo es el punto de ebullición de la gasolina y recíprocamente.

El método ordinario de realizar este ensayo consiste en dejar una cantidad determinada de la gasolina en un vidrio de reloj, de un diámetro de 10 centímetros y una profundidad de un centímetro, colocado sobre un trozo de papel negro en una habitación en la cual no haya corrientes de aire y cuya temperatura oscile a lo más entre 16 y 20 grados, siendo preferible esta última temperatura; se anotará el tiempo empleado en la evaporación, así como la manera de realizarse ésta, es decir, si se ha evaporado uniformemente o si al principio se ha evaporado con mayor rapidez que al final y observando si queda algún residuo más o menos aceitoso y odorífero. En la evaporación influye el estado higrométrico de la atmósfera y la presencia sobre el vidrio de reloj de vapores pesados, procedentes de la misma evaporación; por ello es conveniente realizar siempre los ensayos en las mismas condiciones, con el fin de que los resultados sean comparables. Por otra parte, si la evaporación se prolonga bastante, como sucede si se trata de gasolinas pesadas, se corre el peligro de que se produzcan variaciones en la temperatura de la habitación en la que se realiza el ensayo; por esta razón, Formanek (1) recomienda la adopción del siguiente método:

(1) *Benzine and Mineral Lubricants*, pág. 64.

Se coloca el vidrio de reloj sobre un trozo de corcho de 15 centímetros de lado y se dispone un embudo de vidrio, de un diámetro máximo de 12-13 centímetros, invertido y sostenido por un soporte, de tal modo que su borde quede a dos milímetros del corcho, dejando dentro de la campana así formada el vidrio de reloj con la gasolina a ensayar; el tubo del embudo se conecta con un aspirador, intercalando entre aquél y éste un contador del tipo corriente y se hace pasar a través del conjunto, entrando en el embudo, por la abertura circular de dos milímetros antes citada, una corriente de aire a la relación de 10 litros por minuto, manteniendo como siempre la temperatura de la habitación a 20 grados; los vapores de la gasolina, a medida que se vayan desprendiendo, irán siendo absorbidos por el aparato, evitándose así que queden detenidos sobre la gasolina y acelerando por tanto la evaporación de la misma.

El autor citado da unos valores comparativos de los resultados de la evaporación, según que se la realice por el método ordinario o por el método con aspiración de aire y los cuales exponemos a continuación:

| Fracción ensayada de la gasolina | Densidad a 15 grados | DURACIÓN DE LA EVAPORACIÓN | |
|----------------------------------|----------------------|----------------------------|-------------------|
| | | Espontánea | Con aspiración |
| 20° - 40° | 0,6324 | 37 minutos | 29 minutos |
| 40° - 60° | 0,6593 | 51 » | 60 » |
| 60° - 80° | 0,7005 | 1 hora 36 minutos | 1 hora 55 minutos |
| 80° - 100° | 0,7351 | 4 horas 11 » | 3 horas 47 » |
| 100° - 120° | 0,7495 | 9 » 18 » | 5 » 41 » |
| 120° - 140° | 0,7625 | 21 » 0 » | 10 » 49 » |
| 140° - 160° | 0,7738 | 31 » 30 » | 16 » 24 » |
| 160° - 180° | 0,7872 | 167 » 13 » | |
| 180° - 200° | 0,7962 | | |

Como se ve, el período de evaporación es mucho más reducido empleando aspiración, salvo en las dos primeras fracciones, en las que sucede lo contrario, lo que en opinión del autor es debido a que estas fracciones ligeras, al evaporarse con rapidez por la evaporación acelerada, experimentan un enfriamiento que retrasa la evaporación, mientras que en las demás, al ser menos volátiles, su evaporación no produce tanto enfriamiento.

10. **Ensayo por destilación.**—Lo mismo que sucede con el benzol, este ensayo es el más importante a que se somete una gasolina, ya que es el que proporciona los mayores datos acerca del tipo de la misma y de su composición. Muy numerosos son los métodos empleados en su realización, todos los cuales dan resultados no comparables entre sí, debido a que éstos son influenciados por la forma, tamaño y material del matraz de destilación empleado, y del tipo de deflegmador y de condensador. De estos métodos describiremos los más importantes:

A) *Método de Engler.*—Es el método original de Engler, al que hemos aludido en el capítulo primero al tratar de la destilación del petróleo, dando algunos detalles del mismo y del modo de conducir el ensayo. Este método, antes muy empleado en Alemania, ha caído actualmente en desuso, siendo reemplazado por la modificación de Ubbelohde.

B) *Método de Ubbelohde y Holde* (1).—Este método, que no es sino una modificación y perfeccionamiento del método anterior y que, con la modificación introducida en Norteamérica, hemos descrito al tratar del petróleo bruto, es el empleado de manera oficial en Alemania, estando recomendado por la *Deutsche Verband für die Materialprüfungen der Technik* y en el *Beschlusse der Internationalen Kommission zur Vereinheitlichung der Untersuchung von Petroleumprodukten*.

(1) *Mittell. aus dem Konigl. Materialprüfungsamt. 1907.*

En la figura 51 damos una vista del aparato empleado en su forma normal; como se ve en la misma, se emplea un matraz patrón de Engler, del tipo ya descrito en el capítulo primero, encerrado en un cilindro protector de chapa provisto de ventanas de observación y que lleva en su interior el mechero de caldeo, que se regula mediante una llave de abertura lenta provista de un sector graduado. El con-

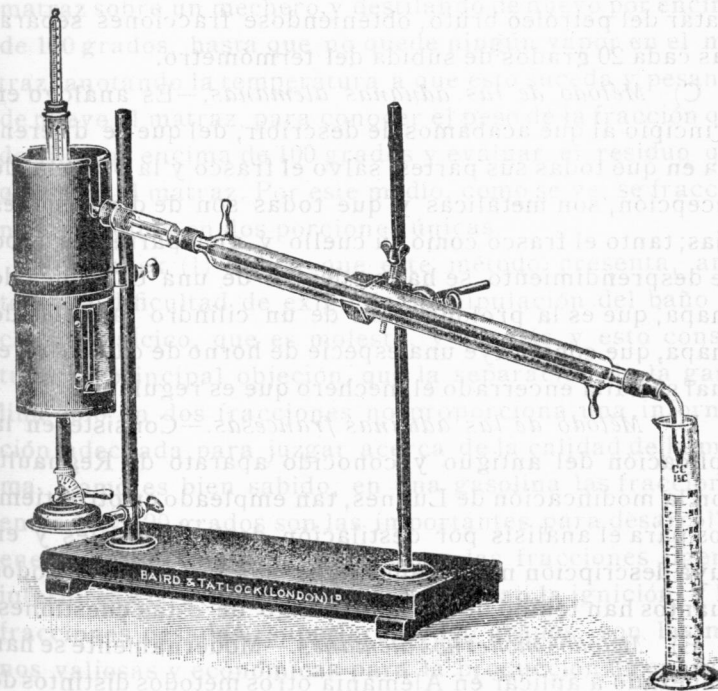


Figura 51.—Aparato de Ubbelohde.

densador es del tipo normal de Liebig, de 60 centímetros de largo, y vierte por una alargadera los productos condensados en probetas graduadas o en unos recipientes especiales, constituidos por tubos largos, graduados en quintos de centímetro cúbico y colocados en número de seis en un soporte especial rotatorio, que permite que se puedan poner sucesivamente debajo de la salida de dicha alargadera y que

pueden subirse en sus soportes, con el fin de introducir en ellos dicho extremo de salida; tanto el soporte como los tubos se hallan situados dentro de un vaso grande, que desempeña el oficio de baño de agua, para mantener los productos recogidos a baja temperatura e impedir las pérdidas por evaporación espontánea.

El método operatorio es el mismo que hemos descrito al tratar del petróleo bruto, obteniéndose fracciones separadas cada 20 grados de subida del termómetro.

C) *Método de las aduanas alemanas.*—Es análogo en principio al que acabamos de describir, del que se diferencia en que todas sus partes, salvo el frasco y la probeta de recepción, son metálicas y que todas son de dimensiones fijas; tanto el frasco como su cuello y una parte del tubo de desprendimiento, se hallan dentro de una chimenea de chapa, que es la prolongación de un cilindro también de chapa, que constituye una especie de horno de caldeo, en el cual se halla encerrado el mechero que es regulable.

D) *Método de las aduanas francesas.*—Consiste en la aplicación del antiguo y conocido aparato de Regnault, con la modificación de Luynes, tan empleado en otros tiempos para el análisis por destilación de los benzoles y en cuya descripción no entramos, por ser conocido de todos cuantos han tenido que ocuparse algo de estas cuestiones.

E) *Métodos modernos alemanes.*—Modernamente se han empezado a aplicar en Alemania otros métodos distintos de los que hemos descrito, en los cuales se trataba de conseguir una exactitud mayor en los resultados obtenidos. Con este objeto, Dieterich ha llegado a proponer fraccionar solamente la gasolina en dos fracciones, de punto de ebullición inferior y superior a 100 grados, apreciando estas fracciones por peso y no volumen. Para ello propone pesar 250 gramos de la gasolina, en un matraz de destilación de 500 centímetros cúbicos, destilándola hasta que el termómetro marque 85-90 grados, en cuyo momento se

lleva el matraz a un baño de cloruro de calcio, que se calienta, y se continúa así la destilación, valiéndose de la uniformidad de temperatura que puede proporcionar este baño, hasta que no destile nada por debajo de los 100 grados. Se retira entonces el matraz del baño y se le pesa, determinando por diferencia con el peso primitivo el peso de la fracción destilada hasta los 100 grados, llevando entonces el matraz sobre un mechero y destilando de nuevo por encima de 100 grados, hasta que no quede ningún vapor en el matraz, anotando la temperatura a que esto suceda y pesando de nuevo el matraz, para conocer el peso de la fracción que destile por encima de 100 grados y evaluar el residuo que quede en el matraz. Por este medio, como se ve, se fracciona la gasolina en dos porciones únicas.

Formanek (1) indica que este método presenta, ante todo, la dificultad de exigir la manipulación del baño de cloruro cálcico, que es molesta, y además y esto constituye su principal objeción, que la separación de la gasolina sólo en dos fracciones no proporciona una información adecuada para juzgar acerca de la calidad de la misma. Como es bien sabido, en una gasolina las fracciones entre 60 y 120 grados son las importantes para desarrollar energía en el motor, mientras que las fracciones ligeras inferiores a 60 grados son las que facilitan la ignición, y las fracciones pesadas, superiores a 120 grados, son las menos valiosas y económicas para la producción de energía.

Basándose en ello, dicho autor ha seleccionado un método, que designa como el *método dorado*, para indicar que lo considera el mejor, y que, en principio, consiste en ir recogiendo las fracciones de 20 en 20 grados, desde el punto de partida hasta el final de la destilación, valiéndose, para realizar un fraccionamiento perfecto, del empleo de un deflegmador de bolas de tipo especial.

(1) *Benzine and Mineral lubricants*, página 46 y siguientes.

El aparato que preconiza y emplea en su laboratorio de la Escuela Técnica Superior de Praga consiste (figura 52) en un matraz de Jena de 500 centímetros cúbicos, a cuyo cuello se acopla, por un trozo esmerilado, un deflegmador, que lleva a su vez, sujeto por un acoplo esmerilado, un termómetro, cuya bola se halla frente al tubo de desprendimiento y que está construido de manera que el intervalo entre cada dos divisiones de un grado sea exactamente un milímetro y que el grado 25 caiga

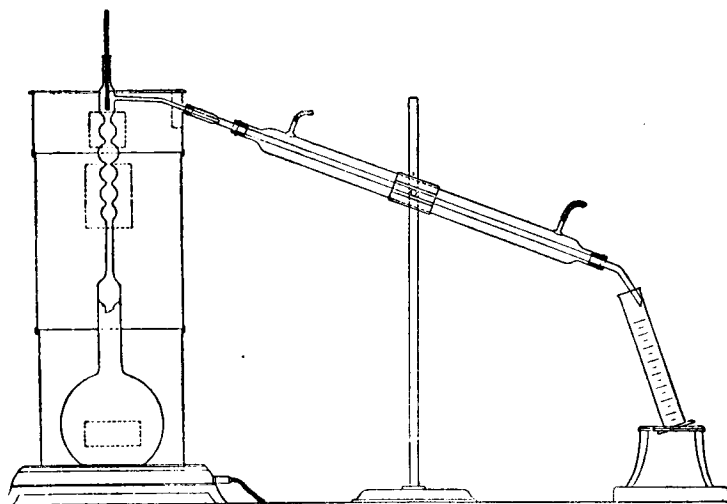


Figura 52.—Aparato de Formanek.

justamente por encima del extremo superior del deflegmador.

Para el caldeo del matraz el autor emplea una placa eléctrica del tipo *Silund* de Siemens-Schuckert, calentada por una corriente de cuatro amperes y 120 voltios, provista de una cubierta con anillos análogos a los de un baño-maría, con el fin de variar la superficie de caldeo, y que disponga de una resistencia regulable muy precisa para regular el caldeo según sea necesario. El autor establece que el caldeo eléctrico presenta en este caso, sobre el de gas, la ven-

taja de una aplicación más uniforme de calor al fondo del matraz.

La salida del deflegmador está acoplada a un condensador de Liebig del tipo normal, cuya camisa externa tenga 60 centímetros de largo y cuyo tubo interno sea de 85 centímetros; el extremo de este tubo está ligeramente curvado, con el fin de facilitar la caída de los productos condensados a los recipientes, que son probetas graduadas en medios centímetros cúbicos y de una capacidad de 50 a 100 centímetros cúbicos.

Mientras destilan las fracciones ligeras, de punto de ebullición inferior a 100 grados no es preciso protección alguna del aparato contra las causas diversas de enfriamiento, pero cuando el termómetro sube por encima de dicha temperatura el conjunto del matraz y deflegmador tiene que ser protegido por una pantalla; de lo contrario, las bolas del deflegmador se cargan de productos condensados y la destilación se realiza de manera irregular y dando lugar a resultados erróneos. Además, y sobre todo si se trata de las fracciones pesadas, si el deflegmador se carga de condensado, que refluirá en el líquido caliente que aún queda en el matraz, se podrá originar un *cracking* parcial que transforme parte de los hidrocarburos pesados en otros ligeros, falseando así los resultados. Por todo ello, y además para evitar alteraciones en la ebullición regular de la gasolina y fluctuaciones en el termómetro, que se deben evitar, sobre todo al acercarse a los momentos finales de una fracción, el autor del método recomienda y emplea una pantalla cilíndrica, que envuelve por completo matraz y deflegmador, y que el autor compone de tres piezas distintas, todas ellas de 14 centímetros de diámetro y hechas con chapa flexible de acero; la porción inferior, que es la destinada a envolver el matraz, tiene un alto de 12 centímetros; la media tiene 24 centímetros de alto y la superior solamente 11 centímetros; la disposición de ellas es teles-

cópica, de manera que puedan resbalar unas sobre las otras cuando sólo se quiera proteger una parte del deflegmador o solamente el matraz; cada una de las secciones está provista de dos ventanillas de mica, situadas en las dos extremidades de un diámetro. Cuando se trabaja con gasolinas pesadas es preciso cubrir la abertura superior de la última sección, lo que se consigue mediante una placa de amianto, de sección circular y diámetro algo mayor que el de las pantallas, y que lleva en su centro un agujero para dejar paso a la parte superior del termómetro.

Operando con este aparato, su autor recomienda proceder como sigue: Se colocan en el matraz algunos trozos de pómez o unos capilares, con el fin de facilitar la ebullición, después de lo cual se pesa el mismo y se cargan en él 300 350 centímetros cúbicos de gasolina, pesando de nuevo el matraz para conocer el peso de dicho volumen de gasolina. Formanek justifica el empleo de tal cantidad de gasolina, en lugar de los 100 centímetros cúbicos empleados en la generalidad de los métodos, por la ventaja que presenta de disminuir los errores al calcular luego las proporciones correspondientes a 100 centímetros cúbicos. Conectado entonces el conjunto del aparato se empieza a calentar el matraz, violentamente primero, hasta que el líquido llegue a la ebullición, en cuyo momento se interrumpe durante un minuto, reanudándolo después de manera gradual con el fin de conseguir una ebullición moderada y uniforme. A partir de este momento se continúa la operación siguiendo el método general, tan conocido y aplicado en todos los demás procedimientos.

F) *Métodos modernos americanos.*—Entre éstos citaremos principalmente el método oficial, establecido por el *U. S. Bureau of Mines* (1), y que no es otro que el establecido y recomendado por la *American Society for Testing*

(1) *Technical Paper*, número 323 B.

Materials con el número D 86-27 (1). Para aplicarlo se emplearán los siguientes aparatos:

1.º Un matraz de destilación de Engler del tipo que hemos representado en la figura 38, y cuyas dimensiones, así como las tolerancias en las mismas, son las siguientes:

| NOMBRE DE LAS DIVERSAS PARTES | Dimensiones en centímetros | Tolerancias en centímetros |
|--------------------------------------------|----------------------------|----------------------------|
| Diámetro del globo (exterior)..... | 6,5 | 0,2 |
| Diámetro del cuello (interior)..... | 1,6 | 0,1 |
| Largo del cuello..... | 15 | 0,4 |
| Largo del tubo de salida..... | 10 | 0,3 |
| Diámetro del tubo de salida (exterior)... | 0,6 | 0,05 |
| Diámetro del tubo de salida (interior).... | 0,4 | 0,05 |
| Espesor de la pared del tubo de salida... | 0,1 | 0,05 |

La posición del tubo de salida se halla a nueve centímetros de la superficie del líquido, cuando el matraz contenga 100 centímetros cúbicos de gasolina, con una tolerancia de tres milímetros, y formando con el cuello un ángulo de 75 grados, con una tolerancia de $\pm 3^\circ$.

2.º Un condensador, consistente en un tubo de cobre sin soldadura, de un diámetro exterior de 14,29 milímetros y de 55,88 centímetros de largo, colocado formando un ángulo de 75 grados con la vertical y rodeado por un baño de refrigeración, constituido por una caja de cobre de 15 pulgadas (38,1 centímetros) de largo, cuatro pulgadas (10,16 centímetros) de ancho y seis pulgadas (15,24 centímetros) de alto, colocada sobre unos pies de angular. El extremo inferior del tubo está curvado en una longitud de 3" (7,62 centímetros), hallándose el extremo cortado en bisel, con el fin de que toque en un punto con la pared de la probeta en que se ha de recoger el destilado y éste resbale por dicha pared, en lugar de caer en gotas hasta el fondo, con el

(1) *Proc. A. S. T. M.*, volumen 26, 1926, página 816.

peligro de proyecciones; el punto de contacto con esta probeta deberá estar de 1" a 1 1/4" del borde de la misma.

3.º Una pantalla protectora del mechero y del matraz, constituida por una caja de chapa de hierro de 0,5 milímetros de espesor, y cuyas dimensiones son: 19" (48,26 centímetros) de alto, 11" (27,94 centímetros) de fondo y 8" (20,32 centímetros) de ancho; esta caja lleva una puerta en uno de sus frentes, dos orificios de 1" de diámetro en cada uno de dichos frentes a 8 1/2" del borde superior y tres orificios en cada uno de los lados a una pulgada del borde inferior; lleva además, en uno de sus costados y en la parte superior, una escotadura para la salida del tubo de desprendimiento del matraz; en el interior lleva unas pestañas que soportan una chapa que tiene en su centro un orificio circular de 4" (10,16 centímetros) de diámetro, sobre la cual se coloca una arandela de cartón de amianto, que lleva en su centro un agujero de 4" y sobre éste otra arandela, también de amianto, con un orificio de 1 1/4"; el objeto de esta doble arandela no es otro que permitir desplazarlas ligeramente a un lado u otro, con el fin de acoplar bien el matraz de destilación.

4.º Un elemento de caldeo, que puede estar constituido por un mechero de gas regulable y construido de tal modo que dé el calor necesario para la destilación uniforme y cuya llama sea tal que se extienda, marcando un círculo cuyo diámetro máximo sea de nueve centímetros, sobre la arandela de amianto. Un tipo muy recomendable de mechero es el ensayado en el *Bureau of Mines*, y recomendado por E. W. Dean (1), que representamos en la figura 53 y que ha sido construido en los laboratorios de la *Atlantic Refining Co.*

Puede emplearse también, y el *U. S. Bureau of Mines* lo recomienda, un medio de caldeo eléctrico, constituido por

(1) *Jour. Ind. Eng. Chem.* Octubre 1918, páginas 823-826.

un pequeño horno de resistencia, de energía calorífica suficiente para realizar la destilación en tiempo análogo al empleado por un mechero de gas. Si se emplea este medio de caldeo, la pantalla protectora anteriormente citada no precisa ser tan grande, bastando con la necesaria para proteger el matraz.

5.º Un termómetro del tipo especialmente establecido por la A. S. T. M., bien comprobado y cuya graduación sea tal que desde el extremo del depósito del mercurio al cero grados haya 100 a 110 milímetros, con el fin de que toda la escala quede por encima del corcho del matraz y por tanto en condiciones de ser observada con facilidad.

6.º Por último, los vasos graduados para recoger las diversas fracciones, del tipo ordinario cilíndrico, con diámetro uniforme y graduados en centímetros cúbicos.

En conjunto, el aparato afectará la forma que indicamos en la figura 54.

Para operar con este aparato, después de haber limpiado interiormente el tubo condensador, valiéndose de un trozo de tela o una pelota de algodón en el extremo de un alambre, con el fin de retirar cualquier traza de líquido que haya quedado de una destilación anterior, se llena la caja de hielo machacado, se completa el volumen de agua hasta que el tubo quede cubierto por completo y se cuida de que la temperatura se halle entre cero y cuatro grados. Se miden 100 centímetros cúbicos de la gasolina en una probe-

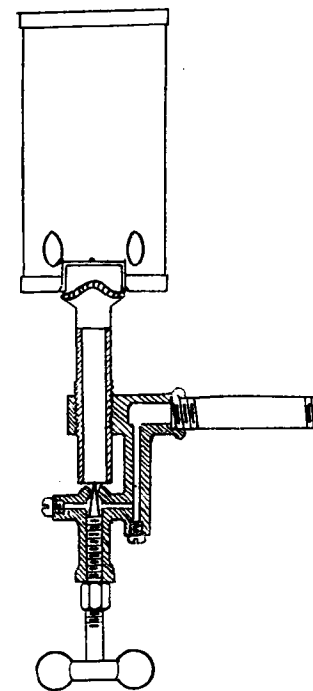


Fig. 53.—Mechero de la Atlantic Co.

ta graduada y se la transvasa al matraz de destilación, cuidando de que ningún líquido caiga en el tubo de desprendimiento; se coloca entonces el termómetro en la forma ordinaria en estos aparatos, cuidando de que el extremo de la bola quede al mismo nivel que el arranque interior del tubo de desprendimiento; se acopla este tubo al condensador, de modo que no quede dentro de éste menos de una pulgada ni más de dos, y se empieza a caldear, siguiendo con cuidado el ascenso del termómetro, anotando el punto de partida y cambiando los recipientes, cada vez que el termómetro suba 10 grados, o mejor aún anotando las temperaturas cada vez que se recogen 10 centímetros cúbicos de destilado, siguiendo en todo el método general seguido en estas destilaciones; la marcha de la destilación debe ser tal que se recojan por minuto más de cuatro y menos de cinco centímetros cúbicos de destilado, determinando después el volumen de residuo y las pérdidas de destilación por el método ordinario.

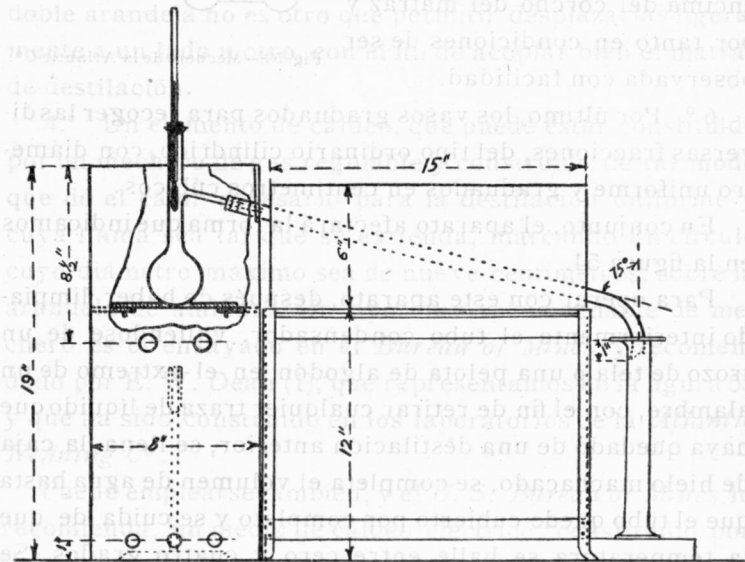


Figura 54.—Aparato de la A. S. T. M. y de la I. P. T. para la destilación de la gasolina.

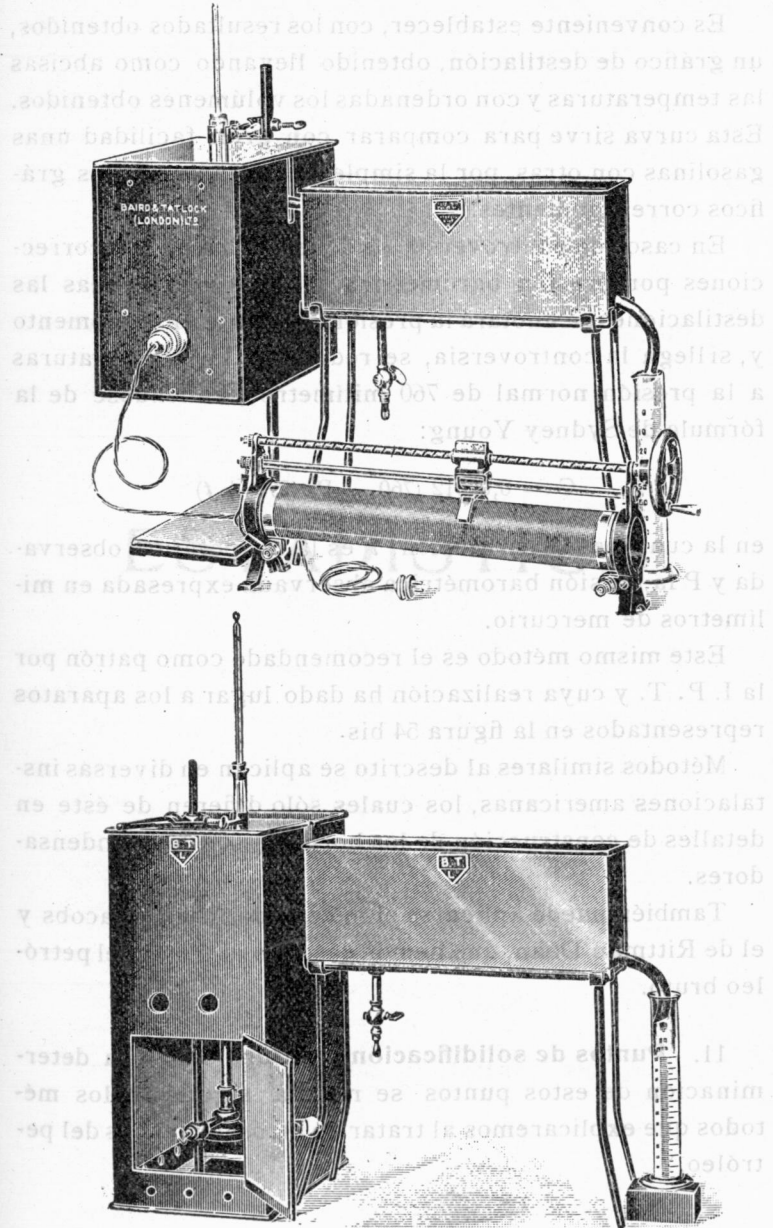


Figura 54 bis.—Aparatos ingleses.

Es conveniente establecer, con los resultados obtenidos, un gráfico de destilación, obtenido llevando como abcisas las temperaturas y con ordenadas los volúmenes obtenidos. Esta curva sirve para comparar con gran facilidad unas gasolinas con otras, por la simple comparación de los gráficos correspondientes.

En casos de controversia se deberán hacer las correcciones por presión barométrica. Para ello, en todas las destilaciones se anotará la presión existente en el momento y, si llega la controversia, se reducirán las temperaturas a la presión normal de 760 milímetros, valiéndose de la fórmula de Sydney Young:

$$C = 0,00012 (760 - P) (273 + t)$$

en la cual C es la corrección, t es la temperatura observada y P la presión barométrica observada expresada en milímetros de mercurio.

Este mismo método es el recomendado como patrón por la I. P. T. y cuya realización ha dado lugar a los aparatos representados en la figura 54 bis.

Métodos similares al descrito se aplican en diversas instalaciones americanas, los cuales sólo difieren de éste en detalles de construcción de los hornos y de los condensadores.

También puede aplicarse el método de Allen y Jacobs y el de Rittman Dean, que hemos descrito al tratar del petróleo bruto.

11. Puntos de solidificación y de turbidez.—La determinación de estos puntos se realiza siguiendo los métodos que explicaremos al tratar de otros derivados del petróleo.

(Continuará.)

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles
durante el mes de mayo de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 422.645 |
| Antracita..... | 1.165 |
| TOTAL..... | 423.810 |

Coque..... 11.472 toneladas.
Aglomerados..... 14.036 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.338 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 966 |
| Lignito..... | 9.748 |
| TOTAL..... | 10.714 |

Producción de coque: > toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 29.039 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 18.246 |
| Antracita..... | 12.547 |
| TOTAL..... | 30.793 |

Aglomerados..... 6.847 toneladas.
Coque..... 4.310 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 992 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 72.180 |
| Antracita..... | 17.805 |
| TOTAL..... | 89.985 |

Aglomerados..... 19.145 toneladas.
Coque..... 1.668 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 17.063 |
| Antracita..... | 8.605 |
| TOTAL..... | 25.658 |

Aglomerados..... 14.624 toneladas.
Coque..... > —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.571 |
| Coque de gas..... | 319 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 14.000 |
| Aglomerados de hulla... | 6.999 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito | 9.877 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.518 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|----------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla | 269 toneladas. |
|----------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|-------------------|-------------------|
| Coque..... | 31.557 toneladas. |
| Aglomerados | 4.593 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | > |
| Lignito..... | 4.325 |
| TOTAL..... | 4.325 |

| | |
|-------------------|----------------|
| Aglomerados..... | 588 toneladas. |
| Coque de gas..... | 36 — |

Producción de combustibles durante los meses de enero a mayo de 1931

| | Meses anteriores | Mayo | TOTAL |
|------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita | 201.607 | 40.122 | 241.729 |
| Hulla | 2.129.107 | 574.829 | 2.703.936 |
| Lignito..... | 126.157 | 28.901 | 155.058 |
| TOTAL..... | 2.456.871 | 643.852 | 3.100.723 |
| Coque metalúrgico..... | 213.867 | 56.880 | 270.747 |
| Aglomerados..... | 235.588 | 66.101 | 301.689 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a mayo de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Mayo | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero) .. | 1.053.911 | 262.653 | 1.316.564 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 58.812 | 8.237 | 67.094 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 244.277 | 63.995 | 308.272 |
| Otros tipos..... | 206.892 | 47.426 | 254.318 |
| TOTAL | 1.563.892 | 382.311 | 1.946.248 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 10.294.931 | 2.619.412 | 12.914.343 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos | 2.025.218 | 554.439 | 2.579.657 |
| Gasolinas y similares..... | 267.907 | 75.031 | 342.938 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de mayo de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|------------------------------------|------------------|
| Almería | 34.412 |
| Badajoz | 3.225 |
| Coruña (Galicia) | 7.415 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra | 1.520 |
| Granada-Málaga | 24.485 |
| Huelva | 8.823 |
| Jaén | » |
| Murcia | 3.921 |
| Oviedo | 6.232 |
| Santander | 27.408 |
| Sevilla | 8.383 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel | 24.576 |
| Vizcaya | 138.060 |
| Zaragoza | » |
| TOTAL | 288.460 |
| Meses anteriores | 1.276.063 |
| TOTAL A LA FECHA | 1.564.523 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona | » | 38 | » | » | » |
| Coruña | » | » | 5.582.000 | 879.000 | 880.000 |
| Guipúzcoa | 841 | 1.573 | » | » | » |
| Oviedo | 8.443 | 10.916 | » | » | » |
| Santander | 3.337 | 4.009 | » | » | » |
| Sevilla | » | » | » | » | » |
| Valencia | 10.421 | 8.855 | » | » | » |
| Vizcaya | 24.571 | 41.550 | » | » | » |
| TOTAL | 47.613 | 66.941 | 5.582.000 | 879.000 | 880.000 |
| Meses anteriores | 212.204 | 235.391 | 2.955.100 | 1.703.500 | 768.100 |
| T. A LA FECHA | 259.817 | 302.332 | 8.537.100 | 2.582.500 | 1.648.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|-------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería | » | » |
| Badajoz | » | » |
| Barcelona-Lérida | 458 | » |
| Ciudad Real | 543 | » |
| Córdoba | 42 | 218 |
| Guipúzcoa | 672 | » |
| Murcia | 2.269 | » |
| Oviedo | » | 664 |
| Santander | 6.968 | » |
| TOTAL | 10.952 | 882 |
| Meses anteriores | 38.939 | 3.505 |
| TOTAL A LA FECHA | 49.891 | 4.387 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL | METAL | | | |
|-------------------|------------------|---------------------|----------------------|---------------------------|------------------------|
| | Toneladas | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba | » | » | » | 738.523 | » |
| Huelva | 290.184 | 1.468.720 | » | » | » |
| Murcia | » | » | » | » | » |
| Oviedo | » | » | 61.573 | 31.756 | » |
| Sevilla | 506 | » | » | » | 11.000 |
| TOTAL | 290.690 | 1.468.720 | 61.573 | 770.279 | 11.000 |
| Meses anteriores | 1.125.179 | 5.498.218 | 158.417 | 2.864.292 | 81.000 |
| T. FECHA | 1.415.869 | 6.966.938 | 219.990 | 3.634.571 | 92.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|-------------------------|--------------|
| Huelva | 905 |
| Oviedo | 128 |
| TOTAL | 1.033 |
| Meses anteriores | 4.351 |
| TOTAL A LA FECHA | 5.384 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|---------------|---------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | 2 | » |
| Badajoz..... | 225 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona . . | 410 | 111 |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 732 | » |
| Córdoba..... | 1.795 | 3.073 |
| Granada-Málaga..... | 175 | 1.319 |
| Guipúzcoa..... | 53 | 147 |
| Jaén..... | 5.620 | 1.046 |
| Murcia..... | 1.327 | 4.301 |
| Santander..... | 616 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 10.955 | 9.997 |
| Meses anteriores..... | 42.489 | 45.631 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 53.444 | 55.628 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|------------------------------|--------------|
| | Kilogramos |
| Granada-Málaga..... | 825 |
| Jaén..... | 1.000 |
| Córdoba..... | 2.401 |
| TOTAL..... | 4.226 |
| Meses anteriores..... | 4.663 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 8.889 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se destina al Distrito minero de Huelva al Ingeniero 3.º D. Miguel Delgado Brackenbury.

Se destina al Distrito minero de Murcia al Ingeniero 3.º D. Pedro Alonso Higuera Rojas.

Falleció el Ingeniero 2.º D. Manuel Ranz Aulés.

Se destina al Distrito minero de Palencia al Ingeniero 1.º D. Francisco Fontanals.

Se concede el reingreso en el servicio activo del Cuerpo, de Ingeniero 2.º, a D. José García Señeriz y Pardo Moscoso.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de junio de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras

Concesiones mineras tituladas en el mes de junio de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|--------------------|-------------------------------|------------------------------------|----------------|------------------------------|-----------------------------------|
| Almería... | Huércal de Almería.. | Iluminada..... | Azufre.... | 48 | D. Manuel López Rueda. |
| Idem..... | Bedar..... | Pedro y Pablo..... | Hierro.... | 11 | Sociedad Unión Bedareña. |
| Idem..... | Beires..... | Nueva Iiple..... | Idem.... | 38 | D. Eugenio de Bustos. |
| Idem..... | Serón..... | Sta. María del Milagro | Idem.... | 20 | » Angel Pérez Pérez. |
| Idem..... | Cuevas..... | Eolo..... | Plomo.... | 6 | » Ginés de Haro y Haro. |
| Idem..... | Idem..... | Cibeles..... | Idem.... | 8 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Enrique..... | Idem.... | 6 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Saturno..... | Idem.... | 6 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Norma..... | Idem.... | 17 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Avispa..... | Idem.... | 9 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Año Nuevo..... | Idem.... | 4 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Jalón..... | Idem.... | 18 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Renato..... | Idem.... | 20 | Idem. |
| Idem..... | Fondón..... | La Virgen de la Salud. | Idem.... | 24 | D. Joaquín García Espinar. |
| Idem..... | Níjar..... | Demasia a Sto. Cristo de la Blend. | Idem.... | 13,980760 | S. A. Ecaterina. |
| Idem..... | Cantoría..... | Sigue la Economía..... | Lignito.... | 8 | D. Pablo López Pérez. |
| Burgos..... | Contreras..... | Pensilvania..... | Lignito.... | 606 | D. Rufino Duque García. |
| Idem..... | Bazoncillos del Tozo y otros. | Buena Nueva..... | Petróleo.. | 238 | La Industria Fiduciaria, S. A. |
| Idem..... | Idem..... | Idem..... | Idem.... | 78 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Idem..... | Idem.... | 178 | D. Jesús Marina Martín. |
| Idem..... | Idem..... | Idem..... | Idem.... | 874 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Idem..... | Idem.... | 1.708 | Idem. |
| Jaén..... | Huelma..... | La Fuensanta..... | Hierro.... | 20 | D. Sebastián Justicia Valdivia |
| Idem..... | Martos..... | La Arrumbada..... | Idem.... | 12 | » Narciso Aguayo Pareja |
| Idem..... | Torredelcampo..... | Carmen..... | Idem.... | 12 | » Francisco Jiménez Padilla. |
| Idem..... | Idem..... | Pura..... | Idem.... | 12 | Idem. |
| Idem..... | Valdepeñas..... | La Equivocación..... | Idem.... | 42 | D. Antonio Flórez Urdapilleta |
| Idem..... | Guarromán..... | San Esteban..... | Plomo.... | 54 | » Mariano Robles Rodríguez. |
| Idem..... | Montizón..... | Los Peques 2. ^a | Idem.... | 80 | » Eliseo Sánchez Piqué. |
| Idem..... | Santiesteban..... | Los Peques 1. ^a | Idem.... | 48 | Idem. |
| Lérida..... | Prats y Sampsor..... | Josefa..... | Carbón.... | 16 | D. José Pujol Gasch. |
| Navarra.... | Lesaca..... | Demasia a Arichugueri | Hierro.... | 9,6839 | S. A. Minas de Cartes. |
| Palencia... | Brañosera..... | Casmina..... | Hulla.... | 205 | D. Andrés Morales del Campo. |
| Idem..... | Celada de Roblecedo.. | Demasia a Cándida... | Idem.... | 9,3762 | Sociedad Hulleras de Celada. |
| Idem..... | Idem..... | Idem a Eslabón..... | Idem.... | 2,6785 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Idem a Chelito..... | Idem.... | 1,7303 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Idem a Diógenes..... | Idem.... | 5,0947 | Idem. |
| Idem..... | Redondo..... | Paquita Tercera..... | Idem.... | 20 | D. Manuel Vestar Barrio. |
| Idem..... | Idem..... | Miguel..... | Idem.... | 40 | » Enrique González Lozano. |
| Idem..... | S. Salvador de Cantamuga... | Maurita..... | Idem.... | 36 | » José Revuelta Saine Pardo. |
| Sta. Cruz Tenerife | Arico..... | Venus..... | Indeterminado. | 20 | » Luis Méndez Franco. |
| Idem..... | Buenavista..... | Nueva Listán..... | Idem.... | 10 | » Ricardo Gómez Ponce. |
| Idem..... | La Laguna..... | Hisogue..... | Idem.... | 30 | » Cándido García Sánchez. |
| Idem..... | Santa Ursula y La Victoria... | Constanza..... | Idem.... | 46 | » Eloy Sansón y Pons. |
| Vizcaya.... | Galdácano..... | Providencia y El Paraiso..... | Hierro.... | 16,0794 | Minera Providencia, S. A. |
| Idem..... | Galdames..... | La Paz..... | Idem.... | 14 | D. Valeriano Sandoval y González. |

596

597

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación del catastro minero de las provincias de Almería, Burgos, Ciudad Real, Cuenca, Jaén, Lérida, Navarra, Palencia, Tenerife y Vizcaya.

También se ha practicado la rectificación anual del catastro de los Distritos de Barcelona (Barcelona, Lérida, Gerona y Tarragona), Huelva-Sevilla (Sevilla y Cádiz) y Vizcaya.

Legislación

MINISTERIO DE FOMENTO

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Personal.

Convocando a examen para el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas a los Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas y Programa para los referidos exámenes. ("Gaceta" del 10.)

Ilmo. Sr.: Este Ministerio ha resuelto convocar a examen a los Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas que constituyen los Escalafones de los respectivos Cuerpos, tanto en servicio activo como en situación de supernumerarios y que así lo deseen y se hallen en posesión del título oficial de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas, para ingresar en el Cuerpo de Ayudantes de Minas, con arreglo a lo dispuesto en el Decreto de 3 del actual y con sujeción al programa publicado en la *Gaceta* de 18 de marzo de 1926, que se reproduce a continuación.

Los aspirantes presentarán en el Negociado de Personal de la Dirección general de Minas y Combustibles instancia dirigida al Director de la misma, acompañando los documentos siguientes:

Cédula personal del interesado.

Título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Una fotografía del interesado (tamaño corriente de carnet).

Los aspirantes abonarán en el acto de la presentación de los referidos documentos la cantidad de 50 pesetas como derecho de examen.

Las instancias y documentación han de presentarse en el plazo comprendido desde el anuncio en la *Gaceta* de esta convocatoria hasta las trece horas del día 1.º de julio del corriente año.

El día 18 de julio del año actual se verificará en el Ministerio de Fomento el sorteo para determinar el número de orden en que han de ser llamados los solicitantes a los ejercicios de examen, publicándose las listas de éstos y cuantos anuncios puedan interesar a los mismos, en el tablón de anuncios del Negociado de Personal de la Dirección general de Minas y Combustibles.

Los exámenes comenzarán el día 1.º de septiembre del corriente año y se verificarán en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, ante el Tribunal que se constituirá oportunamente, publicándose su designación en la *Gaceta de Madrid*.

Dicho Tribunal dispondrá los ejercicios correspondientes a las materias que comprendan el programa, cuyos ejercicios serán eliminatorios.

Terminados los exámenes, el Tribunal elevará al Ministro la relación de los que hayan sido aprobados.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 9 de junio de 1931.—El Subsecretario,
F. Gordón Ordás.

PROGRAMA QUE HA DE REGIR

EN LOS EXÁMENES CONVOCADOS ENTRE LOS CELADORES DE POLICÍA MINERA Y DELINEANTES DE MINAS QUE CONSTITUYEN LOS ESCALAFONES DE LOS REFERIDOS CUERPOS Y DESEEN INGRESAR EN EL DE AYUDANTES DE MINAS

- 1.º Escritura al dictado con buena letra y ortografía.
- 2.º Rotulación, dibujo lineal y topográfico, expresando la altimetría con curvas de nivel.
- 3.º Aritmética.—Ejercicios sobre el sistema decimal, proporciones y regla de tres.
- 4.º Álgebra.—Ejercicios sobre logaritmos, resolución de ecuaciones de primer grado de una o más incógnitas. Manejo de la regla de cálculo.
- 5.º Geometría.—Ejercicios sobre áreas y volúmenes.
- 6.º Trigonometría.—Ejercicios sobre manejo de tablas de líneas trigonométricas naturales y de tablas logarítmicas. Resolución de triángulos rectilíneos.
- 7.º Topografía.—Lectura de aparatos de división y nonius distintos. Ejercicios de gabinete de cálculo de coordenadas y representación gráfica de itinerarios con rumbos o por ángulos, manejando las tablas de líneas naturales. Problema sobre orientación magnética de un grupo minero cuyas concesiones fueron demarcadas con distintas declinaciones.
- 8.º Levantamiento de un plano de itinerario, radiación o triangulación determinando las cotas de diferentes puntos en la extensión y detalle que el Tribunal determine y en el lugar que éste fije. Representación gráfica de estos levantamientos. (En lo que respecta a triangulaciones y problemas que en ella se presenten, ha de tenerse en cuenta la extensión con que son tratadas en la obra de Suárez Inclán.)

9.º Ejercicios sobre el terreno de nivelación, curvas de nivelación y perfiles, manejando el nivel de anteojo.

10. Legislación de Minas.—Ejercicios prácticos sobre tramitación de registros mineros.

Los aspirantes han de presentarse provistos de papel y demás útiles de dibujo, así como tablas de logaritmos con siete cifras decimales y tablas de líneas naturales con cinco cifras.

DIRECCIÓN GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Disponiendo que durante el mes de julio próximo rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra de plomo viejo, los mismos precios vigentes en el presente mes. ("Gaceta" del 27.)

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Esta Dirección general ha tenido a bien disponer que, durante el próximo mes de julio, rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo efectuada por dicho organismo, los mismos precios vigentes en el mes de junio actual, o sean los establecidos por Orden ministerial de 28 de mayo último. (*Gaceta* del 30.)

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 26 de junio de 1931.—El Director general, P. A., *J. R. Valiente*.

Señor Jefe de la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas.

Orden concediendo una zona de protección de 1.300 hectáreas para defender los alumbramientos de agua de la Sierra de San Cristóbal, que abastecen las ciudades de Cádiz y Puerto de Santa María. ("Gaceta" del 18.)

Ilmo. Sr.: Vistas las instancias, fecha 29 de septiembre y 15 de octubre, que elevan a este Ministerio los Alcaldes Presidentes de los excelentísimos Ayuntamientos del Puerto de Santa María y Cádiz, respectivamente, en súplica de que, previo informe del Instituto Geológico y Minero de España, sea delimitada una zona de protección a los alumbramientos de agua, que, sitos en la Sierra de San Cristóbal, abastecen a ambas ciudades:

Vistas las certificaciones expedidas por los respectivos Secretarios de dichos Ayuntamientos, en las que constan los acuerdos de éstos de elevar las peticiones de referencia y la aprobación por ambas Corporaciones del convenio de explotación de las aguas aludidas, en la forma propuesta por el Ingeniero Vocal del Instituto Geológico, Sr. Gavala, y por el Ingeniero Jefe de Obras públicas de la provincia de Cádiz:

Visto el informe del Director del Instituto Geológico y Minero de España que, de acuerdo con el emitido por el Ingeniero Vocal de dicho Centro, Sr. Fernández Iruegas, propone se conceda la delimitación de Zona de protección solicitada por los mencionados Ayuntamientos, representada en el plano que acompaña y que está limitada: al Sur, por la línea férrea de Cádiz a Sevilla, desde el kilómetro 122 al punto donde corta el término de Jerez; a Levante y Norte, por la divisoria de aguas de la Sierra de San Cristóbal, pasando por la casa de La Vetilla y El Zapatero, y a Poniente, por las dos líneas que unen El Zapatero con el Vértice de la Florida y éste con el kilómetro 122 de la línea

férrea de Sevilla, con lo que queda cerrado el perímetro de la zona de protección solicitada:

Visto el informe del Consejo de Minería, que después de un detenido estudio de la cuestión dictamina que, para defender los manantiales que abastecen a las ciudades de Cádiz y Puerto de Santa María, se debe asignar una zona de protección de 1.300 hectáreas, cuyo perímetro designa en la siguiente forma: Se tomará como punto de partida el centro del mojón 122 del ferrocarril de Sevilla a Cádiz; desde dicho punto, en dirección Oeste verdadero, $8\frac{1}{2}$ grados Sur, se medirán 1.700 metros y se colocará la primera estaca; desde ésta, en dirección Norte, $8\frac{1}{2}$ grados Oeste, se medirán 2.000 metros y se colocará la segunda estaca; desde ésta, en dirección Este, $8\frac{1}{2}$ grados Norte, se medirán 6.500 metros y se colocará la tercera estaca; desde ésta, en dirección Sur, $8\frac{1}{2}$ grados Este, se medirán 2.000 metros y se colocará la cuarta estaca, y, por último, desde ésta, en dirección Oeste, $8\frac{1}{2}$ grados Sur, se medirán 4.800 metros, llegando al punto de partida y quedando así cerrado el perímetro de las 1.300 hectáreas que deben asignarse como zona de protección a los manantiales aludidos:

Visto el informe de la Asesoría jurídica de este Ministerio, que, después de un detenido y razonado estudio legal del asunto, estima debe concederse la zona de protección de que se trata, sin derecho de indemnización a los propietarios del suelo, a no ser que se imposibilite el cultivo,

Este Ministerio, de acuerdo con lo propuesto por la Dirección general de Minas y Combustibles, ha tenido a bien disponer:

1.º Que para defender los alumbramientos de agua de la Sierra de San Cristóbal, que abastecen las ciudades de Cádiz y Puerto de Santa María, se conceda una zona de protección de 1.300 hectáreas, dentro de la cual no podrán hacerse libremente más alumbramientos de agua que pozos ordinarios o norias, siendo preciso para cualquier otra clase

de alumbramientos autorización administrativa e indispensable que a la petición acompañe el correspondiente proyecto y que éste sea favorablemente informado por el Instituto Geológico y que la ejecución de los trabajos sea asiduamente inspeccionada por aquel Centro y por la Jefatura de Minas de Sevilla.

2.º Que la determinación del perímetro de la expresada zona se haga en la forma siguiente: Se tomará como punto de partida el centro del mojón 122 del ferrocarril de Sevilla a Cádiz; desde dicho punto y en dirección Oeste, $8\frac{1}{2}$ grados Sur, se medirán 1.700 metros; desde este punto y en dirección Norte, $8\frac{1}{2}$ grados Oeste, se medirán 2.000 metros; desde este punto y en dirección Este, $8\frac{1}{2}$ grados Norte, se medirán 6.500 metros; desde este punto y en dirección Sur, $8\frac{1}{2}$ grados Este, se medirán 2.000 metros, y, por último, desde este punto y en dirección Oeste, $8\frac{1}{2}$ grados Sur, se medirán 4.800 metros, llegando al punto de partida y quedando así cerrado el perímetro de la zona de protección aludida; y

3.º Que de acuerdo con lo informado por la Asesoría jurídica de este Ministerio, la zona de protección de que se trata se conceda sin derecho de indemnización a los propietarios del suelo, a no ser que justifiquen que se les imposibilita el cultivo, debiendo publicarse esta resolución en la *Gaceta de Madrid* y en el *Boletín Oficial* de la provincia de Cádiz.

Madrid, 10 de junio de 1931.— *Alvaro de Albornoz*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayo y caracterización de los aceites y grasas industriales</i> , por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villegas (continuación) | 477 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de mayo de 1931 | 588 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a mayo de 1931..... | 591 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a mayo de 1931..... | 591 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de mayo de 1931..... | 592 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 595 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de junio de 1931 | 596 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de Fomento.—Dirección general de Minas y Combustibles.—Personal.—Convocando a examen para el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas a los Celadores de Policía Minera y Delineantes de Minas y Programa para los referidos exámenes.... | 599 |

Páginas

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Disponiendo que durante el mes de julio próximo rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra de plomo viejo, los mismos precios vigentes en el presente mes..... | 602 |
| Orden concediendo una zona de protección de 1.300 hectáreas para defender los alumbramientos de agua de la Sierra de San Cristóbal, que abastecen las ciudades de Cádiz y Puerto de Santa María..... | 603 |

**Boletín Oficial de Minas, Metalurgia
y Combustibles**



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE

ENSAYO Y CARACTERIZACION DE ACEITES
Y GRASAS INDUSTRIALES

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. LUIS TORÓN VILLEGAS

(Continuación)

CAPITULO IV

ACEITES DE ALUMBRADO

1.º— *Ensayos químicos.*

1. Acidez.
2. Investigación de los esteres.
3. Azufre.
 - Método de Heussler y Engler.
 - Idem oficial americano.
 - Idem de la I. P. T.
4. Sales nafténicas y ácidos sulfonados.
5. Acción del ácido sulfúrico.
6. Hidrocarburos no saturados.
7. Solubilidad en el alcohol absoluto.
8. Residuo de carbonización.
9. Cenizas.



2.º—*Ensayos físicos.*

1. Densidad.
2. Color (Colorímetros de Saybolt, Stammer, Wilson y Lovibond).
3. Viscosidad.
4. Punto relámpago.
Aparato Abel.
Idem Abel-Pensky.
5. Punto de enturbiamiento.
6. Flock test.
7. Ensayo por destilación.
8. Ensayo por combustión.
9. Ensayo del poder iluminante.
10. Poder calorífico.

* * *

Comprendemos bajo este título todos los productos derivados del petróleo, cuyo principal empleo es el alumbrado, cuando se los quema en lámparas de tipos diversos. Muchas son las distinciones que se hacen entre los diversos aceites de este grupo, que por otra parte, es el comprendido entre las temperaturas de destilación de 150 y 300 grados, pero, en general, se pueden subdividir en dos subgrupos: los kerosenos y los aceites de quemar durante largo tiempo (*long time burning oil*). Los ensayos a realizar son análogos en los dos grupos, salvo que algunos de ellos sólo se aplican a uno de los mismos, según indicaremos al describir dichos ensayos.

1.º—ENSAYOS QUIMICOS

1. **Acidez.**—Para determinar la acidez de un aceite de este grupo se sigue el método general ya citado, es decir, se toman 100 gramos del aceite en un embudo de llave, agitando durante un minuto con un peso igual de agua; separada esta última, por diferencia de densidad, se titula su acidez con una solución N/10 de sosa o potasa, empleando el naranja de metilo como indicador y expresando la aci-

dez bajo la forma de miligramos de potasa empleados en neutralizar la acidez de 100 gramos del aceite.

2. **Investigación de los esteres.**—Esta investigación responde a la explicación dada por Heussler y Dennstedt (1), de la formación de un depósito carbonoso en la mecha de las lámparas y a la carbonización misma de ésta; según dichos investigadores, dicho fenómeno es debido a la presencia en el aceite de derivados del ácido sulfúrico, formados durante el proceso de refinado y que al arder dan lugar a la formación de ácido sulfúrico. Para realizar la investigación de estos derivados se calienta el aceite en un baño de parafina, hasta los 140 grados, con una pequeña proporción de anilina, que precipitará, originando un enturbiamiento del aceite, y que, recogido después y descompuesto por la adición de agua, dejará el ácido sulfúrico en libertad, el cual se caracterizará en la solución acuosa por el método ordinario.

3. **Azufre.**—La existencia de este cuerpo en los aceites de alumbrado debe ser determinada con la mayor exactitud posible, pues la proporción existente es de gran importancia, ya que el azufre, además de producir un olor desagradable en la combustión, da lugar a la carbonización de la mecha y a la reducción del poder iluminante de la lámpara. Muy numerosos son los métodos empleados para esta determinación, que se realiza de la misma manera para estos aceites y para las gasolinas; de ellos vamos a explicar los más recomendables:

a) *Método de Heussler y Engler* (2).—Se emplea el aparato representado en la figura 55. Como se ve, el aceite se quema en la pequeña lámpara A, de forma tal que el nivel del líquido descienda muy poco por la combustión de

(1) *Ztsch. Für angew. Chem.*, 17, 1904, pág. 264.

(2) *Chem. Ztg.*, 20, 1896, pág. 197.

la porción necesaria para el ensayo, con el fin de que la combustión se realice de manera uniforme; los productos de la combustión ascienden por la chimenea *B*, prolongada por el tubo *b*, que los conduce a la parte inferior del tubo de absorción *C*, cargado de bolas de vidrio y de 20 centímetros cúbicos de una solución de hipobromito potásico, obtenida añadiendo bromo a una solución al 5 por 100 de potasa y descolorándola por aereación; de la parte supe-

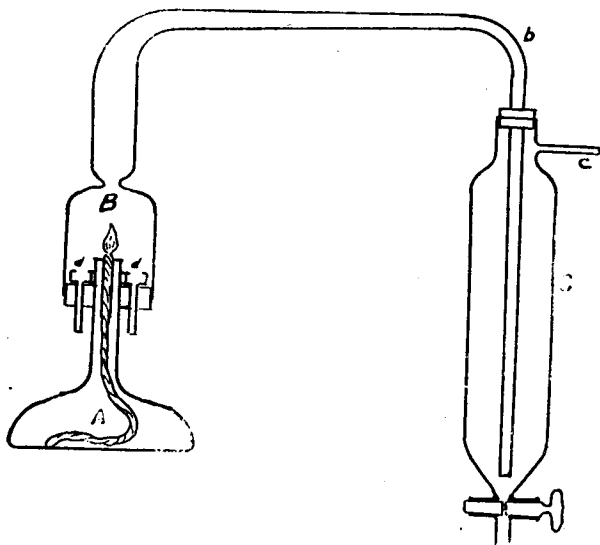


Figura 55.—Aparato de Heussler y Engler para determinar el azufre en una gasolina.

rior de este tubo arranca un pequeño tubo *c*, que se conecta con una bomba de vacío u otro tipo cualquiera de aspirador, con el fin de obtener el movimiento de gases en el circuito. El aire necesario para la combustión entra a la chimenea a través de los dos tubos *d*, que lo distribuyen, mediante el anillo a que están unidos, en una corriente cilíndrica que rodea la llama. Para realizar el ensayo se cargan 100 centímetros cúbicos del aceite en la lámpara, que se

pesa y se enciende, acoplándola al aparato y estableciendo la succión necesaria para que la combustión se realice sin humo; se deja el conjunto abandonado a sí mismo durante cinco o seis horas, al cabo de las cuales se habrán quemado, aproximadamente, unos 10 a 12 gramos del aceite, deteniendo entonces el ensayo, pesando la lámpara para saber exactamente el aceite quemado, abriendo después la llave inferior de *C* y recogiendo el líquido en un vaso, al que se añaden también 20 centímetros cúbicos de agua, con los que se habrá lavado el tubo *C*, haciendo al mismo tiempo pasar aire a través del mismo y repitiendo estos lavados varias veces, hasta reunir un volumen de unos 100 centímetros cúbicos. En este líquido se determinará el ácido sulfúrico mediante la precipitación con el cloruro bórico y de la cantidad existente se deducirá el contenido en azufre de la porción quemada de aceite.

b) *Método oficial americano* (1).—Este método, que es el establecido por la A. S. T. M. con la designación D 90-267, es análogo en principio al que acabamos de explicar, diferenciándose en su realización práctica. Como éste, es aplicable también a las gasolinas.

La lámpara (fig. 56) consiste en un pequeño Erlenmeyer de 25-35 centímetros cúbicos de capacidad, provisto de un tapón de corcho que lleva un trozo de tubo de vidrio recodado de tres milímetros de diámetro interior, que actúa de portamecha; ésta es de algodón ordinario y el corcho lleva unas escotaduras que permiten la entrada de aire a medida que va quemándose el aceite. Los productos de la combustión, recogidos por una chimenea de vidrio, pasan a un aparato de absorción que contiene una disolución de carbonato sódico que contenga 3,306 gramos de $\text{CO}_2 \text{Na}_2$ por litro, y en el cual se cargan también, para aumentar la superficie de contacto, bolas de vidrio o trozos cortos de tubo

(1) U. S. Government, núm. 2 d, pág. 91.

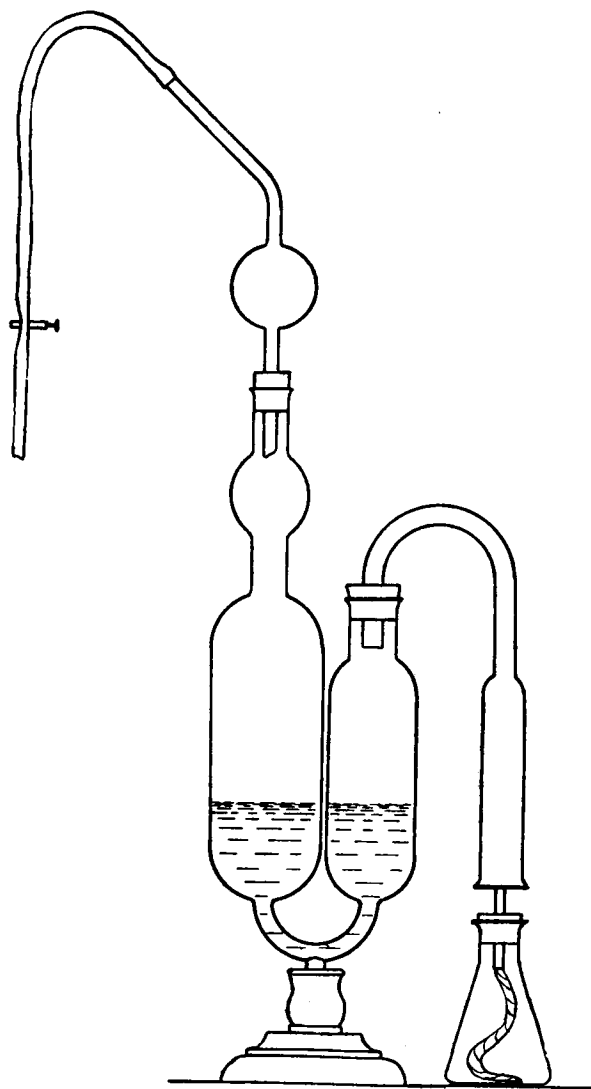


Figura 56.—Aparato oficial americano para determinar el azufre en una gasolina.

de vidrio. El movimiento de gases en el aparato se obtiene, como en todos estos casos, por un aspirador ordinario conectado con el tubo de absorción por un tubo de goma, provisto de una pinza regulable y un trozo especial de tubo de vidrio, provisto de una bola destinada a detener cualquier porción líquida arrastrada. El método operatorio, establecido por el *U. S. Bureau of Mines*, es como sigue:

Se introducen en el tubo de la lámpara dos cabos de mecha de algodón de 4,5 pulgadas de largo y de modo que no queden trenzados, sino paralelos, cortando su extremo con unas tijeras bien afiladas. En la lámpara, bien limpia, se introducen 20 centímetros cúbicos del aceite a ensayar, se coloca tapón y mecha y se pesa el conjunto, hasta aproximar la tercera decimal. En el aparato de absorción, después de haberlo lavado con agua destilada, se vierten 10 centímetros cúbicos de la solución patrón de carbonato sódico, medidos exactamente con una pipeta muy bien calibrada y dejándola escurrir durante tres minutos, después de haberla vaciado; se lavan también la chimenea y el tubo de bola, se secan y se acopla todo el aparato en la forma indicada en la figura. Se preparará otro aparato exactamente igual, para realizar con él un ensayo *en blanco*, cargando en la lámpara alcohol bien libre de azufre y en el aparato de absorción la misma cantidad de reactivo. Se colocarán en los dos aparatos las lámparas de manera que el tubo portamecha no penetre en las chimeneas más de $\frac{1}{16}$ de pulgada, y se establece la succión de ambos, de manera que el paso de aire a través del absorbente siga en los dos la misma velocidad; las llamas deberán estar tranquilas, sin humo y de una altura de $\frac{1}{4}$ ". Se mantiene la combustión durante dos horas, o menos, si el contenido en azufre del aceite es muy elevado, y cuidando que se queme aproximadamente un gramo de aceite por hora; transcurrido dicho plazo se apagan las llamas y se suspende con cuidado la succión. Con cada uno de los apa-

ratos se realizan las siguientes operaciones: se lavan la chimenea y el tubo de succión con una solución de naranja de metilo que contenga 0,004 gramos por litro, empleando un frasco lavador de chorro muy fino y recogiendo los líquidos de lavado en el aparato de absorción; se titula después la cantidad de carbonato sódico existente en éstos mediante una solución de ácido clorhídrico que contenga 2,275 gramos de HCl por litro, hasta aparición del color rosa, y cuidando de agitar los líquidos después de cada adición de ácido, mediante un tubo de vidrio introducido en el aparato de absorción y por el que se sopla, sea con la boca del operador, sea mediante una pera de goma. Si llamamos:

- b , el ácido empleado en el ensayo en blanco;
- a , el ácido empleado en el ensayo de aceite;
- p , el peso en gramos del aceite quemado, y
- s , la cantidad de CO_2 Na_2 empleado,

el porcentaje de azufre contenido en el aceite será, si se ha hecho el ensayo en blanco:

$$S = \frac{(b - a) \cdot 0.1}{p}$$

y si no se ha hecho dicho ensayo:

$$S = \frac{(s - a) \cdot 0.1}{p}$$

c) Métodos de la Institution of Petroleum Technologists (1).—Se emplea en este método el aparato que representamos esquemáticamente en la figura 57 y en una vista en la figura 58. La inspección de ambas y las cotas de la primera nos dispensan de mayor descripción. El método operatorio es como sigue:

Se toman cinco centímetros cúbicos del aceite o gasolina a examinar (cuya densidad se habrá determinado) y se

(1) *Standard Methods of Testing Petroleum and its Products*, 1929.

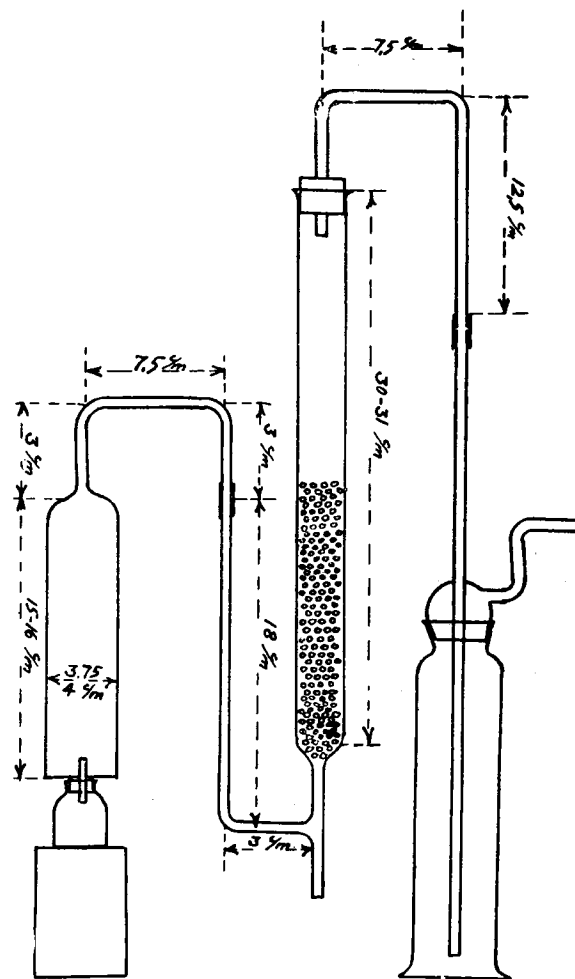


Figura 57.—Aparato de la I. P. T. para determinar el azufre en una gasolina.

vierten en la lámpara. Se cargan 20 centímetros cúbicos de una solución al 10 por 100 de carbonato sódico en el tubo de bolas y un centímetro cúbico de dicha solución y 20 de agua en el lavador. Se establece la succión necesaria, a través del conjunto del aparato, de modo que la llama de la lámpara tenga de media pulgada a tres cuartos de pulgada

de alto y que no se produzca en absoluto nada de humo. Se mantiene la combustión hasta completa sequedad en la lámpara, después de lo cual se lava ésta dos veces con dos centímetros cúbicos de acetato de amilo, quemándolo las dos veces hasta sequedad, para dejar así la lámpara y la mecha libres por completo de trazas del aceite ensayado.

Operando bajo estas condiciones, la combustión de la gasolina se realizará en dos horas y la de los destilados más pesados en tres. Terminada ésta, se reúnen en una cápsula los contenidos de tubo y lavador, así como los líquidos de lavado de éstos y de todas las demás partes del aparato, los que se procurará se realicen con el mínimo de agua, de tal modo que la totalidad de líquido obtenido no pase de los 200 centímetros cúbicos; a este líquido se añaden 0,5 gramos de peróxido de sodio, calentándolo después a la ebullición, acidificándolo ligeramente con ácido clorhídrico y añadiendo, con ebullición, cinco centímetros cúbicos de una solución que contenga 100 gramos por litro de cloruro bórico. Se deja el conjunto durante cuatro horas sobre una placa caliente, o sobre un baño-maria y después es conveniente dejarlo en reposo durante toda la noche, convenientemente cubierto para evitar pérdidas por evaporación. Se filtra después y el precipitado se lava, en el filtro, con agua hasta que ésta no presente trazas de cloruros, lavándolo entonces con una solución al 10 por 100 de nitrato amónico, secándolo después (el tratamiento con nitrato amónico favorece la combustión del papel del filtro y evita la reducción del sulfato bórico).

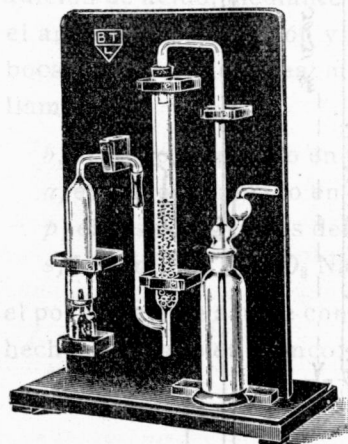


Figura 58.—Aparato de la I. P. T.

Operando bajo estas condiciones, la combustión de la gasolina se realizará en dos horas y la de los destilados más pesados en tres. Terminada ésta, se reúnen en una cápsula los contenidos de tubo y lavador, así como los líquidos de lavado de éstos y de todas las demás partes del aparato, los que se procurará se realicen con el mínimo de agua, de tal modo que la totalidad de líquido obtenido no pase de los 200 centímetros cúbicos; a este líquido se añaden 0,5 gramos de peróxido de sodio, calentándolo después a la ebullición, acidificándolo ligeramente con ácido clorhídrico y añadiendo, con ebullición,

cinco centímetros cúbicos de una solución que contenga 100 gramos por litro de cloruro bórico. Se deja el conjunto durante cuatro horas sobre una placa caliente, o sobre un baño-maria y después es conveniente dejarlo en reposo durante toda la noche, convenientemente cubierto para evitar pérdidas por evaporación. Se filtra después y el precipitado se lava, en el filtro, con agua hasta que ésta no presente trazas de cloruros, lavándolo entonces con una solución al 10 por 100 de nitrato amónico, secándolo después (el tratamiento con nitrato amónico favorece la combustión del papel del filtro y evita la reducción del sulfato bórico).

Realizado todo esto, se termina la operación por la incineración, enfriado y pesado del precipitado, deduciendo del peso de sulfato bórico obtenido la cantidad de azufre existente en el peso de aceite o gasolina empleados.

Esta determinación debe realizarse en un laboratorio cuyo aire se mantenga libre de vapores sulfurosos; además es conveniente realizar un ensayo en blanco, de manera análoga a la que hemos descrito al describir el método americano.

El otro método recomendado por la I. P. T. es el de Richardson, designado por el símbolo G. 4a. Este método consiste en lo siguiente:

Se emplea el aparato de la figura 59, cuya inspección nos dispensa de mayor descripción. El método operatorio es como sigue: dos mililitros del aceite o gasolina se cargan, mediante una pipeta bien exacta, en la lámpara del aparato, por el tubo lateral de la misma cuyo tapón se coloca de nuevo una vez realizada la carga; se cargan 50 mililitros de agua y tres de agua oxigenada libre de ácidos, neutralizados exactamente por la adición de unas gotas de solución N/10 de sosa, empleando la fenolftaleína como indicador, en el tubo de absorción. Realizadas estas operaciones, se establece la corriente de aire, por la puesta en marcha del aspirador y, tomando la lámpara, se tapa con

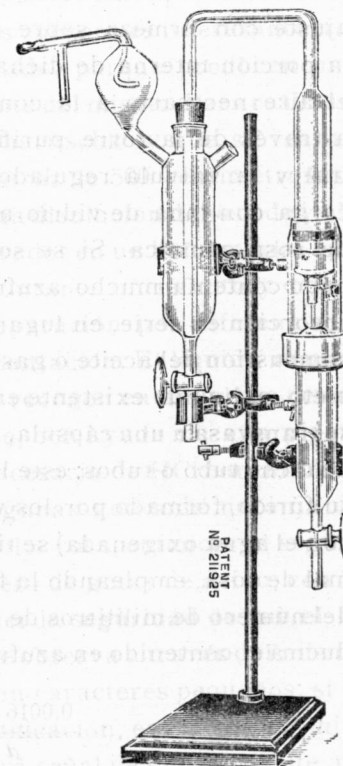


Figura 59.—Aparato de Richardson.

un dedo la abertura central de llegada de aire y se enciende el mechero, se inserta después la lámpara en la chimenea, graduando luego la válvula para la obtención de una llama azul; cuando ésta es tranquila, se desciende la porción externa de la chimenea, haciendo que su borde entre en el cierre de mercurio y que en su parte superior se ajuste con firmeza sobre el anillo de caucho que rodea la porción interna de dicha chimenea; logrado esto, todo el aire necesario a la combustión llegará a la lámpara a través de la torre purificadora mediante el tubo central y la válvula reguladora (esta torre purificadora se carga con lana de vidrio mojada por una solución diluida de sosa cáustica. Si se sospechase que el aceite examinado contenía mucho azufre, se dispondrán dos tubos de absorción en serie, en lugar de uno solo.) Una vez que la combustión del aceite o gasolina se ha realizado por completo, el líquido existente en el tubo o tubos de absorción se transvasa a una cápsula, añadiéndole las aguas de lavado de dicho tubo o tubos; este líquido ácido (a causa del ácido sulfúrico, formado por los vapores sulfurosos en contacto con el agua oxigenada) se titula con una solución decinormal de sosa, empleando la fenolftaleína como indicador, y del número de mililitros de dicha solución empleados se deducirá el contenido en azufre, por la fórmula:

$$\frac{0,0016 \cdot n \cdot 100}{d \cdot a}$$

en la cual n es el número de mililitros de la solución alcalina; d , la densidad del aceite, y a , el número de mililitros de éste, tomados para realizar el ensayo; en el caso en que, según las instrucciones oficiales, a tenga el valor 2, según hemos indicado, la fórmula quedará reducida a

$$\frac{0,08 \cdot n}{d}$$

Cuando se trata de realizar esta determinación en un aceite de alumbrado, este aparato debe ser provisto de lámpara especial para dicho combustible, en lugar de la empleada para la gasolina.

4. Investigación de las sales nafténicas y los ácidos sulfonados.—La busca de estos cuerpos es interesante tratándose de un aceite de alumbrado, porque producen una disminución del poder iluminante del mismo. Para realizarla se aplica la reacción de Charitschkow que se realiza como sigue: Se tratan en un matraz de 500 centímetros cúbicos, 300 del aceite por 18 de una disolución de sosa de 1,014 de densidad, calentando a 70 grados en un baño-maría, agitando después vigorosamente durante un minuto y dejando reposar, para lograr la separación por diferencia de densidad, en un embudo de decantación. El líquido acuoso se divide en dos partes, que se recogen en dos tubos de ensayo; a uno de éstos se le añade, con ayuda de una pipeta fina, gota a gota la cantidad necesaria de HCl concentrado para que, habiendo añadido algunas gotas de naranja de metilo, el líquido adquiera el color rosa; entonces al segundo se le añadirá el mismo número de gotas de ácido, con la misma pipeta, con el fin de tener la seguridad de que el líquido tiene reacción ácida, y se observa a través del mismo un trozo de papel impreso con caracteres pequeños; si la turbidez, producida por la acidificación, es tal que permite dicha lectura sin dificultad, será señal de que el aceite no contiene proporciones considerables de los compuestos en cuestión.

5. Acción del ácido sulfúrico.—Tratándose de kerosenos incoloros o casi incoloros, se realizará con ellos este ensayo de igual manera que la que hemos descrito para la gasolina, observando si se colorea por el tratamiento en cuestión.

6. **Determinación de los hidrocarburos no saturados.**—Se seguirán en este punto los mismos métodos que hemos explicado en detalle al tratar del mismo objeto en la gasolina.

7. **Solubilidad en el alcohol absoluto.**—Este ensayo proporciona un medio de diferenciar los kerosenos de las naftas pesadas, que se emplean como substitutivos de la trementina. Mientras que los kerosenos son solubles con toda facilidad en dos volúmenes de alcohol absoluto, no se disuelven totalmente en tres volúmenes de alcohol de 96 grados, dejando un cierto residuo aceitoso que produce una turbidez en el líquido. Los substitutivos de la trementina, por el contrario, se disuelven completamente en los tres volúmenes de alcohol de 96 grados.

8. **Residuo de carbonización.**—Se seguirá para esta determinación uno cualquiera de los métodos que explicaremos en el capítulo referente a los aceites de gas.

9. **Cenizas.**—Se toman 250 centímetros cúbicos del aceite a ensayar, evaporándolo hasta reducirlo a un pequeño volumen que se transvasa a una cápsula plana de platino tarada, en la que se continúa con cuidado la evaporación hasta sequedad, logrado lo cual se inflama el residuo seco en un mechero, hasta que haya desaparecido cualquier traza de carbono. El peso hallado entonces, menos la tara, dará la cantidad de cenizas existentes en el volumen ensayado y de ella se deduce la proporción por litro.

2.º ENSAYOS FISICOS.

1. **Densidad.**—Se determinará según el método ordinario.

2. **Color.**—La importancia de este ensayo es sobre todo grande cuando se trata de los kerosenos americanos, en los

que el color puede ser indicio de mala calidad o de impurezas, mientras que en los petróleos europeos se encuentran kerosenos de buena calidad que sin embargo poseen un cierto color. De todas maneras su determinación siempre es interesante. Para realizarla se pueden aplicar diversos aparatos, entre los que citaremos los siguientes:

a) **Cromómetro de Saybolt.**—Su empleo constituye el método oficial americano, siguiéndose para ello la práctica descrita al tratar de la gasolina.

b) **Colorímetro de Stammer.**—Este colorímetro, muy empleado en la región de Bakú, consta de dos tubos, de los cuales uno de ellos, *b* (fig. 60), es fijo, hallándose vacío y llevando en su parte superior un vidrio de urano, mientras que el otro se compone en realidad de dos partes, una fija y otra móvil; la parte fija se halla sujeta a la montura superior del aparato *p* en la que se halla fijo también el tubo *b* y en la cual existe un sistema de prismas, que permiten observar ambos tubos con un solo ocular; la parte móvil *f* tiene un diámetro mayor que la fija *t*, con el fin de que ésta pueda entrar en su interior cuando se eleve dicho tubo móvil; en este tubo se coloca el keroseno a examinar y, mediante el tornillo *t*, se hace subir la porción móvil *f*, de manera que el tubo fijo se vaya sumergiendo gradualmente en el keroseno a examinar; como tanto el tubo fijo primero como el móvil, se hallan cerrados inferiormente por un vidrio incoloro, que recibe los rayos luminosos proyectados paralelamente

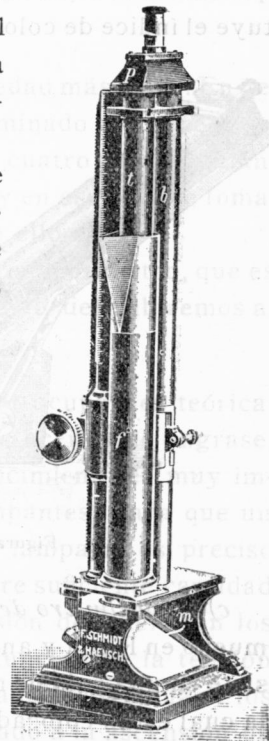


Figura 60.
Colorímetro de Stammer.

a ellos por el espejo *m*, se comprende que, a medida que vayamos subiendo el tubo *f*, el espesor de la capa de keroseno atravesada por los rayos luminosos será menor y por tanto, observando por el ocular, se irá aproximando el color al de la luz que atraviesa el vidrio de urano y, cuando el color sea igual en ambos, se leerá la graduación que indica el espesor de la capa de keroseno, lo que constituye el índice de color del mismo.

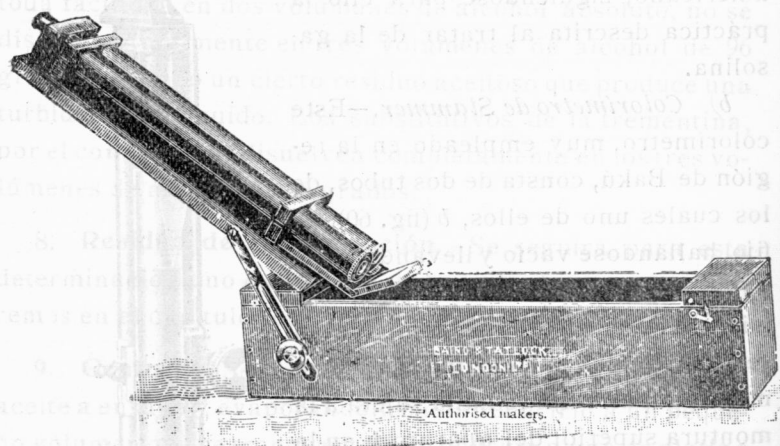


Figura 61.—Colorímetro de Wilson.

c) *Colorímetro de Wilson*.—Este colorímetro, empleado mucho en Rusia y antes muy extendido en Inglaterra, consiste en una caja de madera de tapa rebatible (fig. 61) y en la cual están colocados interiormente dos tubos iguales de cobre, que en su extremidad superior se hallan reunidos, como en otros colorímetros, por un sistema de prismas y un ocular y a través de los cuales puede pasar la luz reflejada por un espejo colocado en el fondo de la caja. Para apreciar el color de un keroseno con este aparato, se coloca en el interior de uno de los tubos de cobre un tubo de vidrio completamente lleno de keroseno a examinar, observando la luz a través de él y observando su coloración, por com-

paración con el color de unos vidrios patrones que se colocan sucesivamente en el extremo del otro tubo; estos vidrios responden a la clasificación inglesa de los kerosenos, que es la siguiente:

Standard White,
Prime White,
Superfine White,
Water White,

correspondiendo esta última a la variedad más clara. En general, la coloración del keroseno examinado no corresponderá exactamente a ninguno de estos cuatro tonos, hallándose comprendida entre dos de ellos y en ese caso se tomará como color el tono más obscuro de ellos.

d) *Colorímetro de Lovibond*.—Este colorímetro, que es el patrón recomendado por la I. P. T., lo describiremos al hablar de los aceites lubricantes.

3. **Viscosidad**.—Reservándonos el ocuparnos teóricamente de la viscosidad al tratar de los aceites de engrase, nos limitaremos a decir que su conocimiento es muy importante tratándose de los aceites lampantes. Para que un keroseno arda normalmente en una lámpara, es preciso evidentemente que la mecha suministre suficiente cantidad de aceite a la llama y, como la ascensión del aceite en los conductos capilares de la mecha es función de la tensión superficial, la viscosidad, que aumenta la resistencia de los capilares, se opondrá en un cierto grado a la ascensión de dicho aceite (1). Según Stepanoff, la relación entre la cantidad de aceite suministrado *M*, la constante capilar *a* y la viscosidad *Z* está dada por la fórmula:

$$M = \frac{a^2}{Z}.$$

(1) UBELHODE: *Petro.*, 4, pág. 861; ENGLER, LEWIN y STEPANOFF, *Grundlagen der Lampentheorie*, 1906.

Para esta determinación, en Alemania se emplea el viscosímetro de Engler, modificado por Ubbelohde; en Norteamérica el viscosímetro de Saybolt, y en Inglaterra la I. P. T. recomienda, sea el empleo del viscosímetro Redwood núm. 1, sea de un viscosímetro absoluto del tipo de tubo en U, expresando entonces los resultados en unidades absolutas.

4. **Punto relámpago.**—Varios son los aparatos que pueden ser empleados para esta determinación, que presenta gran importancia tratándose de un aceite empleado en lámparas, puesto que el punto relámpago proporciona una indicación muy aproximada de los riesgos que se corren al utilizarlo en dicho empleo. Claro está que dicha determinación no da un dato exacto acerca de este peligro, para aclarar el cual lo más recomendable es el empleo de un eudiómetro, análogamente a lo que hemos indicado para determinar la explosibilidad de una gasolina. Engler, a consecuencia de numerosos ensayos acerca de este punto (1), establece que la temperatura a la cual se forman mezclas explosivas en una lámpara ordinaria es aproximadamente ocho grados superior a la correspondiente al punto relámpago, determinado por el aparato Abel-Pensky. Los aparatos más empleados para estas determinaciones son el Abel, el Abel con la modificación de Pensky y el Tag o Taggliabue, cuando se trata de aceites lampantes de punto relámpago bajo, empleándose el Pensky-Martens cuando se trata de aceites lampantes de punto relámpago alto; además se pueden emplear los aparatos que realizan esta determinación en vaso abierto, tales como el Cleveland, el de los ferrocarriles prusianos y el Elliot. En Francia se emplea el aparato Luchaire.

(1) *Chem. Ind.*, 1882, pág. 106.

El *aparato Abel* es el empleado en el método patrón de la I. P. T. (1), que consiste en lo siguiente:

Se emplea el aparato original de Abel, con la única modificación de añadirle un agitador. Las figuras 62 y 63 dan unos esquemas del mismo y la 64 una vista exterior. Está compuesto de un depósito cilíndrico A para el aceite (*oil cup*), provisto cerca de su borde superior de un reborde saliente, con el fin de poderlo apoyar, y que en su interior plateado lleva un trozo de alambre curvado y terminado en punta B, que sirve de punto de nivel; este depósito lleva una cubierta C, consistente en una placa con un reborde cilíndrico, que entra a frotamiento suave sobre la superficie externa del depósito, y que lleva los siguientes orificios: uno para el termómetro, otro para el agitador, empleado únicamente cuando se trata de materiales viscosos, otro libre y tres orificios rectangulares situados en un mismo diámetro, y de los cuales uno coincide con el centro de la cubierta y los otros dos se hallan, colocados simétricamente con relación a éste, en las proximidades de la pared del depósito; paralelamente a este diámetro lleva la cubierta dos deslizaderas F, que sirven para guiar el movimiento de una placa metálica provista de dos aberturas, dispuestas de manera que, por el deslizamiento de la misma hacia uno u otro de los lados del aparato, descubren los tres orificios de la cubierta o los cierran conjuntamente; esta placa lleva un tope saliente que da lugar al basculamiento parcial de una pequeña lámpara de aceite E, que se halla apoyada sobre dos muñones y que al bascular introduce su pico con la llama por el orificio central de la tapa abierto en ese momento por el movimiento de la placa deslizante. El depósito que nos ocupa se halla situado dentro de un recipiente especial de caldeo K, constituido por dos cuerpos cilíndricos de diámetros diferentes, colocados uno

(1) *Standards methods of testing Petroleum and its Products.*

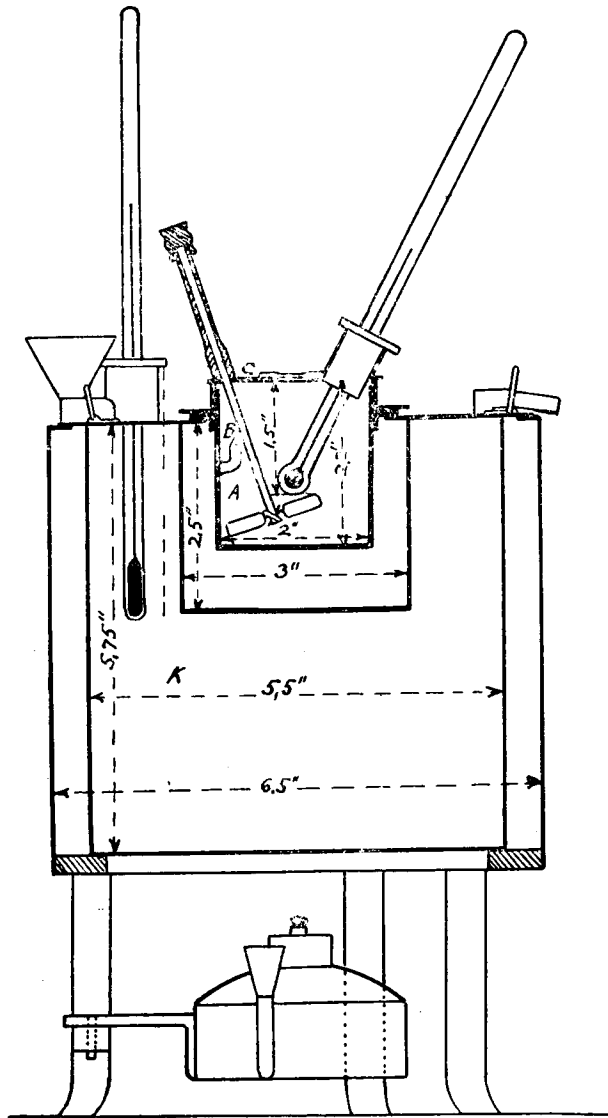


Figura 62.—Aparato Abel para el punto relámpago (conjunto).

dentro del otro y soldados de tal modo que quede entre ambos un espacio anular hermético, en el que se introduce por un embudo un líquido (agua o aceite), que es el que ha de ser elemento de caldeo; en el cilindro interno se introduce el depósito de aceite, que así queda por completo fuera del contacto del elemento de caldeo, calentándose sólo por la radiación de la pared interna de dicho cilindro. Por último, el conjunto de los depósitos en cuestión queda protegido por un último cilindro de chapa de cobre, que constituye así una camisa de aire, que evita, o por lo menos reduce, las pérdidas por radiación; esta última envuelta está unida al tripede que sostiene el aparato, el cual en una de sus patas lleva un pequeño brazo que sostiene la lámpara de alcohol, que sirve para calentar el conjunto.

Para realizar la determinación hay que hacer la distinción entre los aceites cuyo punto relámpago sea inferior a 90 grados F (32,2° C) y aquellos otros en los que se halle comprendido entre 90 y 120 grados F (32,2°— 48,9° C).

Tratándose de aceites cuyo punto relámpago sea inferior a 32,2 grados C se llena el depósito de caldeo de agua, hasta que ésta salga por un pequeño tubo de derrame, llevándolo a la temperatura de 130 grados F (54,4° C), después

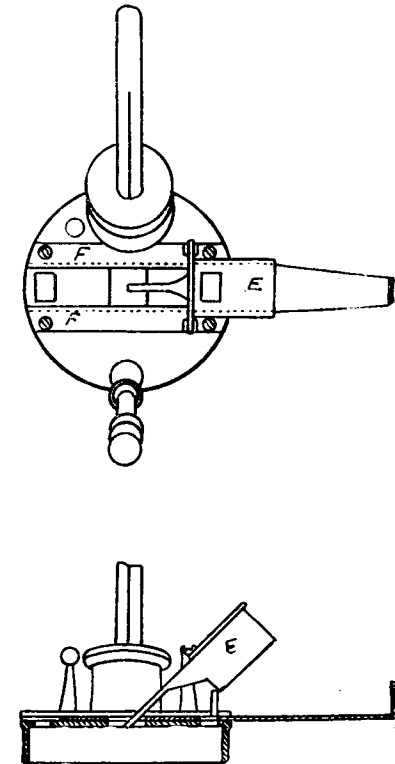
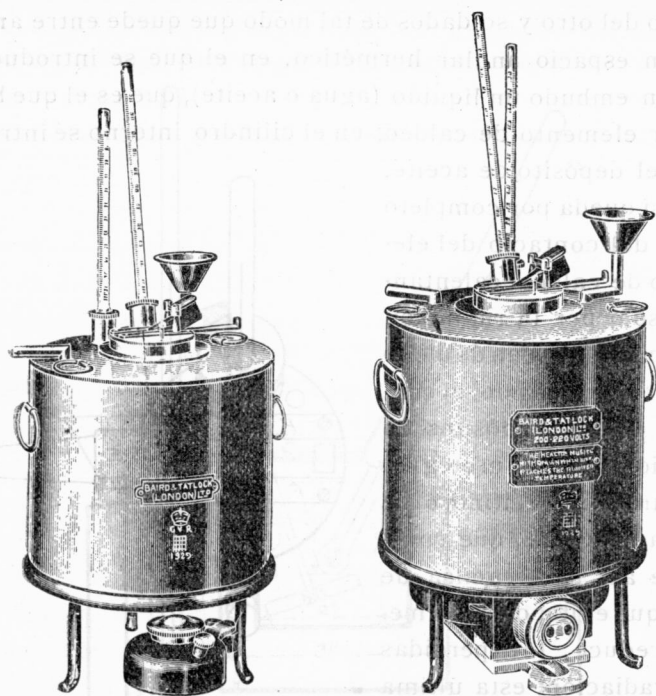


Figura 63.—Aparato Abel para el punto relámpago (detalles).



a. b.
Figura 64.—Aparato Abel.
a. Con caldeo por alcohol.—b. Con caldeo eléctrico.

de lo cual no se aplica más calor al aparato durante el ensayo; terminado uno de éstos se volverá a subir la temperatura del agua al valor indicado, para lo cual hay tiempo bastante mientras que se vacía el depósito de aceite, se deja enfriar y se le carga con el nuevo aceite a ser ensayado; se cargará entonces la lámpara de pruebas, cortando la mecha y graduándola de manera que su llama sea muy pequeña, de tal modo que su diámetro sea de 15 centésimas de pulgada, y, si en lugar de la lámpara de aceite se emplease una de gas, se la regulará para conseguir el mismo tamaño. Llegado el baño a la temperatura indicada se introduce en el aparato el depósito de aceite, después de haberlo cargado con el aceite a ensayar, cuidando de llevar



su nivel al enrase con la punta de nivel antes citada y de haberlo cerrado, colocando su tapa y cuidando de que se apoye sin obstáculo sobre el anillo o reborde (al llevar el depósito de aceite al baño se tendrá cuidado para evitar que el aceite moje las paredes interiores por encima de su nivel). Se empezará entonces a observar el termómetro, y a partir de los 66 grados F (18,9° C) se empezarán los ensayos con la llama a cada grado que suba el termómetro, y para ello se empujará la deslizadera, cuidando de seguir un cierto ritmo, para lo cual la I. P. T. recomienda tener un metrónomo que bata de 75 a 80 golpes por minuto, y realizar la apertura durante tres batidos y el cierre durante el cuarto; al realizar esta maniobra se introducirá automáticamente la llama en el interior del depósito de aceite hasta que llegue el momento en que se origine una pequeña explosión, en cuyo momento la lectura del termómetro nos dará el punto relámpago buscado.

Si se trata de aceites de punto relámpago comprendido entre 90 a 120 grados F, el procedimiento operatorio será el mismo, salvo que se verterá agua hasta una altura de 1,5 pulgadas en el cilindro interno del depósito de caldeo, en contacto con el depósito de aceite, y que se llenará como de costumbre el depósito de caldeo de agua, pero ambas estarán a la temperatura ordinaria. Se encenderá entonces la lámpara de caldeo y se mantendrá encendida durante todo el ensayo, haciendo que la temperatura del aceite suba de 2 a 2,25 grados F por minuto y empezando a ensayar con la llama a partir de los 80 grados F (26,7° C).

El aparato Abel-Pensky, empleado en Alemania como método patrón, es análogo al descrito, del que sólo se diferencia en que la tapa es del tipo empleado en el aparato Pensky-Martens, o sea que lleva un sector que, al girar por un mecanismo de relojería, descubre la abertura de la tapa y hace que se introduzca por ella la llama de ensayo. En la figura 65 damos una vista de este aparato. El método ope-



Figura 65.—Aparato Abel-Pensky.

ratorio es, por lo demás, el mismo que acabamos de describir.

El aparato Tag, que es el oficial americano, y el Pensky-Martens, se describirán al tratar de otros aceites, para no alargar demasiado este capítulo.

En cuanto a los aparatos de copa abierta, los describiremos igualmente en sucesivos capítulos.

5. **Punto de enturbiamiento.**—Se designa por este nombre (*cloud point* de ingleses y americanos) la temperatura a la cual empiezan a cristalizar o separarse en el seno de un aceite la parafina o cualesquiera otras sustancias que se hallaban en solución en el mismo. Para determinar este punto, que es de mucha importancia y que figura en la mayoría de las especificaciones a que ha de responder un aceite lampante, se seguirá el método de la I. P. T. (L. O. 11), que es el mismo método oficial americano (20.12 o A. S. T. M. D 97-28).

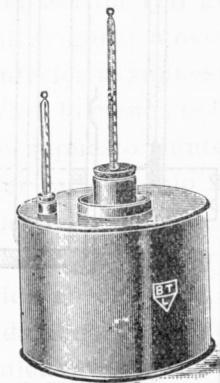


Figura 66.—Aparato para el punto de turbidez.

Se dispondrá del aparato representado en la figura 66, que da su aspecto externo, y en la 67, que da un croquis acotado del mismo. Como se ve, consiste en tubo de ensayo, de tamaño especial con fondo plano, cerrado por un tapón de corcho que lleva sujeto en su centro un termómetro, cuya bola se hace llegar al fondo del tubo; este tubo va dentro de una camisa de aire, constituida por otro tubo también de fondo plano y de mayor diámetro que el primero, que lleva en su fondo una arandela de corcho para que sobre ella descansen el fondo de éste, el cual se mantiene centrado en el interior de la camisa mediante un anillo de corcho o fieltro. Todo el conjunto citado se halla colocado en el interior de un baño de enfriamiento, que con-

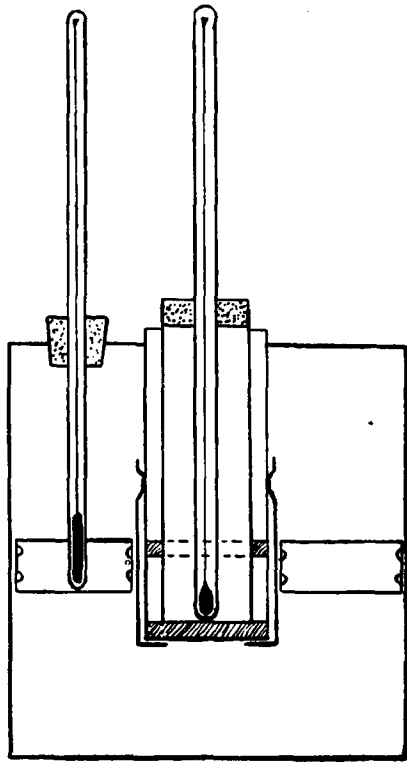


Figura 67.—Aparato para el punto de turbidez.

siste en un recipiente metálico cilíndrico, provisto de una tapa móvil, en la cual se coloca un termómetro y que lleva en su centro un orificio para introducir por él el conjunto antes citado; en su interior lleva un soporte de forma especial, como se ve en la figura 67, destinado a mantener fijo y en posición perfectamente vertical el tubo con su camisa de aire; este depósito o baño se carga con alguna mezcla frigorífica de las usuales para conseguir temperaturas bajas; las recomendadas por la I. P. T. son las siguientes:

- | | |
|-------------------------------------|----------------------------------------------|
| Para temperaturas hasta 21°.... | Hielo y agua. |
| » » » - 12°.... | Hielo machacado y cloruro sódico. |
| » » » - 26°.... | Hierro y cloruro cálcico cristalizado. |
| » » » - 56°.... | CO ₂ sólido o acetona o gasolina. |

Para realizar el ensayo se procede como sigue: Se lleva el aceite a una temperatura, por lo menos, 13 grados por encima del punto aproximado de enturbiamiento, separando la humedad que se pueda hallar presente por cual-

quiera de los métodos para ello empleados (filtración repetida a través de un filtro seco, agitación con unos cristales de cloruro de calcio, ect.), llevándolo después al tubo de ensayo del aparato antes descrito, de tal modo que su nivel en el mismo no sea inferior a cinco centímetros ni superior a 5,5 cerrando el tubo con su tapón y cuidando de que el termómetro tenga su depósito apoyado en el fondo; se llevará entonces este tubo al tubo camisa apoyándolo en el disco situado en su fondo y centrándolo mediante el anillo antes citado, que deberá estar a 2,5 centímetros del citado fondo. Se colocará entonces el conjunto en el baño refrigerante, que se habrá cargado de la mezcla frigorífica necesaria para conseguir una temperatura inferior al supuesto punto de turbidez (esta temperatura será a lo menos ocho grados y a lo más 16 inferior de dicho supuesto punto); el nivel de la mezcla frigorífica debe ser tal que sólo 2,5 centímetros del citado conjunto, colocado en su soporte, se halle fuera de la mezcla. Se observará entonces el termómetro, cuyo depósito se halla sumergido en el aceite, y cada subida de dos grados se extrae rápidamente el tubo de su camisa, cuidando de operar sin sacudidas, y se observa el aceite, volviéndolo rápidamente a su camisa, de tal modo que en toda la operación no se deben emplear más de tres segundos. Cuando se observe en el aceite una apariencia de turbidez, bien distinta hacia el fondo, se leerá el termómetro, y dicha lectura, después de las correcciones normales, constituirá el punto de enturbiamiento buscado. Se recomienda proceder por comparación del tubo de ensayo con otro igual, en el cual se tenga un volumen igual del aceite y que se mantiene fuera del baño refrigerante.

6. **Flock Test.**—Con este nombre se designa un ensayo que figura en casi todas las especificaciones americanas de los aceites lampantes y que en realidad no es otra cosa que examen de la alteración experimentada por dichos aceites

por un caldeo prolongado. La manera de realizarlo varía algo, según que se trate de un keroseno o de algún aceite lampante de punto de ebullición superior, como los aceites para combustión durante largo tiempo y los llamados aceites de foca minerales.

Tratándose de un *keroseno* se toman, según la práctica oficial americana, 300 centímetros cúbicos del mismo en un matraz Erlenmeyer de 500 centímetros cúbicos, después de haberlo filtrado para retener cualquier materia en suspensión; se cierra el matraz con un tapón de corcho, provisto de una ranura lateral para permitir la salida de vapores y perforado en su centro para sostener un termómetro, cuyo depósito se sumerge en el aceite y se lleva a un baño de arena o sobre una placa eléctrica, calentando de tal modo que el aceite alcance la temperatura de 240 grados F (115,6° C) al cabo de una hora, dejándolo después a una temperatura que oscile entre 240 y 250 grados F durante seis horas. Se tomará después el frasco y se le dará un pequeño movimiento de rotación, observando si con ello se levanta del fondo y asciende en el líquido un pequeño copo obscuro, en cuyo caso el ensayo se considera positivo.

Si se trata de un aceite lampante, como el aceite de foca mineral (mineral seal oil) se dispone el aceite en el matraz de igual manera que la que acabamos de describir, pero se calienta de modo que suba su temperatura 10 grados F por minuto, hasta llegar a los 450 grados F (232,2° C), dejándolo sometido a dicha temperatura durante quince minutos, al cabo de los cuales se observará, como ya hemos explicado, si se produce la subida del copo obscuro.

7. Ensayo por destilación.—Se realizará de igual manera que la que hemos descrito para la gasolina. Si se aplica el método de la I. P. T. o el oficial americano, la placa de amianto que soporta el matraz ha de tener una abertura de

pulgada y media de diámetro, en lugar de la de pulgada y cuarto que se especifica para la gasolina, y el baño refrigerante del condensador debe llenarse de agua cuya temperatura inicial no exceda de 21 grados.

8. Ensayo por combustión.—Este ensayo tiene por objeto apreciar la calidad de un aceite lampante y su adaptabilidad al uso continuado en lámparas de las empleadas en señales, semáforos y servicio portátil en los ferrocarriles. Un buen aceite de alumbrado debe estar constituido, en su casi totalidad, por hidrocarburos parafínicos y nafténicos, habiendo sido separados por el tratamiento de refinado los hidrocarburos no saturados y aromáticos, así como la mayoría de los compuestos sulfurados y otras impurezas. Las olefinas y los hidrocarburos aromáticos producen humo y los productos sulfurados, como los alquil-sulfuros y los derivados del tiófeno, dan lugar a un olor desagradable durante la combustión; los derivados del ácido sulfúrico producen la carbonización de la mecha y las sales minerales originan la incrustación de la misma.

Para realizar el ensayo de combustión se puede seguir el método oficial americano y el de la I. P. T.

El método americano varía según la calidad de aceite a ensayar: si se trata del *aceite lampante* o *keroseno especial*, para uso en las lámparas de semáforos, en las cuales ha de arder durante largo tiempo, se aplica el método D 219-27 de la A. S. T. M., en el cual se emplea una lámpara patrón de la American Railway Association, en la que se cargan 750 centímetros cúbicos del aceite a ensayar, acoplando todas las partes de la lámpara, ajustando la mecha y regulándola de manera que la llama obtenida sea de 3/4 de pulgada de alto y que tenga una parte superior plana, de la manera que se indica en la figura 68; se la coloca en una habitación libre de corrientes de aire, con la puertecilla de corredera abierta; pero antes se habrá pesado el conjunto de depósito

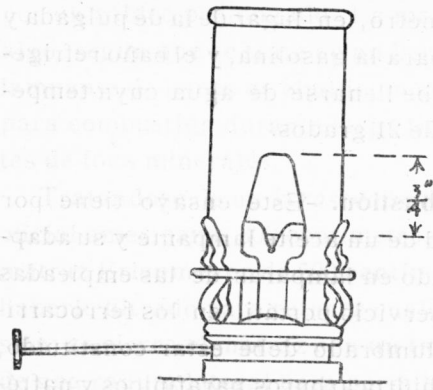


Figura 68.—Llama de la lámpara de keroseno.

y mechero, con el fin de conocer el peso total de dicho conjunto y su carga de aceite. Cada cuatro horas, si es preciso, se ajustará la mecha, sin abrir el frente de la lámpara, y se mantendrá la combustión lo más uniforme posible hasta que hayan transcurrido noventa y seis horas y entonces se retirará de la lámpara, sin apagarlo, el conjunto de depósito y mechero, se lo pesará también encendido y se lo volverá a pesar y de estos dos pesos se calculará la marcha de combustión, durante el período entre las noventa y seis y las ciento veinte horas y de este dato y del peso original del aceite, se deducirá la cantidad de horas que se debe mantener aún la combustión, para consumir 650 centímetros cúbicos del aceite cargado (para esta combustión dicho período de tiempo no será menor de ciento veinte horas ni mayor de ciento cuarenta y cuatro) y se continuará encendida mientras no haya transcurrido dicho período. Al fin del ensayo se observará y anotará el cambio ocurrido en el alto de la llama y el aspecto de la mecha y de la chimenea.

Si el ensayo se hubiese de realizar con el llamado *aceite de foca mineral*, se sigue en Norteamérica el método oficial 210.42, que no es otro que el D 239-27 de la A. S. T. M., en el cual se empleará una lámpara Drexel número 520 bien ajustada y provista de mechero y mecha apropiados. Para operar se tomarán 600 centímetros cúbicos del aceite en un depósito de lámpara, acoplándole el mechero provisto de su mecha, encendiendo ésta y moderando su alto y cortándola cuidadosamente, si es preciso, con el fin de con-

seguir una llama uniforme por su parte superior que tenga un alto de $1\frac{1}{16}$ " y un ancho máximo de $1\frac{3}{8}$ ". Lograda esta regulación, se separa el mechero, sin tocar a la mecha del depósito y se coloca en otro depósito pesado, en el cual se cargarán 600 centímetros cúbicos del aceite; exprimiendo antes la mecha con cuidado, sin retirarla del mechero y sin tocar a su regulación; se encenderá entonces la lámpara pesándola ya encendida y al cabo de una hora se medirá la llama, ajustándola a las dimensiones antes dichas, si hubiesen variado, y continuando la combustión hasta que se hayan consumido 570 centímetros cúbicos del aceite, lo que se determina por diferencia de peso y en lo que se emplearán por lo menos veinte horas. Al fin del ensayo se anotarán los cambios

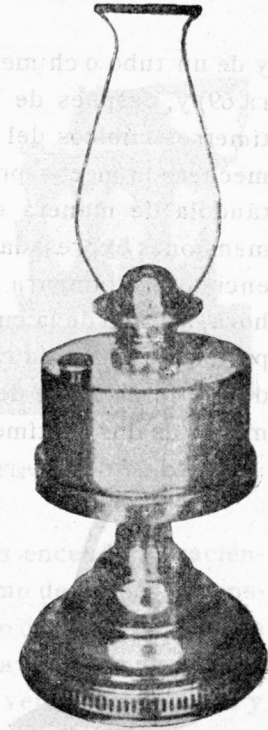


Figura 69.—Lámpara Saybolt.

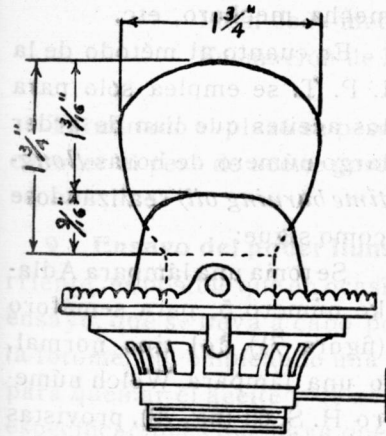


Figura 70.—Mechero Miller.

observados en la llama, el estado de la mecha y chimenea y el número exacto de horas que ha estado encendida.

Por último, si se trata de un *keroseno ordinario* o *aceite de alumbrado* para uso corriente, se sigue en América el método oficial 210.61, que es el D 187-27 de la A. S. T. M. y que consiste en lo siguiente: Setoma una lámpara patrón de Saybolt (fig. 69) provista de un mechero Miller núm. 2 (fig. 70)

y de un tubo o chimenea Macbeth-Evans número 514 (figura 69) y, después de bien limpia, se la carga con 850 centímetros cúbicos del aceite a examinar, insertando en el mechero la mecha previamente mojada en el aceite y cortándola de manera que se obtenga una llama de las dimensiones expresadas en la figura 70; después de pesada se enciende la lámpara y se la deja encendida durante una hora, al cabo de la cual se la vuelve a pesar, calculando por los dos pesos la cantidad de aceite consumido, la que no debe diferenciarse de 43 centímetros cúbicos, en más o en menos de dos centímetros cúbicos. Se dejará después arder

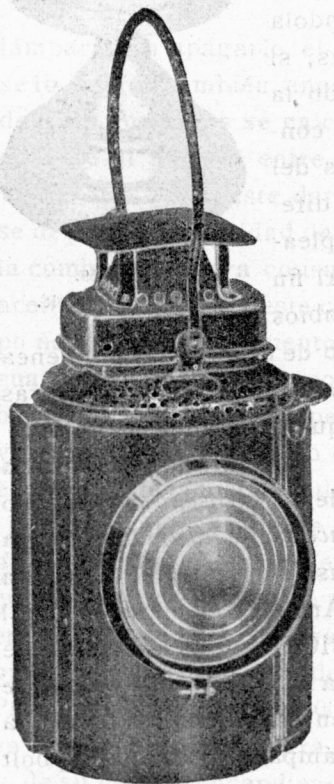


Figura 71.—Lámpara Adlake.

de manera continua el aceite, sin ajuste de ninguna clase, rellenando la lámpara hasta un cuarto de pulgada de su borde cada ocho horas, sin apagarla para ello, continuando el ensayo durante veinticuatro horas, sin tocar a la mecha y examinando, una vez transcurridas, de la manera corriente el estado de mecha, mechero, etc.

En cuanto al método de la I. P. T. se emplea sólo para los aceites que han de arder largo número de horas (*long-time burning oil*) realizándose como sigue:

Se toma una lámpara Adlake número 5, para semáforo (figura 71) del tipo normal, o una lámpara Welch número H. S. 68 (fig. 72), provistas ambas de una escala, junto al

mechero, para apreciar la dimensión de la llama y, colocándolas en una habitación libre de corrientes de aire, niveladas y alejadas a lo menos un pie de cualquier otra lámpara, o de las paredes, se cargarán, después de bien limpias y de haber retirado de la mecha cualquier traza carbonácea, con la cantidad necesaria de aceite para llenarlas (en la lámpara Adlake serán precisas 32 onzas (fluid) y en la Welch 44).



Figura 72.—Lámpara Welch.

Se pesarán después las lámparas completas, anotando sus pesos y se las encenderá, haciéndolas arder durante una hora al máximo de llama, y transcurrido dicho tiempo se ajustará el alto de llama de manera que sea de 0,7 pulgada. Se mantendrá la lámpara encendida durante siete días, observándola cada veinticuatro horas y anotando:

Alto de llama.

Condición de la misma.

Idem de la mecha y mechero.

Formación de hollín.

Terminado el plazo se pesa de nuevo la lámpara, para conocer el peso de aceite gastado.

9. Ensayo del poder iluminante.—Aunque es poco corriente, es posible que en ocasiones sea preciso realizar este ensayo, que se lleva a cabo por los métodos ordinarios de la fotometría, empleando una lámpara de tipo determinado para quemar el aceite y de acuerdo en cada caso con las especificaciones que haya que cumplir. No nos extendemos más acerca de esta determinación, por ser un método de

todos conocido y no exigir modificación alguna en su aplicación a los aceites lampantes.

10. **Poder calorífico.**—Se determinará siguiendo el método de la bomba calorimétrica, según describiremos en detalle al tratar de los aceites para gas.

CAPITULO QUINTO

ACEITES DE GAS

a) *Ensayos químicos.*

1. Acidez.
2. Azufre.
Método de Hauser.
3. Residuo de carbono.
Método de Ramsbottom.
4. Cenizas.
5. Valor de gasificación.
Aparato de Wernecke.
Idem de Ubbelohde.

b) *Ensayos físicos.*

1. Densidad.
2. Destilación.
3. Punto relámpago.
Aparato Tagliabue.
4. Viscosidad.
5. Poder calorífico.
6. Punto de enturbiamiento.
7. Punto de congelación.

* * *

En este grupo comprendemos todos los aceites que tienen límites de destilación entre 200 y 400 grados, es decir, entre el fin de la fracción de los aceites de alumbrado y el principio de la de aceites lubricantes, por lo que en Inglaterra se los designa también con el nombre de *aceites*

intermedios («intermediate oils»). Pertenecen a esta clase los aceites empleados para la producción de gas de aceite, por descomposición del mismo al contacto con superficies calientes, dando lugar a un gas que se emplea, bien directamente para alumbrado en casos especiales, bien que se mezcla con el gas de agua, para carburarlo dándole un poder calorífico mayor, bien que se añade aun al gas del alumbrado, para conseguir también una mejora en su calidad. También pertenecen a esta clase el llamado *colza mineral* y los *aceites destilados*, que se emplean como combustibles para motores pesados.

Los ensayos a que se suelen someter estos aceites son los siguientes:

a) ENSAYOS QUIMICOS

1. **Acidez.**—Para determinar la acidez de un aceite de gas se sigue el método general, que describimos en detalle al tratar de los aceites lubricantes.

2. **Azufre.**—La determinación de la proporción de azufre en un aceite de gas es importante, sobre todo si el aceite se dedica a la gasificación, ya que dicho azufre pasa al gas, del cual tiene que ser separado por un tratamiento ulterior. Para realizarla se puede aplicar el método de la bomba calorimétrica, que ya hemos descrito al tratar del petróleo bruto; el de la lámpara, también citado, o el de Hempel (1) con la modificación de Marcusson y Doscher (2), o mejor aún, con la debida al ilustre Ingeniero de Minas español D. Enrique Hauser (3) que vamos a describir en detalle:

(1) *Gas analytische Methoden*, 4^{ème} ed., pág. 390-93.

(2) *Chem. Zeit.* 34, pág. 417.

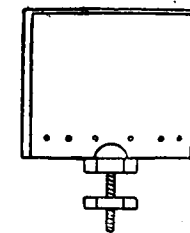
(3) *Desage du soufre dans les huiles par combustion en vase clos a la pression ordinaire. Comptes Rendus du Congress de Chimie Industriel.*

El método original consistía en quemar el aceite en un vaso cerrado lleno de oxígeno a la presión ordinaria; pero, para realizar el llenado con oxígeno del frasco, era preciso invertirlo en una cuba de agua llena de este líquido y desplazar a éste mediante una corriente de oxígeno, que se hacía llegar al interior por un tubo acodado, y esta operación, tratándose de frascos grandes (de 10 a 12 litros) resultaba penosa y propensa a errores, por lo que el eminente ex Director del Laboratorio de Investigaciones Científicas de nuestra Escuela de Minas estimó conveniente introducir modificaciones que constituyen un serio perfeccionamiento del método. Se emplea un frasco de vidrio de una capacidad de 10-12 litros, en el que el cuello es ancho y tiene su borde superior, muy bien aplanado al esmeril, con el fin de que se pueda aplicar sobre él un disco o tapa que haga cierre hermético, por el intermedio de un anillo de caucho, estando sujeto por unos tornillos. Se dispone de dos tapas: una de ellas lleva sencillamente en su centro un orificio, que se cierra con un tapón de goma que lleva dos tubos de vidrio dispuestos como los de un lavador, y la otra lleva orificios por los que pasan el soporte del dispositivo de combustión del aceite, los electrodos, un tubo para la inyección de oxígeno, un orificio para la salida del aire y un tubo con embudo de llave para la introducción de los reactivos necesarios para fijar el anhídrido sulfuroso formado; en la figura 73 damos una vista del frasco provisto de esta segunda tapa. Para realizar el ensayo se procede como sigue: Se fija en el cuello del frasco, lleno previamente de agua destilada, la primera tapa descrita y, aplicando la salida de un depósito de oxígeno al tubo corto de los dos que lleva la misma, se hace salir el agua por el otro merced a la presión de O, reemplazándola por éste, y logrado esto, se retira esta cubierta, mediante un movimiento lateral, substituyéndola con la mayor rapidez por la segunda que lleva el quemador; éste ha sido estudiado de manera que produzca una combus-

tión completa del aceite, del cual podría destilar sin arder una parte si empleásemos una cápsula o un cestillo de platino lleno de pasta de papel, y está constituido por dos vasos concéntricos de cuarzo, alundun o mejor aún de platino, de los cuales el más pequeño está provisto cerca del

fondo de una serie de pequeños agujeros que ponen su interior en comunicación con el espacio vacío anular entre los dos. El vaso interior de este quemador se llena de algodón, que se va embebiendo de aceite por capas sucesivas en toda la altura de la capa del mismo,

si el aceite a ensayar es volátil y sólo en la mitad superior si es fijo; la combustión se produce por la incandes-



Detalle del crisol.

cencia de un hilo resistente; por esta disposición, cuando el aceite empieza a arder por la parte superior, el que existe en la parte inferior destilará por el caldeo, pasando por los agujeros al espacio anular

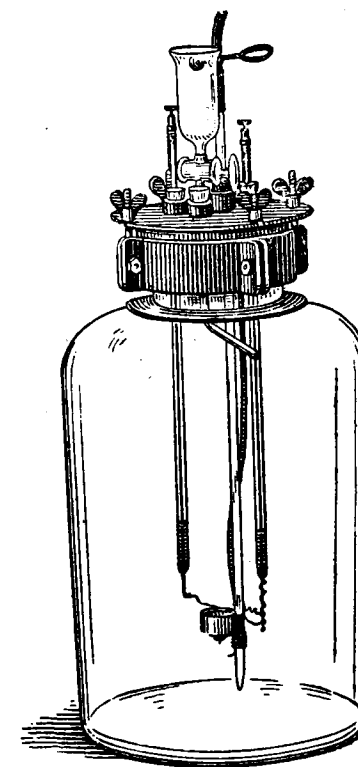


Figura 73.—Aparato para el método Hauser.

entre los dos vasos y ardiendo en el borde de éstos y, una vez la primera parte de la combustión verificada, el vaso interior forma chimenea de tiro, facilitando la combustión del resto del algodón. Como precauciones necesarias indica el autor que es preciso que el oxígeno esté bien libre

de aire, por lo que una vez colocada la cubierta segunda se hará circular oxígeno unos momentos a través del conjunto del aparato, para expulsar cualquier traza de aire y además que conviene, para evitar el caldeo del frasco y las pérdidas por fugas que de ello pueden resultar, sumergirlo casi hasta el cuello en agua fría. Una vez que la combustión ha terminado y durante el período de enfriamiento, se procede a la introducción en el frasco del líquido destinado a fijar el SO_2 ; este líquido en el método que nos ocupa es el peróxido de sodio en solución al 0,5 por 100, la cual se acidifica, con el fin de asegurar la oxidación del SO_2 en el caso de una rápida descomposición del peróxido, con ácido clorhídrico bromado. La determinación del ácido sulfúrico formado se realiza después según el método corriente. El autor expresa que en un frasco de 12 litros se puede quemar fácilmente un gramo de aceite pesado, 0,7 gramos de aceite lampante o 0,5 gramos de bencina, disuelta en su peso de aceite de engrase. El que estas líneas escribe ha aplicado este procedimiento, que le ha proporcionado resultados satisfactorios, con la ventaja de evitar la larga manipulación de la bomba calorimétrica.

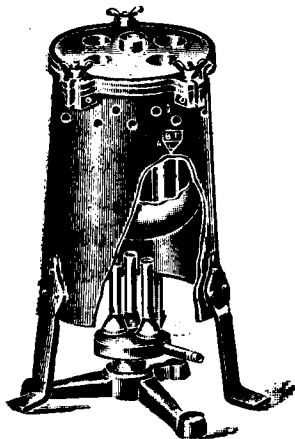


Figura 74.
Aparato Ramsbottom.

3. Residuo de carbono.—Para realizar esta determinación se puede seguir cualquiera de los dos métodos preconizados por la I. P. T., o sean el de Conradson, que es también el método patrón americano y que describiremos en detalle al tratar de los aceites lubricantes, y el de Ramsbottom, que vamos a describir.

Se emplea para este método un aparato especial, constituido por un baño de metal fundido (fig. 74)

que lleva en su interior unos tubos de hierro, que sirven de vainas a otros tubos de vidrio resistentes y de forma especial, que son los destinados a contener el aceite a ensayar. El depósito que constituye el baño de metal fundido es cilíndrico, con fondo semiesférico, provisto de tapa sujeta al cuerpo por unos tornillos y que lleva cuatro agujeros, de los cuales tres de ellos están destinados a contener los tubos de hierro y el cuarto a un pirómetro dedicado a determinar la temperatura del ensayo. Este baño, protegido contra el enfriamiento externo por un cilindro de chapa, que al mismo tiempo le sirve de soporte, se calienta por un mechero de gastriple o por una resistencia eléctrica. Los tubos o vainas son de hierro, de 3" de largo (76,2 milímetros), 1" de diámetro interior (25,4 milímetros) y aproximadamente de 1,5 milímetros de espesor. Los tubos o bulbos de carbonización son de vidrio resistente o de pirex, de un espesor de paredes de un milímetro y de un diámetro tal que resbalen ajustadamente en el interior de las vainas de hierro; dichos bulbos tienen un extremo cerrado por un fondo semiesférico y el otro estrechado hasta terminar en un tubo capilar de 1,5 milímetros de diámetro interno y de 9,5 milímetros de largo (fig. 75). Para realizar el ensayo se carga el baño externo con metal fundido (plomo u otra aleación adecuada) que se mantiene a una temperatura de 550 grados y en cantidad tal que los tubos vainas que tienen su fondo plano a 25 milímetros del fondo de baño no salgan por encima de la superficie de dicho baño más de tres a cuatro milímetros; la temperatura, controlada por el pirómetro que se colocará dentro de una vaina de cuarzo, para evitar su deterioro por el metal fundido, se mantendrá uniforme sin admitir más de cinco grados de variación durante todo el ensayo. En un bulbo de vidrio limpio se introducirán, valiéndose de un tubo capilar curvado que se introduce por el cuello y por el



Figura 75.
Bulbo.

que se realiza una succión, mientras que el extremo de dicho cuello se halla sumergido en el aceite, de 3,75 a 4,25 gramos de éste, colocándolo, después de pesado, en uno de los tubos vainas y dejándolo sometido a la temperatura del baño hasta que hayan transcurrido diez minutos después de haber cesado los humos que se originan por la destilación del aceite, después de lo cual se saca, se deja enfriar pesándolo de nuevo, después de haber retirado cualquier partícula que pudiera quedar adherida a su superficie externa, y de este peso, comparado con el original, después de haber descontado en ambos casos la tara del bulbo, se deducirá el porcentaje de residuo de carbono que dé el aceite ensayado.

4. **Cenizas.**—Para determinar las cenizas se seguirá el método ordinario, evaporando primero una cantidad apropiada de aceite (alrededor de 250 centímetros cúbicos) hasta reducirla a un volumen pequeño, trasladándola después a una cápsula de platino y continuando la evaporación hasta sequedad, calcinando luego el residuo y pesando las cenizas, después de descontar la tara de la cápsula, para conocer el peso de cenizas producidas por el volumen de aceite ensayado.

5. **Valor de gasificación.**—La determinación de este valor, o sea de la cantidad de gas producida por gasificación de un volumen determinado de aceite, es la más importante de cuantas se realizan con el aceite de gas, ya que en estas calidades de derivados del petróleo no son corrientes las falsificaciones. Para hallar esta cifra se puede seguir un método industrial que, por exigir el montaje de una instalación casi industrial de gasificación, no se aplica casi nunca, por el gasto que representa, o un método de laboratorio; de éstos hay diversas variantes.

El más aplicado es el de Wernecke, cuyo aparato repre-

sentamos en la figura 76. Para realizar con él un ensayo se carga el aceite en el embudo de Hofman *s*, provisto de una válvula de vidrio de apertura helizoidal y del cual pasa al tubo de vidrio *i* y de éste, por el tubo en U *h*, a la llave de entrada *k*, de ajuste muy fino mediante una aguja central que se puede apoyar sobre un orificio de salida cónico; de esta llave pasa al distribuidor de campana *m*, que lo hace

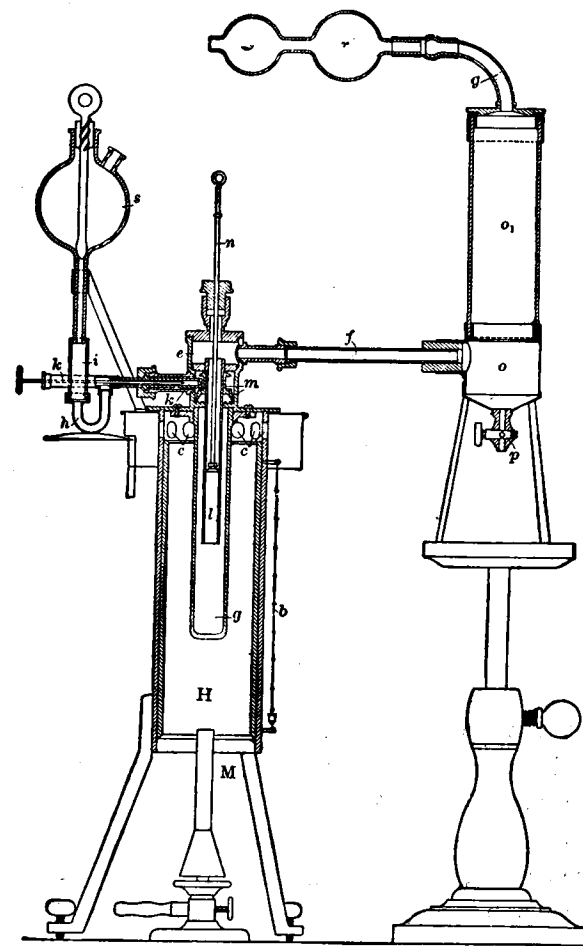


Figura 75.—Aparato de Wernecke.

caer en el interior de la retorta *g*, donde se gasifica pasando los vapores por el tubo *l*, que a veces se obstruye por las condensaciones y se limpia con el rascador *n*, a la cámara *e*, de la que por el tubo *f* van al separador de alquitrán *o-o*, y de él por el tubo *g* al tubo condensador *g*, del que los gases incondensables pasan a un gasómetro. Para realizar el ensayo se calienta primeramente al rojo la retorta *g*, que se halla en el horno *H*, por medio del mechero *M*, y una vez esto conseguido se abre por completo la llave de aguja *k* y se hace girar suavemente la varilla de la válvula del embudo, con el fin de que el aceite pase de esta de manera gradual al depósito de vidrio y ocupe en éste siempre un nivel aproximado del trazo cero del mismo, regulando la salida de manera que se gasifiquen de 10 a 30 gotas por minuto, según la calidad del aceite, procurando lo más posible una gran regularidad, tanto en la llegada de gotas a la retorta, cuanto en el caldeo de ésta.

Cuando se da por terminada la experiencia, se pesa el conjunto *s-i-h-k* por una parte, la retorta *g* por otra y el separador de alquitrán *o-o*, por otra, y por comparación de estos pesos con los obtenidos antes del ensayo, se conocerá también el volumen de gas producido. El ensayo se considerará que se ha realizado bien y que la gasificación ha sido completa, cuando el gas que sale del aparato es pardo y el alquitrán condensado es de color obscuro, mientras que si este alquitrán es de color claro y el gas está constituido por vapores blancos, se podrá asegurar que la gasificación no se ha realizado bien, por caldeo incompleto o irregular. A este método se reprocha por algunos técnicos que los rendimientos obtenidos con él de gas y alquitrán difieren de los que se obtienen en la aplicación industrial, achacándolo, entre otras cosas, a temperatura variable, caldeo insuficiente y a veces sobre-caldeo, para evitar los cuales Hempel (1)

(1) *Journ. für Gas beleuchtung*, 50, 1907.

estableció otro aparato que es de manejo difícil, habiendo después Ubbelohde (1) propuesto otro que es de uso cómodo y eficiente y que consiste en lo siguiente:

El aceite contenido en el depósito 5 (fig. 77) es forzado, por la presión del hidrógeno contenido en la botella 11, a pasar primero por un dispositivo medidor 8 y después a través de un tubo de acero 1 de 800 milímetros de largo, 30 milímetros de diámetro y seis milímetros de espesor de pared, que está colocado en un horno eléctrico 4, cuya temperatura está controlada por un par termoeléctrico de níquel-plata. Los productos de la descomposición pasan

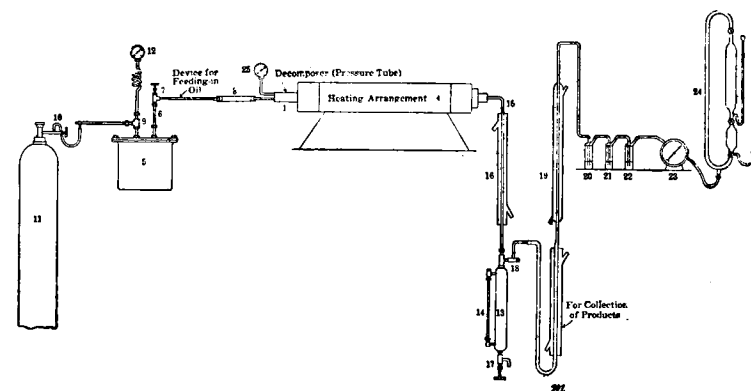


Figura 77.—Aparato de Ubbelohde.

primero por un refrigerante tipo Liebig 16, donde se condensa la mayor parte del alquitrán, que se recoge merced al recipiente especial 13, y el resto en el refrigerante 19, lo que se extrae por el tubo de llave *m*; el refrigerante superior sirve sólo para comprobación de la condensación realizada en los dos anteriores; el gas pasa después por tres lavadores 20-21-22, donde se lava con petróleo para separar los vapores de bencina, y, finalmente, después de pasar por el contador 23, va al aparato especial 24, donde se determina su densidad.

(1) *Chem. Zeit.*, 35, pág. 167.

Otros métodos, menos interesantes que los descritos, existen para realizar esta determinación, pero no entramos en su descripción por no alargar demasiado este punto.

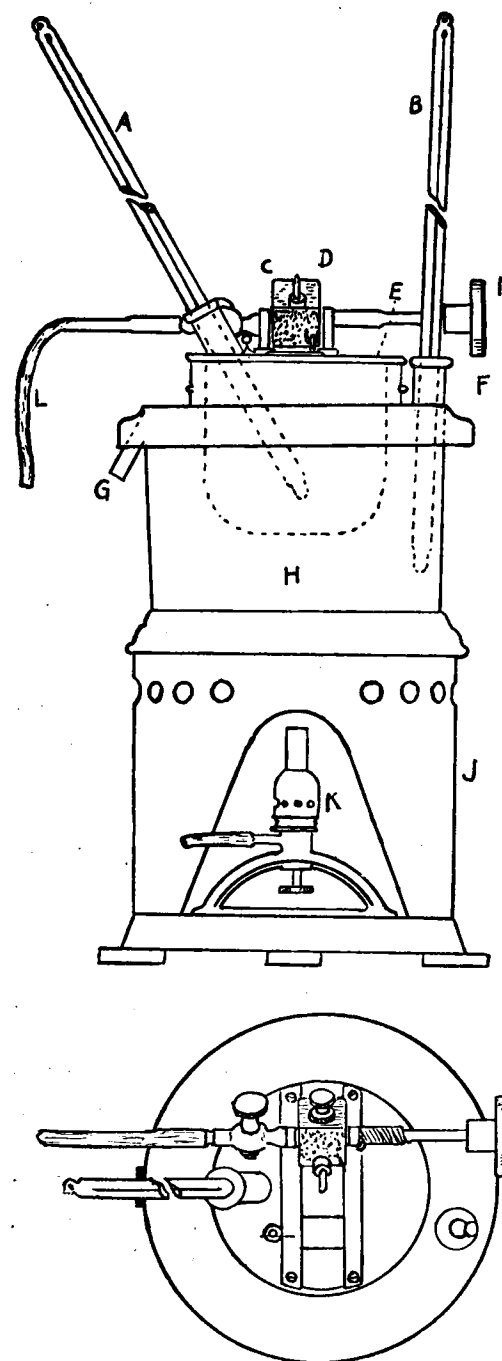
b) ENSAYOS FÍSICOS

1. **Densidad.**—Se sigue el método general tantas veces citado.

2. **Destilación.**—Este ensayo se realiza de manera distinta, según que se trate de un aceite destinado a motores o a la producción de gas. En el primer caso se seguirá el método que ya hemos explicado en el keroseno (I. P. T.-K. 3); pero en el segundo se precisa aplicar un método especial, según preconiza la I. P. T., y que es como sigue:

Se toma un matraz de destilación de 500 mililitros, que se carga con 300 mililitros del aceite a destilar, y se calienta en un baño de arena, en la cual deberá estar enterrado todo el globo del matraz, cuyo fondo se apoyará sobre el fondo del baño; la parte superior del matraz se cubre con tela de amianto y se acopla el tubo de desprendimiento con un condensador, análogo al que hemos descrito al tratar de la destilación de la gasolina y del keroseno en los métodos del I. P. T. La destilación se conduce de manera que el tiempo empleado en destilar hasta los 350 grados sea de cuarenta y cinco minutos, recogiendo separadamente cada fracción que componga el 10 por 100 de la cantidad original y determinando la densidad de cada una de ellas. La destilación se detendrá a 350 grados, y el residuo, después de frío, se medirá y se determinará su densidad.

3. **Punto relámpago.**—Para la determinación de este punto en los aceites de gas se puede aplicar, sea el aparato Tag, sea el Pensky-Martens. El primero es el recomendado por el *U. S. Bureau of Mines* para aceites que tengan un



punto relámpago inferior a 175 grados F (79,4° C), según el método 110.11 (A. S. T. M., D 56-21), y el segundo el recomendado por el mismo organismo para puntos relámpagos superiores a dicha temperatura, según el método 110.22 (A. S. T. M., D 93-22) y por la I. P. T., según el método G. O. 7, para todos los aceites de punto relámpago superior a 120 grados.

El aparato Tag (Tagliabue) consiste, análogamente a todos los aparatos destinados a estas determinaciones, en un depósito del aceite a ensayar F (figura 78) colocado dentro de un baño-maria H y cerrado por una cu-

Figura 78.—Aparato Tag.

bierta E que lleva, análogamente al aparato Abel que hemos descrito en otro lugar, tres aberturas situadas a lo largo de un diámetro y que pueden ser cubiertas o descubiertas por el movimiento de una corredera, que recibe su movimiento de un botón M, que al mismo tiempo produce la introducción por el orificio central de la llama de una pequeña lámpara de aceite C, o de un mechero de gas D, que utiliza para ello el mismo tubo de salida de la mecha de aquélla y que recibe el gas por el tubo L. El baño-maría lleva un tubo de derrame G y el conjunto del aparato se halla colocado sobre un cuerpo J de chapa que tiene una abertura y que está destinado a proteger de las corrientes de aire a la llama de un mechero de gas K o de una lámpara de alcohol, si no hay gas en el laboratorio. Completan el aparato dos termómetros, colocados uno de ellos A, con su bola, en el interior de la copa de aceite y el otro con el depósito en el interior del baño-maría, hallándose ambos dentro de los líquidos respectivos.

Para operar con este aparato, según el método oficial americano, se procede como sigue:

Después de preparado el dispositivo que se vaya a emplear para el encendido, sea gas o aceite, y de regulada la llama, de manera que afecte la forma de una cuenta pequeña en el extremo del tubo mechero, se colocará el aparato en el lugar en que se haya de realizar la experiencia, que deberá estar a una luz suave para apreciar bien el punto relámpago, y se lo rodea por tres lados con pantallas para evitar las corrientes de aire, evitando siempre realizar el ensayo debajo de la campana de humos del laboratorio, puesto que entonces el tiro existente en la misma dará resultados falseados. Se llenará entonces el recipiente de agua, poniendo debajo del tubo de derrame un vaso para recoger el sobrante, colocando después dentro de aquélla la copa o depósito de aceite y cargando en ésta 50 centímetros cúbicos del aceite, bien medidos mediante una pipeta, y cuidando de destruir cualquier burbuja de aire que se

forme en la superficie del mismo (tanto el agua como el aceite deberán estar a una temperatura que sea inferior en 11 grados, por lo menos, al supuesto punto relámpago buscado). Se encenderá entonces la lámpara de caldeo del baño, graduando su llama de manera que la temperatura del aceite suba alrededor de un grado por minuto, sin que esta subida sea inferior a 0,9 grados ni superior a 1,1 grados por minuto.

Cuando la temperatura del aceite sea cinco grados inferior al supuesto punto de inflamación se actuará sobre el botón M, abriendo por su movimiento el orificio de la cubierta e introduciendo así la llama de ensayo y retirándola rápidamente; el tiempo empleado en toda esta maniobra deberá ser de un segundo al máximo; se repetirá esta operación cada vez que la temperatura del aceite suba 0,5 grados hasta que se produzca el relámpago, anotando la temperatura a que esto suceda. Esto constituirá el ensayo preliminar, después de lo cual se vaciará el depósito de aceite, se lo limpiará cuidadosamente, se añadirá agua fría al baño-maría para bajar su temperatura hasta que sea inferior en 11 grados al punto relámpago hallado, se cargarán en el depósito de aceite otros 50 centímetros de éste y, siguiendo el mismo método que acabamos de describir, se realizará una nueva determinación del punto relámpago buscado. Si el valor hallado difiere a lo más 0,5 grados de la cifra antes hallada, constituirá el punto relámpago buscado; pero si la diferencia entre los dos valores es superior a 0,5 grados se repetirá el ensayo, y si la cifra hallada no difiere más de un grado de los valores antes hallados se tomará el promedio de los tres como el punto relámpago buscado.

El aparato Pensky-Martens lo describiremos al tratar de los *fuel-oils*.

4. **Viscosidad.**—Reservándonos, como ya hemos dicho, el tratar *in extenso* sobre la viscosidad al estudiar los aceites de engrase, nos limitaremos a decir que, tratándose de determinar la de los aceites que nos ocupan, la I. P. T. recomienda el empleo del viscosímetro Redwood núm. 1 o de un viscosímetro de un tubo en U, si se desea la viscosidad absoluta. El método oficial americano reposa sobre el empleo del viscosímetro Saybolt y en Alemania se emplea el Engler, en algunas de sus modificaciones, siendo este aparato el empleado en general en España y Francia, si bien en esta última se substituye la cifra de viscosidad por la obtenida en el ixómetro Barbey.

(Continuará.)

ESTADÍSTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de junio de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|----------------|
| Hulla..... | 352.344 |
| Antracita..... | 1.698 |
| TOTAL | 354.042 |

Coque..... 11.337 toneladas.
 Aglomerados..... 10.759 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.461 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 830 |
| Lignito..... | 10.341 |
| TOTAL | 11.171 |

Producción de coque: > toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 36.336 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 17.607 |
| Antracita..... | 12.356 |
| TOTAL | 29.963 |

Aglomerados..... 4.855 toneladas.
 Coque..... 4.120 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 927 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 71.803 |
| Antracita..... | 18.305 |
| TOTAL | 90.108 |

Aglomerados..... 17.744 toneladas.
 Coque..... 1.157 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 18.776 |
| Antracita..... | 9.983 |
| TOTAL | 28.759 |

Aglomerados..... 16.653 toneladas.
 Coque..... > —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.581 |
| Coque de gas..... | 319 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 14.500 |
| Aglomerados de hulla... | 8.082 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 9.569 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.034 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla..... | 397 toneladas. |
|---------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-------------------|
| Coque..... | 42.981 toneladas. |
| Aglomerados..... | 4.887 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | 270 |
| Lignito..... | 4.286 |
| TOTAL..... | 4.556 |

Aglomerados..... » toneladas.
 Coque de gas..... 32 —

Producción de combustibles durante los meses de enero a junio de 1931

| | Meses anteriores | Junio | TOTAL |
|------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 241.729 | 42.352 | 284.081 |
| Hulla..... | 2.703.936 | 512.196 | 3.216.132 |
| Lignito..... | 155.058 | 29.165 | 184.223 |
| TOTAL..... | 3.100.723 | 583.713 | 3.684.436 |
| Coque metalúrgico..... | 270.747 | 66.980 | 337.727 |
| Aglomerados..... | 301.689 | 63.377 | 365.066 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a junio de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Junio | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero)... | 1.316.564 | 202.456 | 1.519.020 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 67.094 | 16.652 | 83.746 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 308.272 | 76.112 | 384.384 |
| Otros tipos..... | 254.318 | 50.492 | 304.810 |
| TOTAL..... | 1.946.248 | 345.712 | 2.291.960 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 12.914.343 | 2.525.024 | 15.439.367 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 2.579.657 | 493.060 | 3.072.717 |
| Gasolinas y similares..... | 342.938 | 476.912 | 819.850 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de junio de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|-----------------------------------------|------------------|
| Almería..... | 27.491 |
| Badajoz..... | 2.047 |
| Coruña (Galicia)..... | 7.752 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra..... | 1.415 |
| Granada-Málaga..... | 22.834 |
| Huelva..... | 5.642 |
| Jaén..... | » |
| Murcia..... | 8.265 |
| Oviedo..... | 6.533 |
| Santander..... | 24.150 |
| Sevilla..... | 8.755 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel..... | 37.086 |
| Vizcaya..... | 141.778 |
| Zaragoza..... | » |
| TOTAL..... | 293.748 |
| Meses anteriores..... | 1.564.523 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 1.858.271 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|-----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona..... | » | 56 | » | » | » |
| Coruña..... | » | » | 537.100 | 145.400 | » |
| Guipúzcoa..... | 927 | 1.445 | » | » | » |
| Oviedo..... | 8.535 | 11.051 | » | » | » |
| Santander..... | 3.898 | 3.495 | » | » | » |
| Sevilla..... | » | » | » | » | » |
| Valencia..... | 10.343 | 9.536 | » | » | » |
| Vizcaya..... | 21.689 | 29.122 | » | » | » |
| TOTAL..... | 45.392 | 54.705 | 537.100 | 145.400 | » |
| Meses anteriores | 259.817 | 302.332 | 8.537.100 | 2.582.500 | 1.648.100 |
| T. A LA FECHA. | 305.209 | 357.037 | 9.074.200 | 2.727.900 | 1.648.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|------------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | » | » |
| Barcelona-Lérida..... | 466 | » |
| Ciudad Real..... | 454 | » |
| Córdoba..... | » | 208 |
| Guipúzcoa..... | 678 | » |
| Murcia..... | 2.582 | » |
| Oviedo..... | » | 641 |
| Santander..... | 6.623 | » |
| TOTAL..... | 10.803 | 849 |
| Meses anteriores..... | 49.891 | 4.387 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 60.694 | 5.236 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL | METAL | | | |
|-------------------|------------------|------------------------|-------------------------|------------------------------|---------------------------|
| | Toneladas | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba.. | » | » | » | 735.010 | » |
| Huelva.... | 265.153 | 1.426.277 | » | » | » |
| Murcia.... | » | » | » | » | » |
| Oviedo.... | » | » | 21.438 | 38.591 | » |
| Sevilla.... | 60 | » | » | » | 16.000 |
| TOTAL.. | 265.213 | 1.426.277 | 21.438 | 773.601 | 16.000 |
| Meses anteriores | 1.415.869 | 6.966.938 | 219.990 | 3.634.571 | 92.000 |
| T. FECHA. | 1.681.082 | 7.393.215 | 241.428 | 4.408.172 | 108.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|------------------------------|--------------|
| Huelva..... | 423 |
| Oviedo..... | 122 |
| TOTAL..... | 545 |
| Meses anteriores..... | 5.384 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 5.929 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|---------------|---------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 150 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona ... | 312 | 64 |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 570 | » |
| Córdoba..... | 1.605 | 2.422 |
| Granada-Málaga..... | » | 956 |
| Guipúzcoa..... | 64 | 361 |
| Jaén..... | 3.639 | 1.084 |
| Murcia..... | 1.592 | 3.985 |
| Santander..... | 485 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 8.417 | 8.872 |
| Meses anteriores..... | 53.444 | 55.628 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 61.861 | 64.500 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|------------------------------|---------------|
| | Kilogramos |
| Granada-Málaga..... | 500 |
| Jaén..... | 6.400 |
| Córdoba..... | 1.348 |
| TOTAL..... | 8.248 |
| Meses anteriores..... | 8.889 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 17.137 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se destina a la Escuela Especial de Ingenieros de Minas al Ayudante Principal D. José Navarro Sánchez.

Se destina a la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas al Ayudante 1.º D. José Silvariño González.

Se concede el reingreso en el servicio activo del Cuerpo, de Ayudante 1.º, a D. Abelardo Fueyo y González y se le destina a prestar servicios al Distrito minero de La Coruña.

Se destina a la Escuela de Huelva al Ingeniero 3.º D. Miguel Delgado Brackenbury.

Fallece el Ingeniero 1.º D. Guillermo O'Shea y Verdes Montenegro.

Con motivo de la anterior vacante se produce el siguiente movimiento de escala: asciende a Ingeniero 1.º don Julián Peña y Veá Murguía; a Ingenieros segundos don Ramón Moreno Pasquau y por hallarse éste en situación de supernumerario, D. Rafael Velarde Medina, y se nombra Ingeniero 3.º a D. Joaquín María Trillo Figueroa y Berriozábal.

En 7 de julio fallece el Ingeniero Jefe de 2.ª clase don Juan Gómez Torga.

Con motivo de la anterior vacante se produce el siguiente movimiento de escala: asciende a Ingeniero Jefe de 2.ª clase D. Bonifacio Dulce e Ibáñez. Reingresa como Ingeniero 1.º D. Luis Grasset y Echevarría.

Se destina al Distrito minero de Ciudad Real al Ingeniero 3.º D. Antonio Cordero López del Rincón.
 Se nombra Profesor de Química Analítica y Docimasia de la Escuela de Ingenieros de Minas a D. Laureano Menéndez Puget.
 Se nombra Ingeniero Vocal del Instituto Geológico a don Manuel Cincunegui Chacón.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de julio de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras

Concesiones mineras tituladas en el mes de julio de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-------------------------|-------------------------|---------------------------|-----------------------|------------------------------|-----------------------------|
| Alava..... | Urcabustáiz..... | S. Martín..... | Caolín.... | 18 | D. Juan Apaororaza Otaegui. |
| Almería... | Benahadux..... | Santa Esperanza..... | Azufre.... | 148 | » Francisco Clemente Baeza. |
| Idem..... | Níjar..... | Rectificación..... | Oro..... | 52 | S. A. Rectificación. |
| Idem..... | Idem..... | Nunca es tarde..... | Idem..... | 55 | D. Manuel García Flores. |
| Cádiz..... | Jerez de la Frontera .. | San Antonio..... | Hierro.... | 8 | » Antonio Cordero Arriaza. |
| Castellón de la Plana.. | Barracas..... | Tosal de Pina..... | Salas terroalcalinas. | 15 | Baritas de Sierra Espadan. |
| Idem..... | Vall de Uxó..... | Peñalba..... | Idem..... | 18 | Idem. |
| Idem..... | Chóvar..... | Agujas de Santa Agueda .. | Idem..... | 4 | D. Vicente Romero Lloret. |
| Guadalajara... | El Cardoso..... | La Poderosa..... | Plata..... | 36 | » Jesús Cano Romero. |

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-------------|-------------------------------------------|-------------------------------------------------|-----------------------|------------------------------|---------------------------------|
| La Coruña.. | Boiro | Elisa..... | Estaño.... | 30 | Estañifera de Arasa, S. A. |
| Idem..... | Zas..... | Bienvenida..... | Indeterminado. | 16 | D. Severino Lamas Calvelo. |
| León..... | Albares..... | Herminia..... | Antracita.. | 12 | » Juan Luis Madroño Alonso. |
| Idem..... | Idem..... | Nelly..... | Idem..... | 5 | » Francisco Balín Alonso. |
| Idem..... | Puebla de Lillo | Lucía..... | Cobre..... | 21 | » Anastasio Zarandona. |
| Idem..... | Mansilla Mayor..... | Pepe..... | Fosfatos calizos. | 71 | » Pedro Gómez. |
| Idem..... | Ponferrada..... | Pepito..... | Hierro..... | 24 | » Antonio Garre Rex. |
| Idem..... | Pola de Gordón..... | Caridad 8..... | Idem..... | 38 | » José Sagarmínaga |
| Idem..... | Rodiezmo..... | Plutón..... | Idem..... | 80 | » Juan Fernández Nespral. |
| Idem..... | Idem..... | Júpiter..... | Idem..... | 60 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Vulcano..... | Idem..... | 40 | Idem. |
| Idem..... | S Esteban de Valdueza | Valcarce..... | Idem..... | 10 | D. Mateo Valcarce. |
| Idem..... | Albares..... | Fernandito..... | Hulla..... | 8 | » Alfredo Alonso |
| Idem..... | Idem..... | Demasia a Nos Veremos.... | Idem..... | 5,0730 | » Marcelino Suárez González. |
| Idem..... | Idem..... | Providencia..... | Idem..... | 480 | » Juan Luis Madroño. |
| Idem..... | Igüeña..... | Ampliación a 2ª Ampliación a Dos Amigos..... | Idem..... | 32 | » Isidro Parada. |
| Idem..... | Idem..... | Confianza..... | Idem..... | 51 | » Miguel D. G. Canseco. |
| Idem..... | Idem..... | Perseverancia..... | Idem..... | 7 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Anunciada..... | Idem..... | 20 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Gómez Riego..... | Idem..... | 8 | D. Idefonso Gómez Núñez. |
| Idem..... | Crémenes..... | Santiago..... | Plomo..... | 33 | » Pedro Gómez. |
| Lérida.... | Abella de la Conca.... | Jimeno..... | Petróleo... | 76 | » Alfredo Angaril, otros. |
| Idem..... | Gramuntell-Cervera.... | Juanita..... | Sales potásicas. | 74 | » Jesús Calvo Nieto. |
| Idem..... | Montoliu de Cervera, Villegas y otros. | Luis..... | Idem..... | 1.120 | » Félix Martorell Folch. |
| Idem..... | Idem..... | Mina de Rubena..... | Idem..... | 20 | D. Francisco Cimiano. |
| Idem..... | Candamo..... | Fru-Fru..... | Hierro..... | 9 | » Faustino González López. |
| Idem..... | El Franco..... | Maruja 1.ª..... | Idem..... | 60 | » Laudemaro García Losa. |
| Idem..... | Grado..... | Cristina..... | Idem..... | 14 | D.ª Ramona Alvarez González. |
| Idem..... | Navia..... | Ramonita núm. 5..... | Idem..... | 45 | D. Jerónimo Merino Ajuria. |
| Idem..... | Peñamellera Alta..... | Floruca y Finita..... | Idem..... | 12 | » Francisco Cimiano. |
| Idem..... | Idem..... | Revancha..... | Idem..... | 11 | » Antonio Garre Rex. |
| Idem..... | Cangas de Onís..... | Nieblas..... | Hulla..... | 24 | » Angel González Posada. |
| Idem..... | Caso..... | Sultana..... | Idem..... | 73 | » Angel Sánchez Santos. |
| Idem..... | Piloña..... | Pepina..... | Idem..... | 20 | » Gerardo González Melendreras. |
| Idem..... | Teverga..... | Maria de la Asunción.. | Idem..... | 46 | » Benigno Argüelles Terenti. |
| Santander.. | Laredo..... | Marino..... | Azufre.... | 20 | » José González Solana. |
| Idem..... | San Felices de Buelna. | La Clara..... | Cinc..... | 12 | » Modesto Barquín Ruiz. |
| Idem..... | Rasines..... | Antonia Segunda..... | Hierro.... | 11 | » José de Bilbao Azcorra. |
| Idem..... | Camargo..... | Santa Isabel..... | Idem..... | 24 | » Eulogio Salcines de la Riva. |
| Teruel..... | Alcorisa y Fozcalanda. | Ampliación a Nani.... | Arcilla refractaria.. | 30 | » Luis Cucurny Sanmartí. |
| Idem..... | Monreal..... | Rosa..... | Idem..... | 4 | » Pascual Colomar Roda. |
| Idem..... | Ariño..... | Mater..... | Tierras aluminosas. | 30 | » José Cardona Iñigo. |
| Valencia... | Castielfabib..... | Promesa Segunda..... | Petróleo... | 24 | Industrial Fiduciaria, S. A. |
| Vizcaya... | Zarátano..... | Emilio..... | Hierro.... | 20 | D. Luis Romo y Ugarte. |
| Idem..... | Carranza..... | Doña Carmen..... | Plomo.... | 12 | » León Vic y González. |
| Idem..... | Idem..... | Francisco José..... | Idem..... | 20 | » Cesáreo Asporosa. |

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero de las provincias de Alava, Almería, Cádiz, Castellón de la Plana, Guadalajara, La Coruña, León, Lérída, Málaga, Navarra, Oviedo, Santander, Teruel, Valencia y Vizcaya.

Legislación

MINISTERIO DE FOMENTO

Orden disponiendo se formule la propuesta definitiva de un nuevo Reglamento de Policía minera por una Comisión integrada en la forma que se indica. ("Gaceta" del 6.)

Ilmo. Sr.: Visto el oficio del ilustrísimo señor Presidente del Consejo de Minería, fecha 12 de junio último, elevando a la aprobación de este Ministerio el proyecto de un nuevo Reglamento de Policía minera que ha sido formulado por aquel alto Centro consultivo:

Considerando que es de urgente necesidad la promulgación de un Reglamento definitivo de Policía minera que sustituya al que con carácter provisional fué aprobado por Real decreto de 28 de enero de 1910 y resulta en la actualidad incompleto a todas luces y anticuado en muchos de sus preceptos:

Considerando la excepcional importancia del asunto, ya que dicho Reglamento ha de comprender las reglas de policía y seguridad a que habrán de sujetarse las operaciones relacionadas con la explotación y beneficio de las substancias minerales:

Considerando que la inspección y vigilancia de las explotaciones mineras y metalúrgicas incumbe, por las disposiciones vigentes, al Cuerpo de Ingenieros de Minas y sus subalternos, siendo uno de sus objetos primordiales la protección de los obreros contra los peligros que amenacen su salud o su vida:

Considerando que para mayor garantía de acierto por parte del Poder público es de máxima conveniencia que intervengan en la redacción del nuevo Reglamento todos los elementos interesados, cuales son: los explotadores de minas y fábricas de beneficio de minerales; los Directores facultativos de las explotaciones mineras y de aquellas industrias metalúrgicas más destacadas entre las que por beneficiar substancias minerales se hallan sujetas a la inspección y vigilancia del Cuerpo de Ingenieros de Minas; el personal técnico subalterno del Ramo, y los obreros empleados tanto en las explotaciones mineras como en las metalúrgicas,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que sobre la base del proyecto redactado por el Consejo de Minería se formule la propuesta definitiva de un nuevo Reglamento de Policía minera por una Comisión que estará integrada en la forma siguiente:

El Presidente del Consejo de Minería.

Dos Presidentes de Sección del mismo.

Dos Inspectores generales, tres Ingenieros Jefes y dos Ingenieros subalternos del Cuerpo de Minas en servicio activo, todos ellos designados por esa Dirección general.

Un Ayudante de Minas y un Celador de Policía minera, también en servicio activo y designados por V. I.

Dos representantes de los explotadores de minas, designados por las Cámaras mineras de España.

Tres Ingenieros de Minas al servicio de Empresas, dos de ellos afectos a explotaciones de carbón y otro a la de yacimientos metálicos, designados por la Asociación de Ingenieros de Minas de España.

Dos Capataces facultativos de Minas y fábricas metalúrgicas, uno afecto a explotaciones de carbón y otro de minas metálicas, designados por la Asociación de estos titulares.

Ocho Ingenieros de Minas, afectos dos a la Siderurgia,

uno a la Metalurgia general y otro a cada una de las fábricas siguientes: explosivos, productos químicos, cementos, cerámica, vidrio y materiales refractarios, destilación de petróleos, carbones minerales y rocas hidrocarbурadas y derivados de la hulla, designados todos por la Asociación de Ingenieros de Minas de España.

Un Vigilante de minas de carbón, designado por la Asociación de Asturias; y

Seis obreros, mitad mineros y otra mitad pertenecientes a las industrias indicadas, nombrados: tres por Asociaciones que formen parte de la Unión General de Trabajadores y otros tres de la Confederación Nacional del Trabajo.

Dicha Comisión se constituirá a la mayor brevedad posible y habrá de cumplir su cometido con la mayor urgencia.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. — Madrid, 2 de julio de 1931. — P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Personal.

Anunciando la provisión de una vacante de Ingeniero Vocal, existente en el Instituto Geológico y Minero de España. ("Gaceta" del 9.)

Esta Dirección general, en virtud de lo dispuesto en la Orden ministerial de 8 del corriente mes, ha resuelto se anuncie la provisión de una vacante de Ingeniero Vocal existente en el Instituto Geológico y Minero de España, correspondiendo la provisión de la misma al segundo de los turnos expresados en el artículo 84, capítulo 14 del Reglamento del Instituto Geológico y Minero de España, de fecha 7 de enero de 1927.

Los Ingenieros de Minas que reúnan los requisitos indicados para dicho segundo turno y aspiren a la vacante, la solicitarán de esta Dirección general durante un plazo de diez días hábiles, a contar de la fecha de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y expirando el mismo a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento, debiendo acompañar a las instancias cuantos documentos crean conducentes para acreditar sus aptitudes especiales para el desempeño del cargo.

Madrid, 9 de julio de 1931.—El Director general. *F. Gordón Ordás*.

Decreto declarando comprendido en el grupo a) del Decreto de 15 de abril último, el Real decreto de 6 de julio de 1926, por el que se concedió a los Ingenieros en prácticas y demás personal de los Cuerpos facultativos derechos preferentes para ocupar las vacantes que se produzcan en las últimas categorías de sus Escalafones. (“Gaceta” del 15.)

De acuerdo con el dictamen de la Comisión revisora de la legislación promulgada por la Dictadura en los servicios del Ministerio de Fomento y a propuesta del Ministro de dicho Departamento, el Gobierno provisional de la República decreta lo siguiente:

Se declara comprendido en el grupo a) del Decreto de 15 de abril último el Real decreto de 6 de julio de 1926, por el que se concedió a los Ingenieros en prácticas y demás personal de los Cuerpos facultativos derechos preferentes para ocupar las vacantes que se produzcan en las últimas categorías de sus Escalafones.

Dado en Madrid a trece de julio de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno provisional de la República, *Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

Orden disponiendo que para el mes de agosto próximo rijan los mismos precios que en el mes actual para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo. (“Gaceta” del 31.)

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de agosto rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo efectuada por dicho organismo, los mismos precios vigentes en el mes de julio actual, o sean los establecidos en 26 del pasado junio. (*Gaceta* del 27.)

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 29 de julio de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

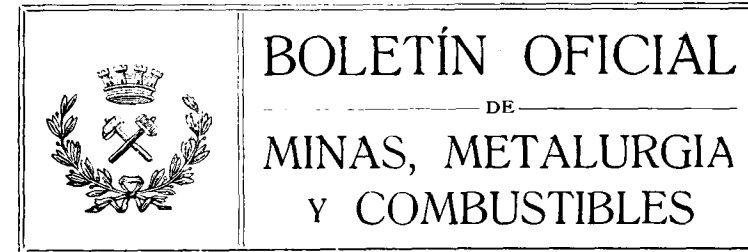
Señor Director general de Minas y Combustibles.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayo y caracterización de los aceites y grasas industriales</i> , por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villegas (continuación) | 611 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de junio de 1931 | 660 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a junio de 1931.....? | 663 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a junio de 1931..... | 663 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de junio de 1931 | 664 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 667 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de julio de 1931..... | 669 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de Fomento.—Orden disponiendo se formule la propuesta definitiva de un nuevo Reglamento de Policía minera por una Comisión integrada en la forma que se indica | 673 |

| | <u>Páginas</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Dirección general de Minas y Combustibles. — Personal. — Anunciando la provisión de una vacante de Ingeniero Vocal, existente en el Instituto Geológico y Minero de España..... | 675 |
| Decreto declarando comprendido en el grupo <i>a)</i> del Decreto de 15 de abril último, el Real decreto de 6 de julio de 1926, por el que se concedió a los Ingenieros en prácticas y demás personal de los Cuerpos facultativos derechos preferentes para ocupar las vacantes que se produzcan en las últimas categorías de sus Escalafones..... | 676 |
| Orden disponiendo que para el mes de agosto próximo rijan los mismos precios que en el mes actual para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 677 |

Boletín Oficial de Minas, Metalurgia y Combustibles



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE

ENSAYO Y CARACTERIZACION DE ACEITES Y GRASAS INDUSTRIALES

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. LUIS TORÓN VILLEGAS

(Continuación)

5. **Poder calorífico.**—La determinación del poder calorífico es muy importante, sobre todo si se trata de aquellos aceites de este grupo que se emplean en motores Diesel. Se emplea para ello el método general de la bomba calorimétrica, siguiendo, tanto para éstos como para cualquier otro aceite, el procedimiento operatorio siguiente (1):

Este procedimiento consiste en medir la elevación de temperatura producida en un calorímetro por la combustión de un peso determinado de combustible en una atmósfera de oxígeno comprimido; un cálculo establecerá en seguida el poder calorífico buscado.

Varias son las bombas calorimétricas propuestas para esta operación, todas las cuales están basadas en la de Berthelot, que es el padre del método.

(1) HOLDE-MULLER: *Hydrocarbons oils and saponifiable fats and waxes.*

Describiremos una de las más usadas, que es la de Mahler, con la modificación de Kroeker. Consiste (fig. 79) en un cilindro con fondo C, de acero, niquelado exteriormente, y cuya superficie interior está cubierta por una capa de esmalte, de oro o de platino, para ponerla al abrigo de cualquier corrosión. Este cilindro está cerrado por una tapa roscada y el conjunto es capaz de resistir una presión de 25 atmósferas. Su capacidad aproximada es de 300 centímetros cúbicos y la tapa está reforzada, según su diámetro, por un nervio, a través del cual pasan diversos canales, que son: el K_2 , continuado por un tubo de platino R y destinado a la introducción del oxígeno, y el K_1 , que es la salida de los gases de la combustión; ambos canales están cerrados por llaves de aguja V_2 y V_1 , que giran en tuercas estancas; estos canales comunican al exterior por orificios que pueden ser cerrados por los tapones roscados S_2 y S_1 . Entre ambos canales se halla el polo P, que atraviesa aislado la tapa y se prolonga en el interior por el hilo de platino D;

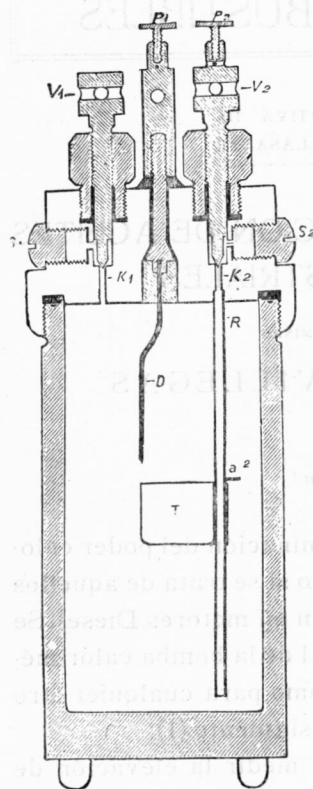


Figura 79.
Bomba calorimétrica.

el otro polo es la llave V_2 , y por su intermedio toda la masa de la bomba, siendo P_1 y P_2 los tornillos destinados para acoplar el manantial de corriente eléctrica que se emplee. Para obtener un cierre perfecto de la bomba se coloca, entre ésta y la tapa, una junta de plomo. En el tubo R va sujeta la cápsula T, destinada a contener el combustible a

ensayar, y que puede ser de platino o de refractario. Por último, tanto el tubo R como el alambre O llevan unas orejitas a_1 y a_2 , a las que se empalma la espiral metálica que ha de inflamar la substancia.

El hilo metálico, que se ha de emplear para la inflamación de la substancia, puede ser de hierro, en cuyo caso arde durante el experimento pasando a óxido, por lo que hay que tenerlo en cuenta en los cálculos, o de platino, que aunque funde no se oxida y al que por tanto no hay que tener en cuenta. Cuando la bomba y la cubierta estén perfectamente limpias y secas se cargarán, en el crisolito de platino, de 1,00 a 1,5 gramos del aceite a ensayar, colocando sumergida parcialmente en él una espiral de hilo de hierro que es el destinado generalmente a producir la ignición y que se conecta a los terminales de entrada y salida de corriente, atornillando la tapa de la bomba, pero sin apretar demasiado para no aplastar la junta de plomo, y haciendo entrar en su interior oxígeno a la presión de 20 a 25 atmósferas, logrado lo cual se cierran las llaves y se sumerge la bomba en un calorímetro (figura 80) que contenga una cantidad determinada de agua (de 2.000 a 2.300 gramos), se halle a la temperatura del laboratorio y, después de dejar todo en reposo durante unos minutos, se pone en marcha el agitador haciendo lecturas de la temperatura a intervalos fijos, hasta que se obtenga una temperatura constante o

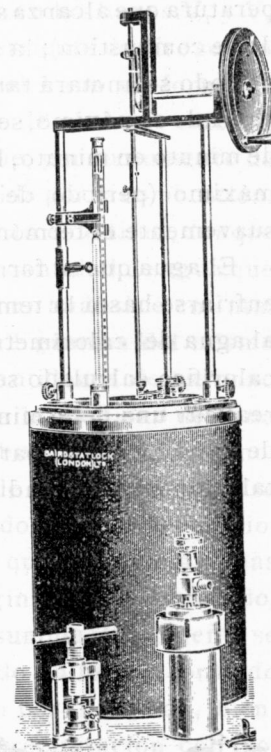


Figura 80.—Calorímetro.

hasta que se observe una ley uniforme de variación durante nueve minutos (período preliminar); en este momento se hará pasar por la bomba una corriente de 8 a 10 voltios, con lo cual el hilo de hierro se pondrá primero incandescente y luego arderá, produciendo la inflamación del aceite, que arderá en el seno del oxígeno contenido en la bomba, observándose en el agua del calorímetro una subida de temperatura que alcanza su máximo en dos a tres minutos (período de combustión); la subida de la temperatura durante este período se anotará también cuidadosamente y, una vez alcanzado el máximo, se observará y anotará el decrecimiento de minuto en minuto, hasta transcurridos nueve minutos del máximo (período de enfriamiento), cuidando de golpear suavemente el termómetro durante este período.

El agua que se forme durante la combustión del aceite, al enfriarse hasta la temperatura del laboratorio cede su calor al agua del calorímetro y, a consecuencia de ello, el poder calorífico calculado será superior al real, por lo que se debe realizar una determinación cuantitativa de dicha cantidad de agua formada, para lo cual se dispone una pequeña instalación según se indica en la figura 81, conectando al canal

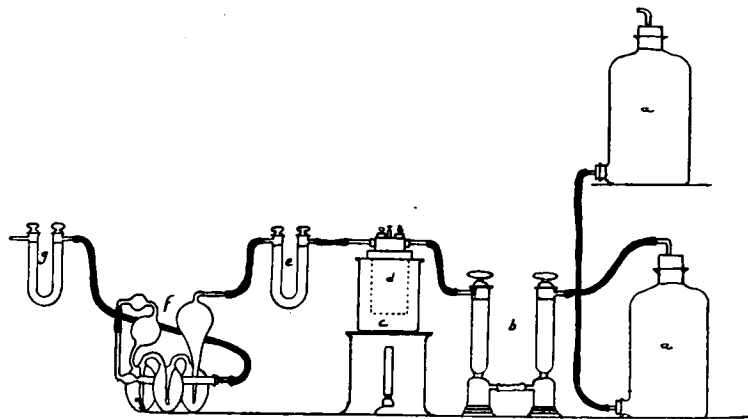


Figura 81.—Determinación del agua producida en la combustión.

a) Aspirador.—b) Torres con KOH y $\text{Cl}_2 \text{Ca}$.—c) Baño de aceite.—d) Bomba.
e) Tubo con $\text{Cl}_2 \text{Ca}$.—f) Tubos de bolas con KOH.—g) Tubo con $\text{Cl}_2 \text{Ca}$.

de salida de los productos de la combustión S_1 un tubo de cloruro cálcico, un tubo de bolas de Mohr con disolución de potasa y un segundo tubo de cloruro cálcico, mientras que a la canal S_2 , de entrada de oxígeno, se acopla el tubo de llegada del aire, que se habrá secado y purificado al pasar por dos torres cargadas respectivamente de cloruro cálcico y potasa; colocando entonces la bomba en un baño de aceite, que se calienta a 105 grados, se abren las llaves V_1 y V_2 y se hace por lo tanto pasar una corriente de aire seco a través de la bomba, arrastrando así el agua en forma de vapor, que se absorberá en el tubo de cloruro cálcico, que se habrá pesado previamente y que, por su aumento de peso, dará la cantidad de agua producida por la combustión. Holde propone, como un método de gran exactitud, aunque lento, la determinación *a priori* de la cantidad de agua que se ha de formar en la combustión, por un análisis elemental practicado sobre una muestra de 0,2 gramos del mismo aceite, de la cual se deducirán las cantidades de carbono e hidrógeno, y de esta última después la cantidad de agua que se deberá formar, durante la combustión en el oxígeno.

Una vez determinada la cantidad de agua producida, se abrirá la bomba y se recogerán cuidadosamente las porciones de hilo de hierro que no se hayan quemado, pesándolas y descontando su peso del peso originalmente empleado, para hallar la cantidad de hierro consumida. Igualmente se deberá determinar la cantidad de ácido sulfúrico, formado a expensas del azufre del aceite, bien por titulación, bien, y esto es lo más recomendable, por precipitación con cloruro bórico, operando en ambos casos sobre las aguas de lavado de la bomba.

Los datos así obtenidos son los suficientes para el cálculo del poder calorífico, que se realiza como sigue:

a) *Equivalente en agua del calorímetro*.—Para ello, el mejor medio consiste en quemar un peso determinado de una substancia cuyo poder calorífico sea conocido, bajo condi-

ciones exactamente iguales a las que ocurren en el experimento que se ha realizado; entre las sustancias empleadas para esto las más comúnmente empleadas son el azúcar de caña, cuyo poder calorífico es de 3.952 calorías, o el ácido benzoico, con un poder calorífico de 6.325 calorías. Si se emplea este último, los cálculos se dispondrán como en el siguiente ejemplo:

| | | |
|---------------------------------------------------------------|--------|-----------|
| Acido benzoico empleado..... | 0,8200 | gramos. |
| Alambre de hierro consumido.. | 0,0190 | » |
| Peso del agua contenida en el calorímetro..... | 2000 | » |
| Elevación observada de la temperatura en el calorímetro.... | 2º,201 | |
| Corrección de la temperatura (<i>u'</i>)..... | 0º,009 | |
| Calor desarrollado por el ácido benzoico..... (6325 × 0,82) = | 5186,5 | calorías. |
| Calor desarrollado por el hierro..... (1600 × 0,019) = | 30,4 | » |
| Calor total desarrollado..... | 5216,9 | » |
| Idem correspondiente a un grado de aumento..... | 2360 | » |
| Calor absorbido por el agua del calorímetro..... | 2000 | » |
| Equivalente de agua del calorímetro..... | 360 | » |

b) *Cálculo del cambio de calor.*—Para determinar el efecto calorífico se multiplicará la capacidad calorífica total del sistema, o sea el agua contenida en el calorímetro más el equivalente en agua del mismo, por el aumento de temperatura observada, con lo que se hallará el calor generado por el peso empleado de la sustancia, y de ello se deducirá, por el cálculo, el que sería producido por un gramo de la misma.

Ahora bien; dicho aumento de temperatura tiene que ser corregido, por el cambio de calor entre el calorímetro y la atmósfera que lo rodea, por radiación y por conductibilidad,

y para ello se procederá así: Llamando *u*, la temperatura inicial del período de combustión, *u*₂ la temperatura final del mismo período, Δ_1 la media aritmética de los nueve incrementos de temperatura observados durante el período preliminar, Δ_2 el valor similar del período de enfriamiento y *a* la llamada *constante de enfriamiento* del calorímetro, la temperatura externa al calorímetro, durante el experimento, será $u_0 = \frac{\Delta_2 u_1 + \Delta_1 u_2}{\Delta_1 + \Delta_2}$ y la constante de enfriamiento $a = \frac{\Delta_1 + \Delta_2}{u_2 - u_1}$; se determinará la diferencia entre *u*₀ y cada una de las temperaturas tomadas a intervalos de un minuto, durante el período de combustión, e igualmente las medias de cada dos de estas diferencias y la suma de estas medias, que designaremos por *s*, multiplicada por la constante *a*, darán la corrección *u'*, que se deberá añadir al aumento observado de temperatura *u*₂ - *u*₁, disponiendo los cálculos según expresamos en el cuadro siguiente, que corresponde a un ejemplo dado por Holde:

será $u_0 = \frac{\Delta_2 u_1 + \Delta_1 u_2}{\Delta_1 + \Delta_2}$ y la constante de enfriamiento $a = \frac{\Delta_1 + \Delta_2}{u_2 - u_1}$; se determinará la diferencia entre *u*₀

y cada una de las temperaturas tomadas a intervalos de un minuto, durante el período de combustión, e igualmente las medias de cada dos de estas diferencias y la suma de estas medias, que designaremos por *s*, multiplicada por la constante *a*, darán la corrección *u'*, que se deberá añadir al aumento observado de temperatura *u*₂ - *u*₁, disponiendo los cálculos según expresamos en el cuadro siguiente, que corresponde a un ejemplo dado por Holde:

| Lecturas del termómetro | Cambio de temperatura por minuto | Diferencias con la temperatura externa | Cálculo de la suma <i>s</i> |
|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------------|-----------------------------|
| Período preliminar: | | | |
| 0 | 18,209 | | |
| 1 | 18,211 | 0,002 | |
| 2 | 18,216 | 0,005 | |
| 3 | 18,220 | 0,004 | |
| 4 | 18,227 | 0,007 | |
| 5 | 18,231 | 0,004 | |
| 6 | 18,235 | 0,004 | |
| 7 | 18,241 | 0,006 | |
| 8 | 18,247 | 0,006 | |
| 9 <i>u</i> ₁ = 18,251 | | 0,004 | |
| | | $\Delta_1 = 0,005$ | |

| Lecturas del termómetro | Cambio de temperatura por minuto | Diferencias con la temperatura externa | Cálculo de la suma s |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------------|----------------------|
| Período de combustión: | | | |
| $u_1 = 18,251$ | | $- 19,72 = - 1,478$ | |
| 20,150 | | $- 19,72 = + 0,421$ | - 1,057 |
| 22,080 | | $- 19,72 = + 2,351$ | + 2,772 |
| 22,650 | | $- 19,72 = + 2,921$ | + 5,272 |
| 22,768 | | $- 19,72 = + 3,039$ | + 5,960 |
| $u_2 = 22,780$ | | $- 19,72 = + 3,051$ | + 6,090 |
| | | | + 19,037 |
| | | | $s = 9,519$ |
| Período de enfriamiento: | | | |
| 0 $u_2 = 22,780$ | | | |
| 1 22,774 | 0,006 | | |
| 2 22,765 | 0,004 | | |
| 3 22,755 | 0,010 | | |
| 4 22,744 | 0,011 | | |
| 5 22,734 | 0,010 | | |
| 6 22,723 | 0,011 | | |
| 7 22,713 | 0,010 | | |
| 8 22,703 | 0,010 | | |
| 9 22,693 | 0,010 | | |
| | $\Delta_2 = 0,010$ | | |
| Temperatura externa calculada: $u_0 = \frac{\Delta_2 u_1 + \Delta_1 u_2}{\Delta_1 + \Delta_2} = 19^{\circ},72$ | | | |
| Constante de enfriamiento del aparato $a = \frac{\Delta_1 + \Delta_2}{u_2 - u_1} = 0,003$ | | | |
| Corrección para el cambio de calor $u' = a \times s = 0,030$ | | | |

Habrá que introducir además otra corrección por el hierro quemado y otra por el azufre que contenga el aceite. Como el hierro al arder para producir óxido magnético, como sucede en la bomba, desarrolla 1.600 calorías por gra-

mo, se podrá calcular rápidamente esta corrección, y en cuanto a la correspondiente al azufre, bastará determinar volumétricamente el ácido sulfúrico formado, con una solución alcalina decinormal y multiplicar el número consumido de centímetros cúbicos de la misma por 3,6 para obtenerla.

Una vez en posesión de todos estos datos se procederá a la determinación del poder calorífico por el siguiente cálculo:

| | |
|-----------------------------------------------------------|---------------|
| Peso empleado de aceite (e)..... | 1,0164 gramos |
| Peso quemado de alambre de hierro (s)..... | 0,0139 |
| Peso de agua en el calorímetro (a).. | 2.000 gramos |
| Equivalente de agua (b)..... | 328 » |
| Capacidad calorífica de $a + b = (w)$.. | 2.328 gramos |
| Elevación observada de temperatura $u_2 - u_1$.. | 4,529 |
| Corrección u' | 0,030 |
| Elevación corregida de temperatura $u_2 - u_1 + u'$ | 4,559 |
| Calor desprendido $w (u_2 - u_1 - u')$ | 10.613 cal. |
| Deducción por el hierro quemado $s \cdot 1.600$ | 22,2 |
| Ídem por el azufre..... | 35,1 |
| Deducción total..... | 57 57 |
| Calor de combustión de 1,0164 gramos..... | 10.556 cal. |
| Calor de combustión de un gramo..... | 10.385 » |
| Deducción por el agua formada..... | 632 » |
| Poder calorífico..... | 9.752 cal. |

La I. P. T. ha introducido algunas modificaciones en este método, para establecer su método patrón G. O. 6, siendo las principales la preferencia marcada por el hilo de platino para la inflamación, la limitación a un gramo como máximo del peso de aceite ensayado, la existencia en la bomba durante la combustión de un volumen conocido de agua (en general 10 mililitros), el empleo de un trozo de

papel de filtro que, apoyado sobre la espiral de platino y sumergido en parte en el aceite, favorece la ignición de éste, algunas modificaciones en el modo de realizar los cálculos y finalmente no tener en cuenta el ácido sulfúrico formado, no introduciendo por esta causa corrección alguna.

6. **Punto de enturbiamiento.**—Se determinará como explicamos al tratar de los aceites de alumbrado.

7. **Punto de congelación.**—Nos ocuparemos de esta determinación al tratar de los lubricantes.

CAPITULO SEXTO

FUEL OILS

a) *Ensayos químicos.*

1. Acidez.
2. Azufre.
3. Residuo de carbonización.
4. Cenizas.
5. Agua y sedimento.
6. Asfalto duro.

b) *Ensayos físicos.*

1. Densidad.
2. Punto relámpago.
Aparato Pensky-Martens.
3. Viscosidad.
4. Poder calorífico.
5. Punto de enturbiamiento.
6. Punto de congelación.

* * *

Con el término *fuel oils* se designa toda una serie de productos derivados del petróleo, que no estando incluidos en ninguna de las clases anteriores, ni en la de aceites de engrase, se emplean para la producción de energía por su

combustión directa en hogares y con la única condición global de ser líquidos a la temperatura ordinaria o a una temperatura fácilmente alcanzable por la acción del vapor. En general, se clasifican como *fuel oils* todos aquellos derivados que no tienen un mercado mejor que el de combustibles directos. La clasificación española oficial (Laboratorio oficial de Aduanas) agrupa en esta sección a todos los aceites que, no estando incluidos en otros grupos, tienen una densidad por encima de 0,930, que destilan un 5 por 100 de los mismos a 100 grados y de una viscosidad Engler de 65 grados.

Los ensayos a realizar con estos productos son los siguientes:

a) ENSAYOS QUÍMICOS

1. **Acidez.**—Se determina como en el caso de los aceites de gas, siguiendo el método que explicaremos en detalle al tratar de los lubricantes.

2. **Azufre.**—El contenido en azufre de un *fuel oil* se determina siguiendo el método de la bomba calorimétrica, ya explicado al tratar del petróleo bruto, o el también explicado debido a Hauser.

3. **Residuo de carbonización.**—Se seguirá el método de Conradson, que explicaremos en detalle al tratar de los lubricantes. El método de Ramsbottom ya explicado no es recomendable, en opinión de la I. P. T., para ser aplicado a estos aceites.

4. **Cenizas.**—Se seguirá el método ya explicado en los aceites de gas, salvo en el caso de tratarse de aceites espesos; entonces no es preciso proceder a la evaporación previa para reducirlos de volumen, operando directamente sobre el aceite en sí.

5. **Agua y sedimento.**—Se seguirán los métodos ya explicados en detalle al tratar de análoga determinación en el petróleo bruto.

6 **Asfalto duro.**—Para esta determinación se seguirá el método de la I. P. T., según el cual se tomará un peso conocido del aceite, nunca superior a 10 gramos, disolviéndolo en un volumen, que expresado en mililitros, sea diez veces mayor que el peso de aceite expresado en gramos, de bencina que responda a las siguientes condiciones:

1.º Contener un máximo de 0,5 por 100 de aromáticos, determinados por el método del punto de anilina.

2.º Destilar, a lo menos, el 90 por 100 entre las temperaturas de 60 y 80 grados, empleando para la destilación el aparato patrón de la I. P. T.

3.º Tener a 15 grados una densidad comprendida entre 0,680 y 0,690.

El aceite y el disolvente se agitarán para mezclarlos, dejando después reposar el conjunto durante veinticuatro horas en la obscuridad, al cabo de las cuales se decanta el disolvente pasándolo por un filtro, lavando el residuo insoluble con bencina varias veces y aglomerándolo mediante un agitador de vidrio, pasando todos los líquidos de lavado por el mismo filtro y continuando los lavados hasta que el líquido filtre incoloro. El residuo se disolverá entonces en benceno cristalizante, que se hará después pasar por el mismo filtro, recogiendo el filtrado en un Erlenmeyer tarado y lavando el filtro con cantidades sucesivas de benceno hasta que esté libre de asfalto, recogiendo todos estos líquidos en el mismo frasco en que se recogió la solución filtrada. Se llevará entonces el frasco al baño-maria para evaporar el benceno, después de lo cual se secará el asfalto duro en una estufa a 100 grados, removiendo los vapores del interior del frasco por una corriente de aire y al cabo de dos horas se dejará enfriar y se pesará.

b) ENSAYOS FÍSICOS

1. **Densidad.**—Se determinará según el método ordinario.

2. **Punto relámpago.**—Para determinar éste en los *fuel oils* se sigue de manera casi general el método basado en el empleo del aparato Pensky-Martens que vamos a describir. Este aparato (fig. 82) se compone de las siguientes partes:

a) Un depósito para el aceite E, constituido por un recipiente cilíndrico de bronce, que en su interior lleva una marca de nivel, por encima de la cual el diámetro está ligeramente aumentado, tanto interior como exteriormente, y que a corta distancia de su borde lleva un anillo destinado a servir de apoyo sobre un orificio de la estufa de caldeo, que describiremos más adelante.

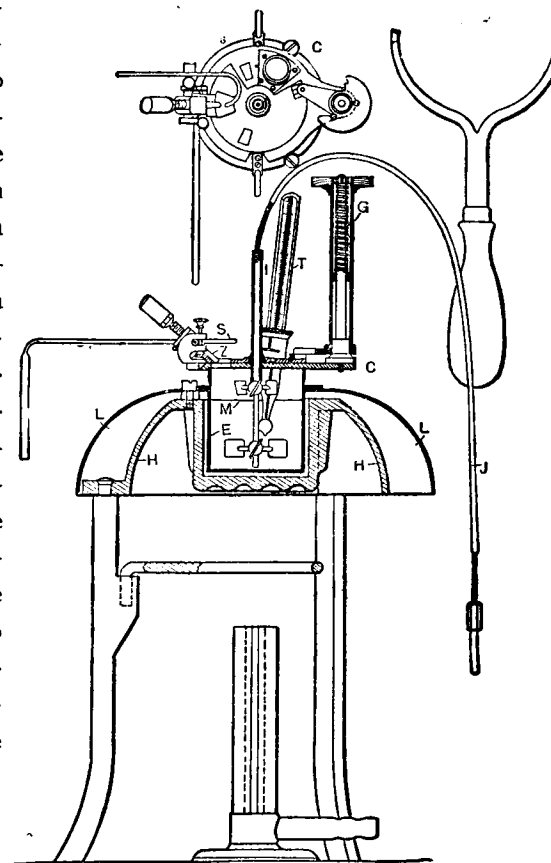


Figura 82.—Aparato Pensky-Martens.

b) Una cubierta C para dicho depósito, simplemente apoyada sobre el borde del mismo, pero provista de un ligero reborde, que encaja en dicho borde para evitar los desplazamientos laterales y en la cual están dispuestos: un agitador M, provisto de dos filas de paletas, destinado a remover el aceite en ensayo, un termómetro T y tres orificios, dispuestos según una circunferencia intermedia, y de los cuales el situado en el centro de los tres es de un ancho doble al de los otros dos; para cubrir y descubrir estos orificios sobre la misma cubierta, sujeta a ella por un pequeño eje que la permite girar y accionada por un muelle largo, movido a su vez por un botón G, se halla una plaquita metálica en forma de sector circular que, al girar, cubre o descubre los citados orificios; por último, en la misma cubierta va una pequeña lámpara Z, provista de un mecanismo que, hecho solidario del mismo que acciona el sector antes citado, produce su inclinación y la introducción de su llama en el orificio central, cuando se descubre éste, hallándose además provista de una lámpara piloto S, destinada a volverla a encender cuando el relámpago la ha apagado.

c) Una estufa de caldeo H, consistente en un vaso de fundición de dimensiones ligeramente superiores a las del depósito de aceite que va dentro de él y que tiene unas prolongaciones en forma de cubierta para mejor caldear el aire de su alrededor. Sobre el conjunto de esta estufa se halla la cubierta L, que sirve de envuelta protectora y de apoyo del reborde del depósito de aceite.

Para determinar un punto relámpago con este aparato se procede como sigue: Una vez limpias y secas todas las partes del aparato, cuidando sobre todo de eliminar toda traza de gasolina o nafta, de la empleada en la limpieza, se llena el depósito de aceite del que queremos ensayar hasta la marca de nivel, colocando la tapa, con todos sus accesorios, encendiendo la lámpara de ensayo y regulándola hasta que su llama tenga una forma de cuenta, con un

diámetro de 3,97 milímetros. Se aplicará entonces calor a la estufa de aire, mediante el mechero triple R representado en la figura, de tal modo que la temperatura no suba menos de cinco grados ni más de seis por minuto, hasta llegar a una temperatura que se halle 15 grados por bajo del supuesto relámpago; entonces se empezarán los ensayos de inflamación, por accionamiento del resorte G y consiguiente abertura de los orificios de la cubierta, con la introducción simultánea de la llama de prueba. Estos ensayos se realizarán cada vez que el termómetro suba un grado, hasta llegar a la temperatura de 105 y cada 2,5 grados por encima de esta temperatura y se cuidará de realizar los ensayos rápidamente, con el fin de que en toda la maniobra no se emplee más de un segundo; durante los ensayos se tendrá parado el agitador. Estos ensayos se proseguirán hasta que se produzca la pequeña explosión, en cuyo momento la temperatura del termómetro será el punto relámpago buscado.

3. **Viscosidad.**—Se empleará para su determinación, sea el aparato Redwood, sea el Saybolt, sea, finalmente, el Engler, en alguna de sus modificaciones.

4. **Poder calorífico.**—Se determina siguiendo el mismo método explicado en los aceites de gas.

5. **Punto de enturbiamiento.**—Se seguirá análogamente el mismo método expuesto en los aceites de gas.

6. **Punto de congelación.**—El procedimiento para su determinación se explicará al tratar de los aceites lubricantes.

B) ENSAYOS MECANICOS

CAPITULO UNICO

DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DEL VALOR DE UN COMBUSTIBLE LÍQUIDO.

Método americano de ensayos mecánicos

1. Motores empleados en los ensayos.
2. Aparatos de medida empleados.
 - a) Freno.
 - b) Dispositivo de pesada del combustible.
 - c) Indicadores.
 - d) Otras particularidades.
3. Realización del ensayo.
 - a) Medidas de potencias.
 - b) Consumo de combustible.
 - c) Eficiencias mecánica y térmica.
4. Expresión de los resultados.

* * *

Aunque el estudio físico-químico de un combustible líquido, realizado en el laboratorio, proporciona ya datos suficientes para conocer el valor industrial del mismo, hay ocasiones en las que es conveniente, y a veces preciso, determinar experimentalmente dicho valor industrial y establecer, como consecuencia de dicha determinación, las mejores condiciones de trabajo del motor, en que haya de ser empleado, para conseguir el rendimiento máximo posible. Desgraciadamente, para esta determinación no existe ningún método patrón y, a consecuencia de ello, en la mayoría de los casos no se realiza dicho ensayo, por falta de referencias necesarias para llevarlo a cabo y, en aquella minoría de casos en que dicho ensayo se realiza, éste se lleva a cabo en las condiciones particulares que existen en cada uno y aplicándose por los técnicos los medios de que disponen, pero sin seguir un método determinado que haga

comparables a los diversos resultados, por lo que éstos quedan reducidos a datos de carácter particularísimo, sólo aplicables a casos en los que se realicen exactamente las mismas condiciones.

Se desprende, de lo que acabamos de decir, la necesidad de un método patrón para la realización de estos ensayos mecánicos y, a falta del mismo y con el fin de coadyuvar a su establecimiento más o menos privado, vamos a describir un método seguido en unos ensayos realizados en Norteamérica por el U. S. Bureau of Mines.

METODO AMERICANO DE ENSAYOS MECANICOS (1)

El método que vamos a describir se ha aplicado en una larga serie de ensayos, realizados en el U. S. Bureau of Mines con el fin de estudiar las condiciones de utilización de gasolinas y las influencias que, en los resultados de los ensayos, ejercen las variaciones en la calidad de la misma y de las susodichas condiciones de utilización, así como también de estudiar la utilización de mezclas de gasolinas con alcoholes y benzoles. Tratándose, como se ve, de ensayos encaminados a un objeto determinado, no es posible aceptar el método como patrón, pero por lo menos servirá de indicación y guía para su establecimiento.

1. **Motores empleados para los ensayos.**—Para realizar los ensayos que nos ocupan se emplearon tres motores diferentes para ser accionados por gasolina y dos para ser accionados por alcohol; prescindiendo de ocuparnos de estos últimos, que por lo demás sólo se diferenciaban de los empleados con la gasolina en la disminución de la cámara

(1) *Comparative fuel values of gasoline and denaturated alcohol in internal combustion engines*— R. M. STRONG Y LAUSON STONE. U. S. Bureau of Mines. Bull. 43.

de combustión, diremos que estos últimos eran de dos tipos diferentes: dos eran Otto de 15 HP, monocilíndricos, horizontales, y trabajaban a una velocidad de 260 revoluciones por minuto. Las figuras 83 y 84 dan dos vistas de uno de estos motores, en las cuales se aprecian muchos de los dispositivos empleados para los ensayos y de los que nos ocuparemos más adelante. En cuanto al tercer motor accionado por gasolina, era un Nash, monocilíndrico, vertical, de 10 HP, que trabajaba a una velocidad de 290 revoluciones por minuto, estando representado en dos vistas en las figuras 85 y 86. Tanto los Otto como el Nash tenían refrigeración de agua de los cilindros, cabezas de los mismos y válvulas de escape y admisión.

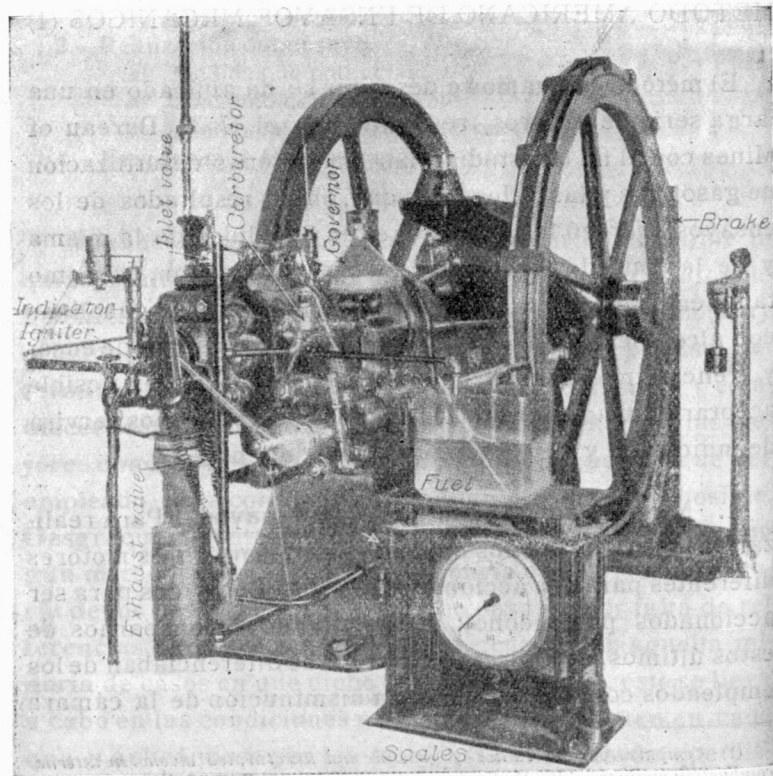


Figura 83.—Motor Otto.

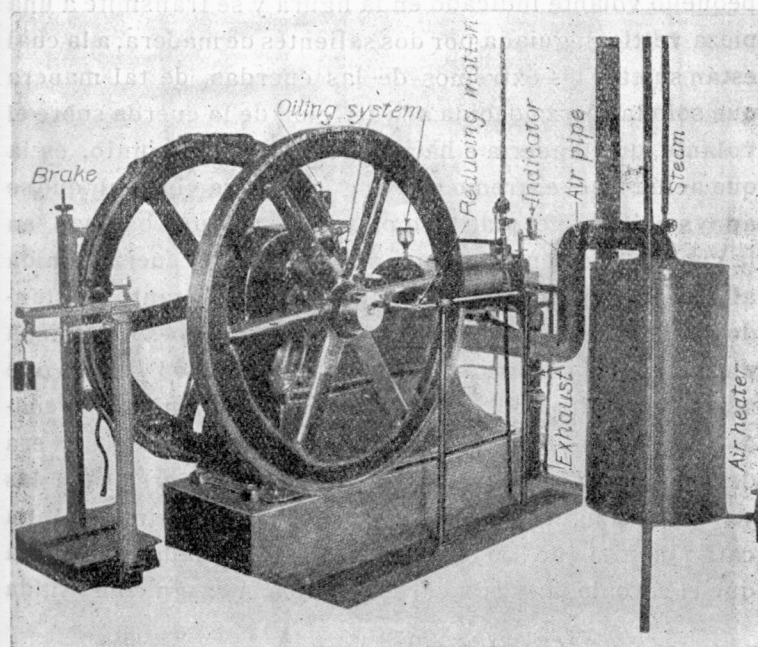


Figura 84.—Motor Otto.

2. **Aparatos de medida empleados.**—Para la obtención de todos los datos, necesarios para establecer el resultado referente a una gasoilina, se empleaban los aparatos siguientes:

a) *Freno.*—Se empleaba un freno del tipo Prony, pero constituido por dos cuerdas que abrazaban toda la circunferencia del volante de los motores, según se aprecia en las figuras 83 a 86 y del que damos unos croquis detallados en la figura 87. Las cuerdas de Manila, de 5/8 de pulgada de diámetro, estaban colocadas paralelamente y guiadas de trozo en trozo por pequeños tacos de madera, provistos de unas guardas de hierro que abrazaban las dos superficies frontales del volante y mantenían siempre las cuerdas en la misma posición. La tensión de las mismas se graduaba por el

pequeño volante indicado en la figura y se transmite a una pieza vertical, guiada por dos salientes de madera, a la cual están sujetos los extremos de las cuerdas, de tal manera que sólo la fuerza debida a la fricción de la cuerda sobre el volante, que tendería a hacer girar todo el conjunto, es la que actúa en el extremo inferior de la pieza vertical, que se apoya así sobre el platillo o plataforma de una balanza, en la cual se podrá por lo tanto apreciar dicha fuerza, unida al peso de la pieza vertical en cuestión; por tanto, restando del peso total indicado por la balanza el peso de dicha pieza vertical con sus accesorios, se conocerá la fuerza que se opone al giro del conjunto, o sea la carga neta de frenado. La balanza empleada en los ensayos que nos ocupa era del tipo de báscula de plataforma, según se aprecia en las ya citadas figuras 83 a 86, siendo capaz de indicar una carga máxima de 300 libras y estando regulada de manera que el cero de la escala corresponde a la carga constituida

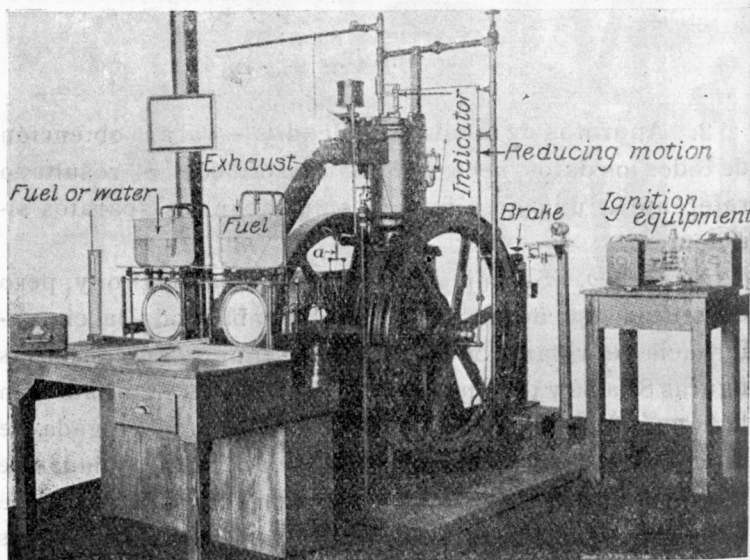


Figura 85.—Motor Nash.

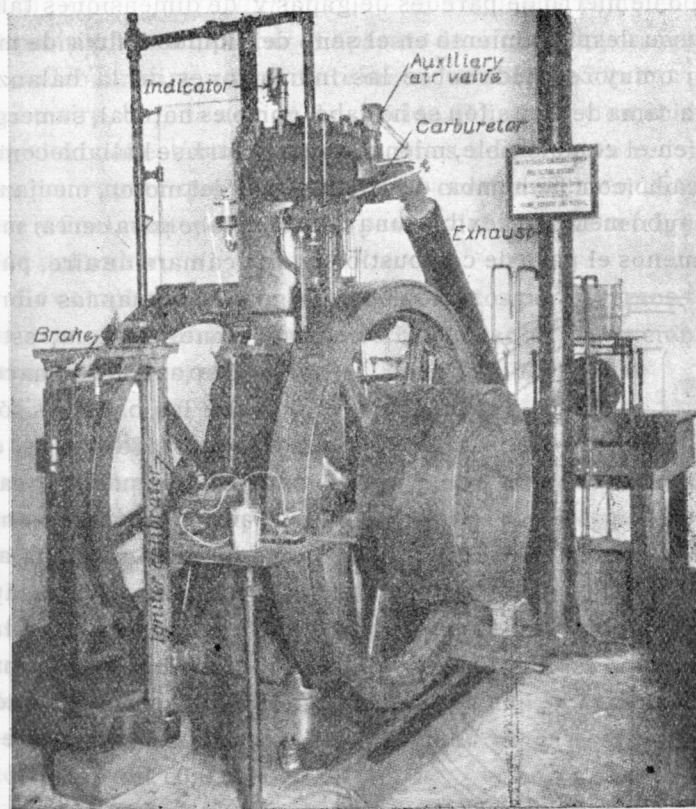


Figura 86.—Motor Nash.

por la pieza vertical y sus accesorios; de esta manera las cargas netas de frenado se podrán apreciar por simple lectura, sin necesidad de ninguna resta.

b) *Dispositivo de pesada del combustible.*—Para pesar el combustible, consumido en cada momento por el motor, se disponía aquél en un tanque o depósito de vidrio, de una capacidad de 20 libras y colocado sobre una balanza del tan conocido tipo familiar de platillo y resorte, según se aprecia en algunas de las figuras 83 a 86. Para la salida del combustible, de estos tanques al motor, se empleaba un sifón de

tubo de hierro de paredes delgadas y de dimensiones tales que su desplazamiento en el seno del líquido influía de manera muy reducida sobre las indicaciones de la balanza; una rama de este sifón se hallaba, como es natural, sumergida en el combustible, mientras que la otra se hallaba comunicada con la bomba de combustible del motor, mediante un tubo metálico flexible, una llave de globo para cerrar más o menos el paso de combustible y una cámara de aire, para

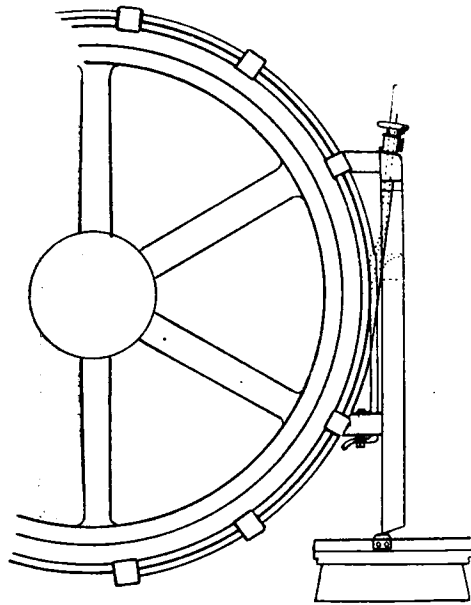


Figura 87.—Esquema del freno.

amortiguar las vibraciones de ésta; estos dispositivos hacen que las balanzas sólo sean afectadas en muy pequeña escala por las vibraciones del motor. Las balanzas antes del ensayo eran comprobadas cuidadosamente, mediante pesos patrones, y su sensibilidad era de 0,05 libras.

c) *Indicadores.*— Se emplearon indicadores del tipo Crosby combinados, para máquinas de vapor y motores, cuyos cilindros estaban construídos de manera que podían emplearse dos pistones diferentes, cuyas secciones eran de $\frac{1}{4}$ y $\frac{1}{2}$ pulgadas cuadradas y, según que se emplease uno u otro de estos pistones, la serie de muelles empleados correspondía a la serie de 10, 30, 50, 60, 80, 100, 120 y 150 o a la de 20, 60, 120, 160, 200, 240 y 300 libras por pulgada cuadrada. El accionamiento de los indicadores se realizaba por un sistema de reducción adaptado al árbol motor del motor, según se aprecia en las figuras 84 a 86.

Se completaba el conjunto de aparatos por diversos termómetros, por un par termoeléctrico, cuentarrevoluciones, cuentasegundos, etc.

d) *Otras particularidades.*—Se empleaba también un dispositivo para calibrar el aparato de encendido, otro para el caldeo del aire, consistente en un tambor recorrido por dicho aire, bajo la acción de succión del motor y en el interior del cual estaban dispuestos unos serpentines recorridos por vapor, que producían por contacto el caldeo del aire y finalmente, otro para el pesado del agua de refrigeración del motor.

Se completaba el conjunto de aparatos por diversos termómetros, por un par termoeléctrico, cuentarrevoluciones, cuentasegundos, etc.

3. *Realización del ensayo.*—Para ello lo primero es poner el motor perfectamente a punto, cuidando del perfecto engrase de los diversos órganos del mismo, de la limpieza de los pistones, de la inspección y repaso de los tubos de llegada del combustible, del repaso de las válvulas en el momento en que se observe en ellas cualquier pequeña fuga, del ajuste de la llave de entrada del combustible y del mecanismo de ignición, anotando en cada uno de los casos las graduaciones de los cuadrantes respectivos, etcétera, etc.

Se llevará entonces el ensayo a cabo, anotando cuidadosamente todas las medidas realizadas, recogiendo las hojas correspondientes de los indicadores, trazando las curvas preliminares de los resultados, estudiando cuidadosamente los diagramas para calcular la *presión efectiva media*, midiendo cuidadosamente las temperaturas de entrada del combustible y del aire, la de la mezcla al entrar en el cilindro, la de los gases de escape, anotando los gastos de combustible, deducidos de la inspección de las balanzas respectivas (previamente comprobadas) y, una vez todos estos datos recogidos se podrá proceder a la determinación de los resultados finales del ensayo, realizando el cálculo de las siguientes cifras:

a) *Medidas de potencias.*—Estas comprenden la medida de la potencia al freno y de la potencia indicada.

La *potencia al freno* (B. H. P.) está constituida por los pies-libras por minuto, desarrollados en la circunferencia del volante de freno, divididos por 33.000, estando expresada por la fórmula

$$\text{B. H. P.} = \frac{2 \cdot \pi \cdot l \cdot n \cdot w}{33\,000}$$

en la cual

B. H. P. es la potencia al freno;

l , el largo del brazo de freno, en pies;

n , la velocidad de la máquina, en revoluciones por minuto, y

w , la carga del freno, en libras.

En cuanto a la *potencia indicada*, está constituida por el número de pies-libras por minuto, desarrollados dentro del cilindro, divididos por 33.000, hallándose expresada por la fórmula

$$\text{I. H. P.} = \frac{\text{PLAN.}}{33\,000}$$

en la cual

I. H. P. es la potencia indicada;

P , la presión efectiva media, en libras por pulgada cuadrada;

L , el largo de carrera del pistón, en pies;

A , el área de la sección recta del cilindro, en pulgadas cuadradas, y

N , el número de explosiones por minuto.

En ocasiones, la potencia indicada se deduce de la potencia al freno añadiendo a ésta una constante, que se designa como *potencia de fricción* y que no es otra cosa que el valor de las pérdidas de potencia, producidas en los rozamientos de los diversos órganos de la máquina. Esta constante es fija para cada máquina y en los ensayos a que nos referimos se vió era igual a 2,3 H. P.

b) *Consumo de combustible.*—Para expresar el consumo de combustible en estos ensayos, se siguió el método de calcular el número de libras de éste consumidas por hora, por carga, por caballo-freno, por caballo indicado hora, el volumen en gallones del mismo por caballo-freno y por caballo indicado-hora, y finalmente el poder calorífico, expresado en *British Thermal Units*, por caballo-freno y por caballo indicado y hora, partiendo para todos los casos de la observación directa de las balanzas.

Si w_1 y w_2 son los pesos indicados por la balanza al principio y fin del ensayo, correspondientes a tiempos de t_1 y t_2 minutos, el peso de combustible consumido por hora, que designaremos por W , será:

$$W = \frac{w_1 - w_2}{t_2 - t_1} \times 60,$$

y de él deduciremos las demás cifras como sigue:

Consumo por carga.—Dividiendo W por sesenta veces el número de admisiones por minuto.

$$\text{Consumo por caballo-freno-hora} = \frac{W}{\text{B. H. P.}}$$

$$\text{Idem por caballo indicado-hora} = \frac{W}{\text{I. H. P.}}$$

Gallones consumidos por caballo-freno-hora

$$= \frac{W}{8,34 \times \delta \times \text{B. H. P.}}$$

siendo 8,34 el peso de un gallón de agua a 15 grados, y δ la densidad del combustible a la misma temperatura.

Gallones consumidos por caballo indicado-hora

$$= \frac{W}{8,34 \times \delta \times \text{I. H. P.}}$$

Valor calorífico consumido por caballo-freno-hora y por caballo indicado-hora

$$\frac{W \times H}{B. H. P.} \text{ y } \frac{W \times H}{I. H. P.},$$

respectivamente, siendo H el poder calorífico del combustible, expresado en *British Thermal Unities*.

c) *Eficiencias mecánica y térmica.*—La eficiencia mecánica, o eficiencia del mecanismo para la transmisión de la energía desarrollada en el cilindro al eje motor, se calcula en general según la fórmula

$$E = \frac{B. H. P.}{I. H. P.} \times 100,$$

en la cual

E es el porcentaje de la energía desarrollada en el cilindro, que es utilizable en el eje motor;

B. H. P. la potencia al freno, y

I. H. P. la potencia indicada.

En algunos ensayos el cálculo de la eficiencia mecánica se realiza según la fórmula

$$E = \frac{B. H. P.}{B. H. P. + k} \times 100,$$

en la cual *k* es la citada potencia de fricción.

En cuanto a la eficiencia térmica, o sea la relación de conversión de la energía calorífica del combustible en energía mecánica, puede ser de dos tipos diferentes:

1.º La eficiencia térmica indicada, o porcentaje de energía calorífica del combustible convertida en energía mecánica, en el interior del cilindro, que se calcula por la fórmula

$$E = \frac{2.545}{W \times H} \times 100,$$

en la cual

2.545 es el equivalente en calor de un caballo, expresado en *British Thermal Unities*.

W el peso de combustible consumido por caballo-hora indicado, expresado en libras, y

H el poder calorífico del combustible, expresado en *British Thermal Unities*, por libra.

2.º La eficiencia térmica al freno, o porcentaje de energía calorífica del combustible convertida en energía mecánica y utilizable en el árbol motor, que se calcula por la fórmula

$$E = \frac{2.545}{W \times H} \times 100,$$

en la que W es el peso, en libras, de combustible consumido por caballo-hora al freno.

4. **Expresión de los resultados.**—Los resultados obtenidos en los ensayos, realizados según acabamos de describir, se expresan dispuestos en cuadros análogos a los que damos a continuación:

CUADRO I

| Número de ensayos..... | VELOCIDAD MEDIA POR MINUTO | | Potencia efectiva media en libra × pulgadas ² | Carga del freno en libras | POTENCIA EN H. P. | | | EFICIENCIA MECÁNICA | |
|------------------------|----------------------------|-------------|----------------------------------------------------------|---------------------------|-------------------|----------|-------------|----------------------------------------|-------------------------------------------------------|
| | R. p. m. | Explosiones | | | Al freno | Indicada | De fricción | $\frac{B. H. P.}{I. H. P.} \times 100$ | $\frac{B. H. P.}{B. H. P. + Av. F. H. P.} \times 100$ |
| 8 | 254.4 | 123.4 | 111.9 | 140 | 17.16 | 19.34 | 2.18 | 88.8 | 88.3 |
| 8 | 255.1 | 123.7 | 105.7 | 130 | 15.98 | 18.30 | 2.32 | 87.3 | 87.6 |
| 3 | 255.7 | 124.8 | 101.3 | 125 | 15.40 | 17.70 | 2.30 | 87.0 | 87.1 |
| 9 | 256.1 | 122.2 | 99.3 | 120 | 14.80 | 16.90 | 2.10 | 87.5 | 86.7 |
| 53 | 256.0 | 123.6 | 93.9 | 115 | 14.18 | 16.22 | 2.04 | 87.4 | 86.2 |
| 62 | 254.2 | 117.0 | 97.7 | 110 | 13.66 | 15.87 | 2.21 | 86.1 | 85.8 |
| 14 | 257.9 | 116.4 | 89.1 | 100 | 12.41 | 14.70 | 2.29 | 84.4 | 84.6 |
| 19 | 259.6 | 102.7 | 87.3 | 80 | 9.98 | 12.29 | 2.31 | 81.4 | 81.5 |
| 34 | 262.9 | 79.6 | 94.9 | 60 | 7.60 | 10.18 | 2.58 | 73.3 | 77.0 |
| 35 | 264.1 | 55.2 | 99.5 | 40 | 5.09 | 7.49 | 2.40 | 68.0 | 69.2 |
| 245 | | | | | | | | | |

PROMEDIO DE LA POTENCIA DE FRICCIÓN: = 2.27

| Número del ensayo | TEMPERATURAS EN ° F. | | | Agua de refrigeración por hora en libras | POSICIÓN DE LAS AGUJAS | | VELOCIDAD MEDIA × MINUTO | | PRESIÓN MEDIA EN LIBS × PUL. ² | | CARGA DEL FRENO | | CONSUMO DE COMBUSTIBLE | | | | | | EFICIENCIAS | | | | |
|-------------------|----------------------|---------------|-------------|------------------------------------------|-----------------------------|-----------------|--------------------------|-----------------|-------------------------------------------|-------------|-----------------|---------------|------------------------|------------------|---------------------------|-----------|----------|---------------------------|-------------|----------|---------------|----------|----------|
| | Aire..... | Combustible.. | Mezcla..... | | Válvula de combustible..... | Inflamador..... | R. p. m. | Explosiones.... | Media efectiva. | Máxima..... | Libras..... | % del máximo. | Al freno | Libras por carga | POR CABALLO-HORA AL FRENO | | | POR CABALLO-HORA INDICADO | | | Mecánica..... | TÉRMICA | |
| | | | | | | | | | | | | | | | Libras | Gallo-nes | B. t. u. | Libras | Gallo-nes | B. t. u. | | Indicada | Al freno |
| A 806 | 81 | 80 | 102 | | 30 | + 21 | 252.0 | 126 | 89.3 | 300 | 110 | 85 | 13.33 | 0.00110 | 0.624 | 0.102 | 11,940 | 0.53 | 0.087 | 10,180 | 85.2 | 25.0 | 21.3 |
| B 809 | 85 | 77 | 108 | | 32 | + 21 | 256.6 | 123 | 95.6 | 440 | 110 | 85 | 13.57 | .00116 | .631 | .104 | 12,060 | .52 | .085 | 9,950 | 82.4 | 25.6 | 21.1 |
| C 812 | 83 | 85 | 107 | | 34 | + 21 | 258.7 | 120 | 94.2 | 420 | 110 | 85 | 13.90 | .00124 | .650 | .107 | 12,440 | .56 | .092 | 10,760 | 86.7 | 23.6 | 20.5 |
| D 815 | 78 | 69 | 108 | | 38 | + 21 | 259.3 | 112 | 101.6 | 465 | 110 | 85 | 13.86 | .00147 | .718 | .118 | 13,730 | .62 | .102 | 11,840 | 86.3 | 21.5 | 18.5 |
| E 818 | 77 | 73 | 108 | | 42 | + 21 | 259.5 | 118 | 98.8 | 460 | 110 | 85 | 13.13 | .00157 | .809 | .133 | 15,470 | .68 | .112 | 13,030 | 84.2 | 19.5 | 16.4 |
| F 821 | 79 | 79 | 107 | | 46 | + 21 | 260.3 | 118 | 97.0 | 450 | 110 | 85 | 13.17 | .00172 | .883 | .145 | 16,890 | .76 | .125 | 14,600 | 86.4 | 17.4 | 15.1 |
| G 824 | 80 | 67 | 103 | | 50 | + 21 | 260.8 | 117 | 98.3 | 435 | 110 | 85 | 13.26 | .00189 | .960 | .158 | 18,360 | .83 | .136 | 15,800 | 86.1 | 16.1 | 13.9 |
| H 827 | 71 | 70 | 90 | | 54 | + 21 | 260.7 | 113 | 101.8 | 440 | 110 | 85 | 13.99 | .00206 | 1.013 | .166 | 19,370 | .87 | .143 | 16,670 | 86.0 | 15.3 | 13.1 |
| I 830 | 77 | 76 | 91 | | 58 | + 21 | 260.9 | 110 | 103.4 | 415 | 110 | 85 | 13.78 | .00224 | 1.070 | .176 | 20,480 | .93 | .153 | 17,690 | 86.5 | 14.4 | 12.4 |
| J 833 | 80 | 68 | 89 | | 62 | + 21 | 261.3 | 107 | 107.6 | 385 | 110 | 85 | 13.25 | .00238 | 1.102 | .181 | 21,090 | .95 | .156 | 18,150 | 86.1 | 14.0 | 12.1 |
| K 836 | 83 | 73 | 88 | | 66 | + 21 | 260.6 | 109 | 104.2 | 370 | 110 | 85 | 13.37 | .00250 | 1.186 | .195 | 22,700 | 1.03 | .169 | 19,640 | 86.5 | 13.0 | 11.2 |
| L 839 | 82 | 76 | 86 | | 70 | + 21 | 258.9 | 112 | 103.0 | 315 | 110 | 85 | 13.85 | .00267 | 1.309 | .215 | 25,030 | 1.11 | .182 | 21,220 | 84.8 | 12.0 | 10.2 |

(Continuará.)

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de julio de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 433.132 |
| Antracita..... | 520 |
| TOTAL..... | 433.652 |

Coque..... 10.885 toneladas.
 Aglomerados..... 11.429 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.363 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 78 |
| Lignito..... | 10.702 |
| TOTAL..... | 10.780 |

Producción de coque: toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 28.472 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 17.885 |
| Antracita..... | 12.551 |
| TOTAL..... | 30.436 |

Agglomerados..... 4.180 toneladas.
 Coque..... 4.518 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 905 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 80.150 |
| Antracita..... | 25.257 |
| TOTAL..... | 104.407 |

Agglomerados..... 17.030 toneladas.
 Coque..... 1.249 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 16.536 |
| Antracita..... | 11.611 |
| TOTAL..... | 28.147 |

Agglomerados..... 18.364 toneladas.
 Coque..... —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.180 |
| Coque de gas..... | 330 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 15.700 |
| Aglomerados de hulla... | 7.659 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 10.512 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.166 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla..... | 222 toneladas. |
|---------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-------------------|
| Coque..... | 22.939 toneladas. |
| Aglomerados..... | 3.839 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | 270 |
| Lignito..... | 4.234 |
| TOTAL..... | 4.504 |

Aglomerados..... » toneladas.
Coque de gas..... 31 —

Producción de combustibles durante los meses de enero a julio de 1931

| | Meses anteriores | Julio | TOTAL |
|------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 284.081 | 48.939 | 333.020 |
| Hulla..... | 3.216.132 | 592.223 | 3.808.355 |
| Lignito..... | 184.223 | 29.886 | 214.109 |
| TOTAL..... | 3.684.436 | 671.048 | 4.355.484 |
| Coque metalúrgico..... | 337.727 | 47.118 | 384.845 |
| Aglomerados..... | 365.066 | 62.723 | 427.789 |

Producción nacional de aceites combustibles⁽¹⁾

Meses de enero a julio de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Julio | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero)... | 1.519.020 | 184.240 | 1.703.260 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 83.746 | 15.427 | 99.173 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 384.384 | 62.499 | 446.883 |
| Otros tipos..... | 304.810 | 47.705 | 352.515 |
| TOTAL..... | 2.291.960 | 309.871 | 2.601.831 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 15.439.367 | 2.246.825 | 17.686.192 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 3.072.717 | 367.911 | 3.440.628 |
| Gasolinas y similares..... | 819.850 | 451.968 | 1.271.818 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de julio de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|-----------------------------------------|------------------|
| Almería..... | 29.978 |
| Badajoz..... | 900 |
| Coruña (Galicia)..... | 5.179 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra..... | 1.303 |
| Granada-Málaga..... | 18.986 |
| Huelva..... | 8.490 |
| Jaén..... | > |
| Murcia..... | 9.316 |
| Oviedo..... | 5.668 |
| Santander..... | 25.343 |
| Sevilla..... | 9.079 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel..... | 40.972 |
| Vizcaya..... | 133.677 |
| Zaragoza..... | > |
| TOTAL..... | 288.891 |
| Meses anteriores..... | 1.858.271 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 2.147.162 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|-----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona..... | > | 41 | > | > | > |
| Coruña..... | > | > | 331.700 | 155.000 | > |
| Guipúzcoa..... | 969 | 2.323 | > | > | > |
| Oviedo..... | 5.092 | 9.302 | > | > | > |
| Santander..... | 3.755 | 3.828 | > | > | > |
| Sevilla..... | > | > | > | > | > |
| Valencia..... | 9.578 | 8.751 | > | > | > |
| Vizcaya..... | 14.659 | 20.680 | > | > | > |
| TOTAL..... | 34.053 | 44.925 | 331.700 | 155.000 | > |
| Meses anteriores | 305.209 | 357.037 | 9.074.200 | 2.727.900 | 1.648.100 |
| T. A LA FECHA. | 339.262 | 401.962 | 9.405.900 | 2.882.900 | 1.648.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|------------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | > | > |
| Badajoz..... | > | > |
| Barcelona-Lérida..... | 532 | > |
| Ciudad Real..... | > | > |
| Córdoba..... | > | 203 |
| Guipúzcoa..... | 744 | > |
| Murcia..... | 1.254 | > |
| Oviedo..... | > | 665 |
| Santander..... | 7.394 | > |
| TOTAL..... | 9.924 | 868 |
| Meses anteriores..... | 60.694 | 5.236 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 70.618 | 6.104 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL Toneladas | METAL | | | Cáscara de cobre Kgrs. |
|-------------------|----------------------|------------------------|-------------------------|------------------------------|---------------------------|
| | | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | |
| Córdoba.. | > | > | > | 276.158 | > |
| Huelva... | 115.493 | 1.511.200 | > | > | > |
| Murcia... | > | > | > | > | > |
| Oviedo... | > | > | 104.859 | 56.760 | > |
| Sevilla... | 674 | > | > | > | 21.000 |
| TOTAL.. | 116.167 | 1.511.200 | 104.859 | 332.918 | 21.000 |
| Meses anteriores | 1.631.082 | 7.393.215 | 241.428 | 4.408.172 | 108.000 |
| T. FECHA. | 1.797.249 | 8.904.415 | 346.287 | 4.741.090 | 129.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|------------------------------|--------------|
| Huelva..... | 331 |
| Oviedo..... | 131 |
| TOTAL..... | 462 |
| Meses anteriores..... | 5.929 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 6.391 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|---------------|---------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 170 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona ... | 163 | » |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 372 | » |
| Córdoba..... | 2.363 | 2.508 |
| Granada-Málaga..... | 106 | 1.176 |
| Guipúzcoa..... | 73 | 423 |
| Jaén..... | 4.366 | 1.078 |
| Murcia..... | 1.389 | 4.109 |
| Santander..... | 482 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 9.484 | 9.294 |
| Meses anteriores..... | 61.861 | 64.500 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 71.345 | 73.794 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|------------------------------|---------------|
| | Kilogramos |
| Granada-Málaga..... | 545 |
| Jaén..... | » |
| Córdoba..... | 2.228 |
| TOTAL..... | 2.773 |
| Meses anteriores..... | 17.137 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 19.910 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Fallece el Ingeniero Jefe de 2.^a clase D. Antonio Cánovas Campillo.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de agosto de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras

Concesiones mineras tituladas en el mes de agosto de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|--------------|-----------------------------------|--------------------------------------------|-----------------------|------------------------------|--------------------------------------------------------|
| Barcelona.. | La Llacuna..... | Rita..... | Bauxita... | 9 | D. Joaquín Molins Figuera. |
| Idem..... | Idem..... | Francisca..... | Idem..... | 12 | Idem. |
| Idem..... | Santa María de Miralles | María..... | Idem..... | 24 | Idem. |
| Idem..... | Gavá..... | Juanito..... | Hierro... | 76 | D. Mateo Martínez Pernías. |
| Idem..... | Gavá y San Clemente del Llobregat | La Gavarra..... | Idem..... | 73 | Idem. |
| Idem..... | Malgat..... | Gonzalo..... | Idem..... | 227 | D. Juan Moreno Travera. |
| Idem..... | Vacarisas..... | Nenette..... | Petróleo... | 96 | » Juan Padró Rosell. |
| Idem..... | Prat del Llobregat..... | Case Nostra..... | Idem..... | 132 | » José María Mata Julia. |
| Coruña... .. | Boiro..... | 2. ^a Ampliación a Inglaterra.. | Estaño.... | 45 | Sdad. Extranjera de Arosa, S. A. |
| Guipúzcoa.. | Oñate..... | San Lorenzo..... | Hierro.... | 27 | Unión Cerrajera, S. A. |
| Idem..... | Régil..... | San José..... | Idem..... | 33 | D. José Quintana Aras. |
| Idem..... | Oyarzun..... | Penadegui..... | Idem..... | 62 | Minas de Cartes, S. A. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia Aumento a Incensoro | Idem..... | 2,5624 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia a Incensoro. | Idem..... | 2,6950 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Aumento a San Ignacio. | Idem..... | 7 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia a Aritzeta..... | Idem..... | 15,2117 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | «E. (Dem. ^a)» | Idem..... | 12 | Compañía Minera Cantos-Manchega. |
| Idem..... | Idem..... | El Puerto..... | Idem..... | 5 | Sdad. Minero-Metalúrgica Zapata-Portman. |
| Idem..... | Idem..... | Casualidad..... | Idem..... | 80 | D. Santiago Guillén Montoya. |
| Idem..... | La Unión..... | Perin..... | Idem..... | 5 | Sdad. Minero-Metalúrgica Zapata-Portman. |
| Idem..... | Lorca..... | Trinidad..... | Idem..... | 22 | D. Manuel Dorda Mesa. |
| Idem..... | Idem..... | Mi Maruja..... | Idem..... | 12 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | El Pasico..... | Idem..... | 24 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | San Francisco de Asís (Dem. ^a) | Idem..... | 16 | Idem. |
| Idem..... | Mazarrón..... | Idem..... | Idem..... | 16 | D. Anselmo Bañón Martínez. |
| Idem..... | Idem..... | San Luis..... | Idem..... | 10 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Aries (Dem. ^a)..... | Idem..... | 26 | D. Humberto Moche Cancela. |
| Idem..... | La Unión..... | Agua Amarga..... | Plomo.... | 26 | Sdad. Unión Española de Explosivos. |
| Idem..... | Idem..... | Idem..... | Idem..... | 4 | Compañía Minera Bético-Manchega. |
| Orense..... | Beariz..... | Tercera Consuelo..... | Estaño.... | 18 | D. Antonio Garre Rex. |
| Idem..... | Beariz y Avión..... | Carmaña..... | Idem..... | 195 | Idem. |
| Idem..... | Maceda..... | Ramoncito..... | Idem..... | 45 | D. Jerónimo Merino Ajuria. |
| Idem..... | Idem..... | Lucía..... | Idem..... | 44 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Ampliación a Ramoncito..... | Idem..... | 63 | Idem. |
| Idem..... | Irijo..... | La Sultana..... | Idem..... | 10 | D. Amador Mínguez González. |
| Idem..... | Idem..... | Carmaña..... | Pirita arsenical.. | 60 | » Manuel González Barros. |
| Salamanca.. | Barruecopardo..... | Isabel..... | Wolfram.. | 47 | D. David Estape Miguel. |
| Idem..... | Cespedosa de Tormes.. | Felicidad-Catalina..... | Idem..... | 36 | » Manuel García Gómez |
| Idem..... | Idem..... | Peñas Albas..... | Idem..... | 21 | » Juan José García. |
| Teruel..... | Ariño..... | Fénix..... | Tierras aluminosas. | 40 | D. Luis Cucurny Sanmartín. |
| Idem..... | Caude..... | Fleta..... | Salas alcal. sólidas. | 20 | » Vicente Herrero Jarque. |
| Zamora..... | Muelas del Pan y Ricobayo.. | San José..... | Indeterminado | 24 | Sociedad Hispano Portuguesa de Transportes Eléctricos. |

724

725

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero de las provincias de Barcelona, Coruña, Guipúzcoa, Huelva, Murcia, Orense, Salamanca, Teruel y Zamora.

Legislación

MINISTERIO DE TRABAJO

Orden convocando a una Conferencia nacional minera, que habrá de reunirse dentro del mes actual. ("Gaceta" del 1.)

Ilmo. Sr.: A fin de examinar si las circunstancias actuales de orden técnico y económico permiten la implantación rigurosa de la jornada máxima de trabajo determinada para los trabajos subterráneos de las explotaciones mineras por el Decreto del día 1.º del mes actual, o si es absolutamente imprescindible utilizar la autorización del apartado 3.º del artículo 36 del mismo Decreto para aplicar la excepción temporal prevista en el párrafo 3.º del artículo 37, así como cualesquiera otros aspectos económicos de la producción minera en España,

Este Ministerio ha resuelto que se convoque a una Conferencia nacional minera, que habrá de reunirse dentro del próximo mes de agosto y que se constituirá bajo la presidencia de persona libremente nombrada por este Ministerio, con cuatro Vocales técnicos, designados cada uno de ellos por los Ministros de Hacienda, Fomento, Economía y Trabajo y Previsión; siete Vocales, representantes de las Empresas mineras de todas clases, que designará la Asociación de Estudios Sociales y Económicos, y siete Vocales obreros, nombrados por la Federación Nacional de Obreros Mineros de España; designaciones que habrán de hacerse y comunicarse a este Ministerio en el plazo de diez días, a

contar de la publicación en la *Gaceta* de la presente disposición.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 31 de julio de 1931.—*Francisco L. Caballero*.

Señor Director general de Trabajo.

MINISTERIO DE FOMENTO

Personal.

Orden designando a D. Luis de la Peña, Director del Instituto Geológico y Minero de España, y a D. Antonio Marín, Vocal del mismo, para que asistan al Congreso Internacional de Geografía, que se ha de celebrar en París los días 16 al 24 de septiembre próximo. (“Gaceta” del 8.)

Ilmo. Sr.: Vista la comunicación del Director del Instituto Geológico y Minero de España, manifestando que habiendo sido invitado dicho Centro al Congreso Internacional de Geografía, que se ha de celebrar en París los días 16 al 24 de septiembre del presente año, estima conveniente la concurrencia al mismo, a cuyo efecto propone asistan el Director del Instituto Geológico y Minero de España y el Vocal del mismo D. Antonio Marín, acompañando el presupuesto de los gastos que ocasionará este servicio, el cual se considera debidamente redactado y justificado,

Este Ministerio, de acuerdo con el Consejo de Ministros, ha tenido a bien aprobar dicha propuesta, designando a D. Luis de la Peña, Director del Instituto Geológico y Minero de España, y a D. Antonio Marín, Vocal del mismo, para efectuar el mencionado servicio; autorizando, en consecuencia, el libramiento de dicho presupuesto por su importe de 6.395,06 pesetas, a justificar, con cargo al capítulo 9.º, artículo 1.º, concepto 18 del presupuesto vigente.

Lo que de orden del señor Ministro comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 31 de julio de 1931.—*Alvaro de Albornoz*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Orden disponiendo quede constituido en la forma que se indica el Tribunal para las oposiciones a plazas del Cuerpo auxiliar de Minas. (“Gaceta” del 13.)

Ilmo. Sr.: Este Ministerio ha tenido a bien disponer que el Tribunal de examen y calificación de las oposiciones convocadas por Orden ministerial de 4 de mayo del corriente año, para provisión de seis plazas en el Cuerpo auxiliar de Minas, con la categoría de Ayudantes primeros y sueldo anual de 5.000 pesetas; y el de examen y calificación también para los Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas, que constituyen los escalafones de los respectivos Cuerpos, y hayan solicitado ingresar en el de Ayudantes de Minas con arreglo a lo dispuesto en el Decreto de 3 de junio del corriente año, y según orden de convocatoria de fecha 9 del mismo mes, quede constituido de la siguiente forma:

Presidente.—D. Matías Ibraan Cónsul, Ingeniero Jefe de segunda clase del Cuerpo de Minas y Secretario del Consejo de Minería.

Vocales.—D. José Antonio López Mateos y Coello, don Rafael Velarde y Medina y D. Juan Jesús Inciarte Córdoba.

Secretario.—D. Joaquín Chinchilla y Domínguez, Ayudante mayor de cuarta clase del Cuerpo de Ayudantes de Minas.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 10 de agosto de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Decreto aprobando y ratificando, con carácter de Ley, dos decretos de 11 de junio. ("Gaceta" del 15.)

En virtud de acuerdo del Gobierno de la República, como Presidente del mismo,

Vengo en autorizar al Ministro de Fomento para presentar a las Cortes Constituyentes un proyecto de Ley convalidando los Decretos de carácter orgánico dictados por el referido Departamento, a partir de la fecha de 15 de abril del presente año.

Dado en Madrid a trece de agosto de mil novecientos treinta y uno.—*Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

PROYECTO DE LEY

Artículo único. Se aprueban y ratifican, con carácter de Ley, desde el momento de su respectiva vigencia como Decretos, los que a continuación se relacionan, dictados por la Presidencia del Gobierno provisional de la República, a propuesta del Ministro de Fomento:

Dos Decretos de 11 de junio:

A) Anulando el Real decreto-ley de 7 de septiembre de 1929, declaratorio del derecho del Estado para reservarse terrenos en que se hallen enclavados yacimientos minerales que ofrezcan especial interés y cederlos como concesión minera especial, y el Real decreto de 27 de diciembre de 1929, que otorgó a D. Ildefonso González Fierros, como concesión minera especial, el subsuelo correspondiente a la zona potásica de Cataluña, reservado al Estado por el Real decreto de 1.º de octubre de 1914. Quedan restablecidos en todo su vigor este precepto y la ley de Sales potásicas de 24 de julio de 1918, que regulaban la reserva de terrenos a favor del Estado y su intervención en determinadas explotaciones.

B) Declarando incluido en el grupo *d)* de los señalados en el Decreto del Gobierno provisional de la República de 15 de abril último los Reales decretos de 28 de mayo de 1927, de 9 de marzo de 1928 y demás disposiciones complementarias, hasta que el precio del plomo en el mercado internacional permita su derogación. Se modifican: el Real decreto de 28 de mayo de 1927, para permitir el ingreso en los Sindicatos a todas las minas productoras de mineral que siendo explotadas por entidades españolas no fundidoras así lo soliciten, y la Real orden comunicada de 27 de agosto de 1928 dando normas para la fijación de primas a favor de los explotadores adheridos a los Sindicatos, previo dictamen sobre el caso de una Comisión que a tal efecto se designa, y se deroga parcialmente la Real orden de 29 de enero de 1930, que interpreta la base séptima del Real decreto de 28 de mayo de 1927, en relación con el anticipo recibido del Estado por los Sindicatos. Se declara que los tres millones de pesetas puestos por aquél a disposición de dichos Sindicatos queda en concepto de anticipo reintegrable.

DIRECCIÓN GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Autorizando a los Jefes de los distintos Servicios de Minas, dependientes de este Ministerio, para conceder el permiso que se indica al personal subalterno de Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas. ("Gaceta" del 21.)

Ilmo. Sr.: Este Ministerio se ha servido disponer que los Jefes de los diversos Servicios de Minas dependientes del mismo queden autorizados para conceder permiso al personal subalterno de Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas que tengan a sus órdenes y que hayan presentado instancia solicitando tomar parte en los exá-

menes convocados en la *Gaceta* de 10 de junio del corriente año para ingresar en el Cuerpo de Ayudantes de Minas, a partir de la publicación en la *Gaceta* de esta disposición y por el tiempo que duren dichos exámenes.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 19 de agosto de 1931.—El Subsecretario, *F. Gordón y Ordás*.

A los Ingenieros Jefes de los Servicios de Minas y Ordenador de Pagos por Obligaciones de este Ministerio.

Orden disponiendo se tengan en cuenta las normas que se publican para la provisión de destinos en el Cuerpo de Ingenieros de Minas y para los ascensos de Ingenieros subalternos a Jefes y de esta categoría a Inspectores. ("Gaceta" del 26.)

Ilmo. Sr.: La Orden de este Ministerio, fecha 11 de abril de 1930, publicada en la *Gaceta de Madrid* del día 15 del propio mes, por la que se hacía extensiva al Cuerpo de Minas y a los Auxiliares del mismo la parte preceptiva de la Orden núm. 76 de 25 de marzo próximo pasado, publicada en la *Gaceta* del día 1.º de abril siguiente y en la que se dictaban normas para la provisión de destinos y para los ascensos de los Ingenieros subalternos a Ingenieros Jefes y de esta categoría a la de Inspectores, disponía quedase en vigor para la provisión de destinos en el referido Cuerpo la legislación vigente en 21 de septiembre de 1923, dejando de este modo algo al arbitrio y sin normas tal cuestión y estimándose conveniente regularizar los movimientos de personal que en lo sucesivo ocurran,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que, a partir de la publicación de la presente en la *Gaceta de Madrid*, sean tenidas en cuenta para la provisión de destinos en el Cuerpo de Ingenieros de Minas y para los ascensos de In-



genieros subalternos a Jefes y de esta categoría a Inspectores, las siguientes normas:

1.^a Las vacantes de Ingenieros Jefes y subalternos del Cuerpo de Ingenieros de Minas se proveerán por rigurosa antigüedad del Escalafón entre los solicitantes que pertenezcan a la categoría respectiva.

2.^a La norma anterior tendrá las siguientes excepciones:

a) Los Ingenieros Jefes del Ministerio de Fomento y del Consejo de Minería serán designados por el Ministerio de Fomento de las ternas propuestas por el Consejo de Minería. Los Ingenieros designados para estos servicios deberán haber cumplido cuatro años de servicios en los Distritos mineros.

b) Las vacantes que ocurran en el Instituto Geológico y Minero de España y Escuela Especial de Ingenieros de Minas se proveerán con arreglo a lo dispuesto en sus respectivos Reglamentos.

c) Las vacantes que ocurran en las Escuelas de Capacitacion podrán solicitarse indistintamente por Ingenieros Jefes o Ingenieros subalternos.

d) Cuando un Ingeniero cese en un cargo por reducción de plantilla, reorganización del servicio o disolución del Centro, cualquiera que fuere el Ministerio en que preste sus servicios, tendrá derecho preferente a ocupar la primera vacante de su categoría que solicite, y si se restablece la plaza volver a ocuparla.

3.^a Cuando para una vacante no haya solicitantes será destinado a ella el Ingeniero aun no destinado a quien hubiere correspondido últimamente el ingreso el día final del plazo de solicitudes, supuesto realizado todo el correspondiente movimiento de personal para evitar perjuicios a tercero.

4.^a Los ceses por reducción de plantilla o reorganización del servicio corresponderán siempre a los Ingenieros

más modernos de los destinados a la Dependencia a que afecte.

5.^a Sólo podrán ser separados los Ingenieros de Minas a petición propia o como resultado de expediente.

6.^a Los ascensos serán por rigurosa antigüedad, siendo preciso para ascender de subalterno a Jefe dos años de servicios al Estado, y para ascender de Jefe a Inspector asimismo dos años, entendiéndose como tales servicios al Estado, no sólo los de los servicios directo o indirecto, sino los que la Ley reconozca como tales. En uno u otro caso procederá declaración de aptitud por la Sección de Personal del Consejo de Minería, el cual podrá proponer la oposición de veto, en cuyo caso habrá de ser visto el asunto por el Pleno de dicho Consejo de Minería, quien dictará resolución por mayoría absoluta después de oír al interesado y practicar las diligencias que éste reclame o aquél aconseje pertinentes.

7.^a El Consejo de Minería establecerá el cuadro de incompatibilidades y estará encargado de aplicarlas en la provisión de Jefaturas, oyendo al interesado y a la Asociación donde radiquen los servicios que motiven la incompatibilidad.

Para los subalternos el Jefe del servicio aplicará estas mismas normas de incompatibilidades.

8.^a Cuando se produzcan las vacantes se publicarán en la *Gaceta de Madrid* con un plazo para la presentación de solicitudes de veinte días hábiles y antes del último de cada mes estarán cubiertas todas las vacantes del anterior.

Ningún Ingeniero podrá obtener vacantes a que no tuviera derecho en el momento de producirse.

No podrá solicitar ninguna vacante por los procedimientos que se especifican en estas normas ningún Ingeniero que se encuentre sujeto a instrucción de expediente hasta tanto que sobre el mismo se haya dictado resolución y ésta no implique la prohibición de ejercer el derecho de petición.

9.^a El Gobierno, con los informes de la Asociación de Ingenieros de Minas y el de los elementos que juzgue pertinentes, redactará un proyecto de Reglamento en el que estarán incluidas estas normas y que será el único Cuerpo legal que regule los derechos y deberes relativos al servicio de los Ingenieros de Minas.

10. El Ingeniero que ingrese o reingrese en el Cuerpo se supone que solicita todas las plazas vacantes de su categoría en la fecha de su ingreso o reingreso.

11. Los Ingenieros de las minas de Almadén y Arroyanes podrán solicitar el reingreso sin haber cesado en el puesto que ocupen en esas minas.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 21 de agosto de 1931.—*Alvaro de Albornoz*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Decreto desestimando petición formulada por D. Juan J. Olarzabal, dueño de la fábrica de cemento "Olarzabal y Compañía". ("Gaceta" del 27.)

Visto el expediente incoado en 25 de febrero de 1929 por D. Juan J. de Olarzabal, dueño de la fábrica de cemento «Olarzabal y Compañía», sita en Irún (Guipúzcoa), solicitando le sean otorgados los beneficios concedidos por el Real decreto de 1.º de abril de 1927 a los actuales explotadores de substancias minerales de la primera sección definida en el artículo 2.º del Decreto ley de Bases de 1.º de diciembre de 1868, que reúnan las condiciones y se sometan a las prescripciones establecidas en el citado Real decreto, para la expropiación de unas parcelas de terrenos, de la propiedad de D.^a Josefa Ayestarán, viuda de Elgorriaga, y D.^a Juana Arizmendi, de las cuales extrae en la actualidad la piedra caliza necesaria para la industria, y en cuyo expediente resulta: que el peticionario presentó acta nota-

rial en que consta la no avenencia con las propietarias de los terrenos, así como Memoria, planos y presupuesto, suscritos por el Ingeniero de Minas D. Emilio de Jorge:

Vistos los informes emitidos por la Jefatura del Distrito minero de Guipúzcoa, Consejo de Minería y Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas:

Considerando:

1.º Que el propósito que aconsejó la promulgación del Real decreto de 1.º de abril de 1927, según se desprende de su preámbulo, en el caso de industrias ya establecidas, fué el de concederlas los beneficios de la ley de Expropiación forzosa cuando, «bien por accidentes geológicos, bien por variaciones imprevistas en la composición o naturaleza de los yacimientos minerales que sirvieron de base al establecimiento de aquéllas, necesiten para su ulterior desenvolvimiento la adquisición de nuevos terrenos que contengan minerales en cantidad y calidad adecuadas», cosa que no puede decirse ocurra en el caso presente, toda vez que la fábrica de los Sres. Olarzábal y Compañía venía utilizando desde el año 1912 caliza procedente de la cantera de doña Josefa Ayestarán, quien la explotaba por su cuenta y la vendía a dicha fábrica al precio de 0,65 pesetas los 2.800 kilogramos, sin que conste en el expediente cuáles fueron los yacimientos que sirvieron de base al establecimiento de la industria, y que seguramente no habrán sido los que ahora se trata de expropiar, toda vez que la fábrica viene funcionando desde 1902, aunque lo fueran, sería muy dudoso el derecho de los Sres. Olarzábal a su expropiación, puesto que la base a que se refiere el preámbulo del Real decreto ha de ser indudablemente la posesión, por parte de las fábricas, de terrenos donde existan las primeras materias que aprovechan, o cuando menos la existencia de contratos con los propietarios de aquéllos, formalizados de manera que puedan considerarse, en efecto, como basésólida de la industria.

2.º Que ni aun en las canteras de D.^a Josefa Ayestarán consta que hayan ocurrido aquellos accidentes geológicos ni variaciones en su composición que justificarían la aplicación del Real decreto para la adquisición de nuevos terrenos necesarios para la marcha de la fábrica de los señores Olarzábal y Compañía, siendo la razón alegada por éstos en pro de su petición la de que unas veces el suministro de piedra era insuficiente y otras deficiente su calidad, lo que parece probar que ni aun existía un contrato que garantizara a dichos señores la marcha normal de la fábrica.

3.º Que los preceptos de la ley de Expropiación forzosa tienen su aplicación cuando se trata de enajenar un terreno, pero no para adquirir los productos del mismo, y constando en el acta notarial que figura en este expediente que las propietarias D.^a Josefa Ayestarán y D.^a Juana Arizmendi fueron requeridas para que cediesen a la Sociedad Olarzábal y Compañía las canteras de su propiedad mediante el canon de 0,50 pesetas por metro cúbico de piedra, sin que, como dicen las interesadas, ni siquiera se les fijara un mínimo anual de renta a sus respectivos terrenos, no puede estimarse intentada en forma la avenencia.

4.º Que en cuanto a la importancia de la industria que el Real decreto de 1.º de abril de 1927 exige para que puedan otorgarse sus beneficios, no puede admitirse sea suficiente a justificar la concesión en este caso, toda vez que una producción de 1.678 toneladas anuales, y aun la de 3.750 toneladas que considera el peticionario como normal, representa un tanto por ciento muy pequeño en la producción total de la provincia, que alcanzó en 1927 la cifra de 38.000 toneladas de cemento natural y 74.000 de cemento portland, siendo en el mismo año la producción total de España de toneladas 1.500.000 aproximadamente.

El Presidente del Gobierno de la República, de acuerdo con el Consejo de Ministros y a propuesta del de Fomento,

Viene en decretar lo siguiente:

Se desestima la petición formulada por D. Juan J. de Olarzabal en cuanto a la concesión de los beneficios otorgados por Real decreto de 1.º de abril de 1927 para la explotación de unas canteras sitas en Irún (Guipúzcoa).

Dado en Madrid a veinticinco de agosto de mil novecientos treinta y uno.—*Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.— El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

Decreto dictando reglas relativas al funcionamiento de los Sindicatos mineros de Linares-La Carolina y Cartagena-Mazarrón. ("Gaceta" del 27.)

El Decreto de 11 de junio último, relativo a la revisión de la obra legislativa de la Dictadura en cuanto afecta a la constitución y funcionamiento de los Sindicatos mineros de Linares-La Carolina y de Cartagena-Mazarrón y del Consorcio del Plomo en España, dispone en su artículo 5.º que para proponer las modificaciones a establecer en el régimen de primas, con cargo al fondo regulador del Consorcio del Plomo a favor de los explotadores de minas adheridos a los Sindicatos, así como para investigar las actuaciones anteriores, se nombrará una Comisión integrada por un Inspector general de Minas, un Ingeniero del mismo Cuerpo, un Ayudante facultativo de Minas y un obrero minero distinto en cada una de las localidades en que actúe la Comisión.

Designada ésta sin pérdida de tiempo, ha cumplido ya con el mayor celo y acierto la primera de las misiones que le fueron encomendadas, proponiendo en el régimen del reparto de las primas ciertas modificaciones inspiradas en el justo criterio de que participen de ellas los verdaderos explotadores del mineral, cuales son los denominados sacageneristas en Linares y partidarios o cortadores en Cartagena, obreros que con contrato o sin él son los que arran-

can el mineral, modificaciones que han merecido la aprobación de la Superioridad.

En su virtud, como Presidente del Gobierno de la República y a propuesta del Ministro de Fomento,

Vengo en decretar lo siguiente:

Artículo 1.º Se amplía la base primera del Real decreto-ley de 28 de mayo de 1927 estableciéndose que podrán formar parte de uno u otro de los Sindicatos mineros de Linares-La Carolina y de Cartagena-Mazarrón los explotadores de tercios mineros que posean contratos acreditativos de sus derechos, aceptando como tales las pólizas de liquidación en los casos que no hubiese contrato escrito, con la salvedad de que se considerará que disponen libremente de los minerales, aunque estén obligados a entregarlos al propietario o arrendatario de las minas en que trabajen.

Art. 2.º Para la percepción de primas se entenderá por *explotadores de tercios mineros* los que además de tener el contrato a que se hace referencia en el artículo anterior, presten su trabajo manual en el campo de explotación que les esté asignado. Estos explotadores son los que en la región de Linares-La Carolina designan con el nombre de *sacageneristas* y en la de Cartagena-Mazarrón con el de *cortadores*.

Art. 3.º En lo sucesivo los contratos se harán por escrito; pero si en casos excepcionales fueran verbales, justificarán su existencia y condiciones las pólizas de liquidación mensual, completadas con la declaración de las partes e información testifical, en su caso, ante la representación del Estado en el Sindicato respectivo.

Art. 4.º En todo contrato se harán constar las siguientes condiciones:

a) Duración del contrato, que no será inferior a un año, a contar de la fecha de la primera producción, o sea que no se computará el tiempo ocupado en la preparación del tercio o zona de explotación objeto del contrato.

El contrato será prorrogado por igual plazo a petición del sacagenerista o cortador, sin que desde este momento tenga otro auxilio que el que le corresponda por beneficios del Consorcio.

b) La zona minera del contrato quedará delimitada exactamente de modo que en el distrito de Linares-La Carolina no sea inferior a 1.500 metros cuadrados y en el de Cartagena-Mazarrón en la forma que acuerden las partes con intervención de la Comisión técnica.

c) El canon que pagará el sacagenerista o cortador no excederá del 20 por 100 del mineral limpio obtenido en su labor.

d) El propietario o arrendatario de la mina se obligará a suministrar cuantos elementos de trabajo posea en almacén y necesite el sacagenerista o cortador para su labor, al precio de coste en plaza, pudiendo recargarlo por transporte y mermas, con el dos y medio por ciento de su valor. En cuanto a los demás servicios prestados, como desagüe, extracción y perforación, se señalará su cuantía de común acuerdo entre las partes, debiendo obtener la aprobación de la Comisión técnica. Los referentes al personal técnico administrativo que tenga el propietario o arrendatario al frente de la mina quedan excluidos por considerarse satisfechos con el importe del canon precio del arriendo.

A falta de surtido en almacén, el sacagenerista o cortador podrán comprar por sí, obligándose a presentar la factura al arrendatario o propietario para la inclusión en los gastos de su liquidación mensual.

Art. 5.º Los propietarios o arrendatarios de minas sindicadas que tengan contratada alguna labor a sacageneristas o cortadores estarán obligados:

a) A tomar nota, diariamente, de los jornales que correspondan a cada uno, extendiendo las listas de jornales respectivos y fijando en ellos la cuantía de estos jornales con arreglo a los tipos habituales de la mina de que se

trate. Esto no exime al cortador o sacagenerista de llevar por sí la lista de su personal.

b) A vigilar los trabajos dados a contrato, como si fuesen realizados por administración para evitar todo abuso que pueda redundar en encarecimiento de la mano de obra o falta de seguridad.

c) A dar cuenta a la Comisión técnica de las faltas que observen respecto a lo anteriormente consignado.

d) A enviar, mensualmente, al Sindicato respectivo de productores de plomo, dentro de las fechas que la Comisión técnica determine, las listas de jornales correspondientes a cada contrato, así como las pólizas de las liquidaciones respectivas en las que se acredite el mineral obtenido, el canon percibido y el importe de los materiales y demás gastos inherentes al contratista, a fin de que dichos documentos sirvan de base para fijar las primas correspondientes.

Para fijar estas primas será indispensable que, tanto las listas de jornales como las pólizas, estén autorizadas con la firma de ambos contratantes.

La falta de exactitud en los datos aportados privará del derecho a prima.

Art. 6.º Todo sacagenerista o cortador que aspire a recibir prima estará obligado:

a) A adquirir del almacén de la mina cuantos materiales, herramientas y efectos necesite para su labor, de acuerdo con lo dispuesto en el apartado d) del artículo 4.º

b) A abonar los jornales de sus obreros con sujeción estricta a lo que aparezca consignado en las listas de jornales intervenidas por el propietario o arrendatario.

c) A entregar mensualmente el mineral que produzca.

d) A efectuar con regularidad la extracción de sus tierras ricas y concentrar el mineral que contengan a fin de que no queden acumuladas, indebidamente, en el interior o exterior de la mina.

e) A acatar la intervención del propietario o arrendatario en armonía con lo establecido en lo que precede, así como las órdenes de la Comisión técnica.

Art. 7.º La fijación de las primas se hará por la Comisión técnica como actualmente, salvo que a los sacageneristas o cortadores no se sumará al cociente de dividir los gastos por el tonelaje de mineral producido la cantidad que se viene abonando a los propietarios o arrendatarios por concepto de amortización de maquinaria e instalaciones.

Art. 8.º Al fin de ampliar la sindicación a minas que pueden ser explotadas actualmente y no lo son por no reunir las condiciones exigidas en los actuales Reglamentos, se autoriza a los Sindicatos de Linares-La Carolina y Cartagena-Mazarrón para que admitan la sindicación de aquellas que estén arrendadas a súbditos o entidades nacionales por documento público cuya fecha sea anterior al 11 de junio de 1931, aunque la propiedad pertenezca a Sociedades fundidoras o extranjeras.

Art. 9.º A partir del 1.º de junio de 1931, los Sindicatos de productores de plomo abrirán una cuenta a cada uno de los beneficiarios de las primas, en previsión de que pudieran llegar a obtener utilidades en la explotación. En su *debe* se anotarán las primas recibidas y en su *haber* se consignará el 25 por 100 de los beneficios que obtengan, cuya cantidad será retenida por el Sindicato para abonarla en la cuenta corriente del fondo regulador en el Consorcio del Plomo, liquidándose estas cuentas con fecha 31 de diciembre de cada año. Si hubiese déficit en su liquidación, se jugará con los beneficios del Consorcio correspondientes al mismo ejercicio.

Art. 10. Todos los lavaderos de escombreras y residuos del lavado de minerales en minas, estén o no sindicadas o consorciadas, tendrán derecho a sindicarse como productores de mineral y a la percepción de los beneficios corres-

pondientes del Consorcio del Plomo en España, considerándoles incluidos entre las entidades que señala el penúltimo párrafo del artículo 43 del Reglamento para el régimen de dicho Consorcio.

Los contratos existentes en la fecha de la publicación de este Decreto, serán respetados íntegramente y los que se estipulen en lo sucesivo no podrán ser gravados en concepto de canon ni otros gastos con más de un 20 por 100 del mineral obtenido.

Art. 11. En toda mina cuyos sacageneristas, cortadores o terreristas estén sindicados, elegirán de su seno un representante que será asesor de la Comisión técnica, aportando cuantos antecedentes estime oportunos para el mejor desempeño de la misión de ésta.

Art. 12. Contra los acuerdos de la Comisión técnica podrán recurrir los que se consideren perjudicados, ante el Director general de Minas y Combustibles, dentro de los quince días a contar de la fecha de fijación de las primas respectivas.

Art. 13. Quedan subsistentes, en cuanto no se opongan a lo dispuesto en los artículos anteriores, los preceptos de la Real orden de 27 de agosto de 1928 estableciendo normas acerca del modo en que deberán fijarse las primas a favor de los explotadores de minas adheridas a los Sindicatos Mineros Oficiales de Linares-La Carolina y de Cartagena-Mazarrón.

Dado en Madrid a veinticinco de agosto de mil novecientos treinta y uno.—*Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—
El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

Decreto derogando el Real decreto de 16 de agosto de 1930 disponiendo que los mineros no podrán, sin autorización especial, disponer de las aguas que alumbren de sus minas más que para las necesidades del laboreo. ("Gaceta" del 27.)

En aplicación de lo que dispone el artículo 1.º del Real decreto de la Presidencia, fecha 15 de abril último, de conformidad con el informe de la Comisión designada para revisar la obra de la Dictadura en lo que al ramo de Minas se refiere y a propuesta del Ministro de Fomento,

El Gobierno de la República decreta:

Artículo único. Queda derogado el Real decreto de 16 de agosto de 1930 disponiendo que los mineros no podrán, sin autorización especial, disponer de las aguas que alumbren de sus minas más que para las necesidades del laboreo de sus concesiones por estar en pugna con el espíritu del Decreto-ley de Bases de 29 de diciembre de 1868 y la ley de Aguas en vigor.

Dado en Madrid a veinticinco de agosto de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno de la República, *Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

Decreto derogando el de 4 de enero de 1929 sobre provisión de vacantes de Profesores en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, restableciendo en todo su vigor el Reglamento de dicho Centro. ("Gaceta" del 27.)

En aplicación de lo que dispone el artículo 1.º del Decreto de la Presidencia, fecha 15 de abril último, de conformidad con el informe de la Comisión designada para

revisar la obra de la Dictadura en lo que al ramo de Minas se refiere y a propuesta del Ministerio de Fomento,

El Gobierno de la República decreta:

Artículo único. Queda derogado el Decreto de 4 de enero de 1929 sobre provisión de vacantes de Profesores en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, restableciendo en todo su vigor el Reglamento de dicho Centro.

Dado en Madrid a veinticinco de agosto de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno de la República, *Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

Decreto disponiendo que en lo sucesivo ningún Ingeniero de Minas podrá obtener el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas y dictando normas para el reingreso en el servicio activo en el Cuerpo Nacional de Ingenieros de Minas. ("Gaceta" del 28.)

El Real decreto de 3 de noviembre de 1911 dispone que las vacantes del Cuerpo de Ayudantes de Minas se provean, previo anuncio en la *Gaceta*, entre Ingenieros de Minas que tengan derecho a ingreso en el Escalafón de su Cuerpo. Esta facultad supone realmente una interferencia y una limitación en el derecho a ingreso de los Capataces facultativos, obstrucción que a veces llega a tener los caracteres de total e ilimitada; total, porque todas las vacantes producidas en el Escalafón de Ayudantes de Minas pueden ser ocupadas por Ingenieros; ilimitada, pues se ha dado el caso reiteradamente que Ingenieros que ocupaban plazas en el Cuerpo de Ayudantes, al corresponderles ingresar en su Escalafón, renunciaban tácitamente a este derecho, para lo cual era suficiente no presentar un mes antes de producirse la vacante la instancia en que reglamentariamente debe solicitarse y, en consecuencia, quedaban en situación de supernumerarios como Ingenieros

continuando en el Escalafón de Ayudantes y convirtiéndose en definitiva, a voluntad del interesado, la permanencia en un Cuerpo que no es su titular facultativamente.

Esta restricción, que merma continua e integralmente la posibilidad de ingreso en el Cuerpo de Ayudantes a los que tengan el título de Capataz facultativo, debe desaparecer en razonado principio de derecho y equidad y anularse la facultad concedida a los Ingenieros de Minas por el Decreto de 3 de noviembre de 1911, lo que en definitiva no significará más que darle una realidad completa y eficaz al Decreto de 17 de junio de 1925 (*Gaceta* del 18), que establece que en lo sucesivo las referidas plazas del Escalafón de Ayudantes serán cubiertas por oposición entre Capataces de Minas.

A propuesta del Ministro de Fomento y como Presidente del Gobierno,

Vengo en decretar lo siguiente:

1.º Que en lo sucesivo ningún Ingeniero de Minas podrá obtener el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas.

2.º Que a fin de facilitar el reingreso en el servicio activo en el Cuerpo Nacional de Ingenieros de Minas a los que en la actualidad se encuentran en la situación de supernumerarios y prestan servicio en activo en el de Ayudantes, se crea un turno especial de reingreso alternando con los de ascenso y reingreso reglamentarios, y en el que irán ingresando por el orden de antigüedad con que figuren en el Escalafón de Ingenieros de Minas los Ingenieros que presten su servicio en la actualidad como tales Ayudantes; caso de que en la categoría donde se produzca la vacante no existiese ningún Ingeniero en las referidas condiciones, se efectuará la correspondiente corrida de escala hasta llegar a aquella en que exista uno que reúna dichas condiciones, sin que para ello sea preciso que el interesado haya formulado petición de reingreso, no pudiendo, por tanto, al corresponderle, dejar pasar este derecho.

El orden de los turnos para la provisión de las vacantes que en el Cuerpo Nacional de Ingenieros de Minas se produzcan, y en tanto exista personal de esta clase que preste servicios como Ayudantes, será el siguiente: 1.º De reingreso especial para Ingenieros de Minas que presten servicio en activo como Ayudantes. 2.º y 3.º De ascenso y reingreso en la forma establecida por las disposiciones vigentes.

3.º Los Ingenieros de Minas que figuren como supernumerarios en el Escalafón del Cuerpo de Ayudantes de Minas cesarán en el mismo a partir de la fecha de la publicación en la *Gaceta* de esta disposición.

Dado en Madrid a veintisiete de agosto de mil novecientos treinta y uno.—*Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—
El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayo y caracterización de los aceites y grasas industriales, por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villégas (continuación)</i> | 683 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de julio de 1931 | 716 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a julio de 1931 | 719 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a julio de 1931 | 719 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de julio de 1931 | 720 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal | 723 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de agosto de 1931 | 724 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de Trabajo. — Orden convocando a una Conferencia nacional minera, que habrá de reunirse dentro del mes actual | 727 |

Ministerio de Fomento.—Personal.—Orden designando a D. Luis de la Peña, Director del Instituto Geológico y Minero de España, y a D. Antonio Marín, Vocal del mismo, para que asistan al Congreso Internacional de Geografía, que se ha de celebrar en París los días 16 al 24 de septiembre próximo..... 728

Orden disponiendo quede constituido en la forma que se indica el Tribunal para las oposiciones a plazas del Cuerpo auxiliar de Minas..... 729

Decreto aprobando y ratificando, con carácter de Ley, dos decretos de 11 de junio..... 730

Dirección general de Minas y Combustibles.—Autorizando a los Jefes de los distintos Servicios de Minas, dependientes de este Ministerio, para conceder el permiso que se indica al personal subalterno de Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas.. 731

Orden disponiendo se tengan en cuenta las normas que se publican para la provisión de destinos en el Cuerpo de Ingenieros de Minas y para los ascensos de Ingenieros subalternos a Jefes y de esta categoría a Inspectores..... 732

Decreto desestimando petición formulada por D. Juan J. Olarzabal, dueño de la fábrica de cemento «Olarzabal y Compañía»..... 735

Decreto dictando reglas relativas al funcionamiento de los Sindicatos Mineros de Linares-La Carolina y Cartagena-Mazarrón..... 738

Decreto derogando el Real decreto de 16 de agosto de 1930 disponiendo que los mineros no podrán, sin autorización especial, disponer de las aguas que alumbren de sus minas más que para las necesidades del laboreo..... 744

Decreto derogando el de 4 de enero de 1929 sobre provisión de vacantes de Profesores en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, restableciendo en todo su vigor el Reglamento de dicho Centro..... 744

Decreto disponiendo que en lo sucesivo ningún Ingeniero de Minas podrá obtener el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas y dictando normas para el reingreso en el servicio activo en el Cuerpo Nacional de Ingenieros de Minas..... 745

**Boletín Oficial de Minas, Metalurgia
y Combustibles**



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE

ENSAYO Y CARACTERIZACION DE ACEITES
Y GRASAS INDUSTRIALES

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. LUIS TORÓN VILLEGAS

(Continuación)

SEGUNDA PARTE

LUBRIFICANTES

CAPITULO PRIMERO

GENERALIDADES SOBRE SUS CLASES Y PROCEDENCIAS

1. Clasificación de los lubricantes grasos.
2. Lubrificantes derivados de los petróleos.
3. Lubrificantes derivados de las pizarras.
4. Lubrificantes de origen animal y vegetal.
5. Lubrificantes preparados.

* * *

Como es bien sabido, se da el nombre de *lubrificantes* a cuerpos flúidos, capaces de formar, entre dos superficies que resbalen una sobre la otra, una capa de suficiente espesor para substituir el rozamiento de sólido sobre sólido

por el de líquido sobre líquido. La casi totalidad de estos cuerpos son materias grasas y ellas van a constituir el objeto de nuestro estudio.

1. Clasificación de los lubricantes grasos.—Como ya hemos dicho al principio de esta Memoria, los aceites y grasas de engrase proceden, como derivados directos, de diversas sustancias minerales. Así hemos de diferenciar los derivados del petróleo, los de las pizarras bituminosas, los de los lignitos destilados a baja temperatura y finalmente los derivados de los lignitos térreos (*braunkohle* de los alemanes); en cuanto a los derivados de la destilación de las hullas, su calidad no los hace aptos para el engrase, salvo en algunos casos especiales en que, por necesitarse un aceite de engrasar barato, para ser empleado en lugares en los que no sea preciso un buen lubricante, pueden emplearse, sobre todo para salvar la falta de engrase de calidad mejor.

Además de los lubricantes derivados de sustancias minerales se emplean también, aunque cada vez en menor proporción, los aceites y grasas de origen animal o vegetal.

2. Lubrificantes derivados de los petróleos.—Muy grandes son las diferencias existentes entre los diversos petróleos producidos en el mundo y, a consecuencia de lo mismo, existe también una gran variedad en los lubricantes de ellos obtenidos. Por ello, y con el objeto de fijar las ideas, creemos de interés una ligera enumeración de los diversos petróleos.

No es posible hallar dos petróleos que coincidan en absoluto en composición, pues, siendo ésta tan compleja como es bien sabido, es materialmente imposible hallar una coincidencia exacta entre las proporciones existentes de los numerosos constituyentes. Sin embargo, dentro de cier-

tos límites, podemos hacer de ellos dos grandes grupos, cuyo carácter distintivo sea la proporción de parafina que contengan y por ello los grupos se designan como:

- a) Aceites ricos en parafina.
- b) Aceites pobres o aun libres de parafina.

En el primer grupo incluimos aquellos petróleos que contienen un porcentaje elevado de parafina, que varía entre 3 y 12 por 100 y que los hace aptos para ser empleados en la producción de dicha sustancia. Estos petróleos son ligeros, dando un rendimiento reducido en bencina y obteniéndose de ellos lubricantes que tienen un punto de solidificación elevado, por lo que no son utilizables en lugares en los que los mecanismos engrasados deben sufrir temperaturas bajas. A este grupo pertenecen muchos de los petróleos americanos, tales como los de la región Apalachiana, los de Oklahoma y Kansas; los asiáticos de Sonda, India inglesa e Isla de Tscheleken; algunos rumanos, como los de Glodeni, Policiori y parte de Campina; los de Boryslaw-Tustanowice, Mraznica y Schodnica en Galitzia; el de Grosny en Rusia y el de Pechelbronn en Alsacia.

En cuanto al segundo grupo, constituido por los petróleos en los que el porcentaje de parafina es inferior al 1 por 100, que son pesados, ricos en bencina y naftenos y a los que su débil contenido en parafina hace aptos para la obtención de lubricantes, resistentes sin solidificarse a temperaturas bajas, pertenecen, entre otros, los petróleos de Texas, Luisiana, California y Méjico, en América; algunos tipos de las Islas de la Sonda; la mayoría de los petróleos rusos, como los de Balachany, Ssurachany, Bibi Eibat y Maikop; los rumanos de Bustenari, Mareni y parte de Campina; los de Rogi, Krosno, Potok, Harklowa, Kleinkowa, etcétera, de la Galitzia Occidental, así como los de Urycz y Bitkow en la Galitzia Oriental y los de Hannóver en Alemania.

Las calidades de los lubricantes derivados del petró-

leo, no sólo dependen de la variedad de éste de que procedan, sino también del procedimiento empleado en su obtención, pues según que la destilación se realice por el método ordinario, en el cual los lubricantes se obtienen del tratamiento ulterior de los residuos, obtenidos después de recoger todas las variedades de aceites combustibles, o que se lleve desde el principio encaminada a la obtención de los lubricantes, según que se opere con los residuos americanos o con el *astatki* o *mazout ruso*, los productos obtenidos difieren considerablemente en composición y propiedades, así como en el objeto a que han de ser destinados. No siendo posible detenernos en el estudio de los métodos de fabricación, lo que no responde al objeto de esta Memoria, nos limitaremos a dar una lista de los principales lubricantes obtenidos de los petróleos, siguiendo en ello la nomenclatura inglesa, que presenta la ventaja de englobar tanto las nomenclaturas americanas como las rusas y refiriéndonos sólo a aceites, es decir, a productos líquidos a la temperatura ordinaria.

Según dicha nomenclatura, los principales aceites de engrase, derivados de los petróleos, son los siguientes:

1.º *Aceites de vaselina*.—Son muy fluidos y casi sin color, empleándose para el engrase de mecanismos delicados y también para la producción de vaselina artificial.

2.º *Aceites para compresores y máquinas refrigeradoras*.—Muy fluidos y de color claro, siendo su propiedad característica la de no solidificarse sino a temperaturas muy bajas (alrededor de — 20 grados).

3.º *Spindle oil*.—Fluido y claro de color, que se emplea para el engrase de maquinaria textil, centrifugas, turbinas, máquinas de vapor de alta velocidad, bicicletas y máquinas de coser.

4.º *Aceite de máquinas ligero*.—Es un aceite algo espeso, que se emplea para el engrase de ejes ligeros, dinamos,

electromotores, centrifugas, ventiladores y maquinaria agrícola.

5.º *Aceite de máquinas pesado*.—Muy espeso, que se emplea para el engrase de grandes ejes que soporten cargas considerables.

6.º *Aceite de motores y aceite de cilindros de automóviles*.—Empleados en motores Diessel, cilindros de motores de gasolina, etc. De fluidez muy variable, pero de punto de inflamación elevado.

7.º *Aceite para turbinas de vapor*.—De fluidez media y cuya propiedad principal es la de desplazar al agua.

8.º *Aceite para ejes de ferrocarril*.—Son aceites fluidos, de color bastante oscuro y cuya propiedad principal es la de tener un punto bajo de congelación, para poder ser empleados en invierno.

9.º *Aceite de cilindros*.—Muy espeso, llegando en ocasiones a ser casi pastoso. Se emplea en el engrase de los cilindros de las máquinas de vapor.

3. **Lubrificantes derivados de las pizarras bituminosas y de los lignitos**.—Como ya hemos dicho en otro lugar, de la destilación de pizarras bituminosas, así como de la de los lignitos y de los lignitos térreos, se obtiene un aceite o alquitrán que, por tratamiento ulterior y fraccionamiento, da origen a diversos tipos de aceites, de los cuales las fracciones de punto de ebullición más elevado y de mayor densidad, comprendida entre 0,830 y 0,915, son buenos aceites de engrase, similares a los obtenidos del petróleo. Los aceites de pizarras fueron aplicados en gran extensión en tiempos pasados, antes del desarrollo de la industria del petróleo; pero en la actualidad su empleo ha decaído mucho, sobre todo en las regiones que disponen de petróleo y sus derivados, a bajo precio. Los aceites derivados de los lignitos y lignitos térreos, por su destilación a baja temperatura, van siendo empleados de manera creciente en aquellos

países que, no disponiendo de petróleo, hallan una ventaja en destilar dichos combustibles sólidos de los que disponen. Las calidades obtenidas son análogas a las procedentes del petróleo.

4. Lubrificantes de origen vegetal y animal.—Mientras que los aceites minerales antes citados, se hallan compuestos en su mayor porción por hidrocarburos grasos de diversas series, las grasas y aceites de origen animal o vegetal son los glicéridos, o esteres de la glicerina, de los ácidos grasos, tanto de la serie acética (ácidos esteárico, palmítico, araquídico, cáprico, etc.) cuanto de la oleica (ácidos oleico, rápico y erúxico), así como de la linólica, ricinoleica y otras. Estos aceites y grasas se diferencian además de los minerales en la propiedad de hidrolizarse y de saponificarse, dejando en libertad el glicerol y, bien dejando el ácido graso en libertad, bien formando con éste y un álcali una sal grasa. Aunque tratándose de materias grasas animales o vegetales, se habla separadamente de aceites y de grasas, hay que tener en cuenta que esto es sólo una distinción de lenguaje y no de composición, puesto que todos los aceites de esta clase se convierten en grasas si desciende la temperatura suficientemente y todas las grasas pasan a aceites a una temperatura a lo más de 65 grados; es decir, que la distinción que establecen los nombres en cuestión sólo se refiere al estado físico de la materia grasa y no a su composición química.

Aunque las materias grasas de origen vegetal y animal son muy numerosas, sólo un cierto número de ellas son aplicables a la lubricación, habiendo sido empleadas para ello de manera casi exclusiva en los tiempos pasados y cayendo rápidamente en desuso en la actualidad, desplazadas por las materias grasas minerales. Las que aun se emplean en tales usos son las siguientes:

Entre los vegetales.

1.º El aceite de oliva, sobre todo el de calidad superior.

2.º El aceite de colza, refinado para separar del mismo las materias albuminoideas que contiene, y que sirva para el engrase de órganos poco delicados, porque el poder secante que posee no lo hace apto para máquinas delicadas.

3.º El aceite de colza del Mar Negro, o aceite de Ravisson, de calidad inferior al anterior y menos apto aún para el engrase de órganos delicados.

4.º El aceite de ricino, o *castor oil* de los americanos, que en algunas regiones, sobre todo en la India, se emplea considerablemente para el engrase, después de refinado por ebullición con agua y reposo y filtración subsiguiente, y que en otras regiones se mezcla con los aceites minerales, pues, aunque es poco miscible con éstos, se logra una mezcla perfecta añadiendo a la misma un tercer aceite como el de colza.

5.º El aceite de palma, empleado para la fabricación de grasas para vagones.

6.º El aceite de coco, poco apto para el engrase, pero que en algunas regiones tropicales se emplea por su bajo precio, y que en Europa, y sobre todo en Inglaterra, sirve, mezclado con aceites minerales, para el engrase de la maquinaria de la industria textil.

7.º El aceite de cacahuete, poco usado para la lubricación a causa de la facilidad con que se oxida y seca al aire.

Entre los animales.

1.º El sebo, de buey o de carnero principalmente, que en otros tiempos se usó mucho para el engrase de los cilindros de máquinas de vapor, y que en la actualidad sólo se emplea, en ocasiones, para el engrase de cojinetes que so-

porten grandes cargas (cojinetes de laminadores) y para la fabricación de grasas.

2.º El aceite de sebo, obtenido por resudado del sebo, y que se emplea en el engrase de cojinetes grandes y, en mezcla con aceite mineral, para el engrase de máquinas de tejidos.

3.º El aceite de grasa de cerdo, obtenido análogamente al anterior y con los mismos usos.

4.º El aceite de pezuña de buey, muy empleado antes para el engrase de cilindros de vapor, y que en la actualidad sólo se emplea para mezclar con aceites minerales.

5.º Aceite de espermaceti, obtenido de las grasas de los cachalotes, tanto del ordinario como del ártico o de cabeza de botella, que es uno de los mejores lubricantes para maquinaria ligera moviéndose a gran velocidad.

6.º El aceite de ballena, extraído de la grasa de este animal, y que sólo sirve para engrases poco delicados, a causa de su tendencia secante.

5.º **Lubrificantes preparados.**—Además de todos los lubricantes descritos, que son de origen natural, existen otros de origen artificial en cierto modo, pues, aunque en su composición entren grasas naturales, la obtención de los mismos se ha realizado por algún proceso de preparación especial.

Entre los lubricantes de esta índole, citaremos los *aceites espesados o sopladados*, en los que, mediante una corriente de aire caliente, se ha producido una oxidación parcial que origina como consecuencia un aumento de densidad y un espesamiento; los *aceites jabonados*, en los que se consigue el espesamiento por la disolución en ellos de jabones; las *grasas jabonadas* o grasas minerales, vegetales o animales, en las que la adición de jabones produce un aumento de consistencia, y, finalmente, los *aceites mezclados*, en los que a los aceites minerales se añaden proporciones varia-

bles de aceites vegetales o animales y aun aceites de resina, bien con el fin de obtener aceites de propiedades determinadas, bien con fines de adulteración.

Los más interesantes de todos estos productos son las *grasas consistentes* o simplemente *grasas*, caracterizadas porque conservan una consistencia uniforme, hasta a temperaturas superiores a las ordinarias (generalmente funden por encima de 70 grados). Estas grasas están obtenidas por la mezcla de diversos aceites y grasas naturales, tanto minerales como animales y vegetales, hasta emulsión completa, lograda por agitación intensa y prolongada, con jabones minerales, alcalinos y alcalino-térreos (éstos son los más empleados) y con alguna proporción de agua. Estas grasas se emplean para el engrase de las partes de mecanismos de difícil acceso o de ejes que, por soportar cargas considerables, se engrasan mal mediante lubricantes líquidos.

CAPITULO II

ENSAYOS QUÍMICOS DE LOS ACEITES LUBRIFICANTES

1. Determinación de la acidez.
2. Índice de saponificación y materia insaponificable.
3. Distinción entre los ácidos grasos insolubles y los volátiles.
Índice de Hehner.
Índice de Reichert.
4. Índice de iodo.
Método de Hubl-Waller.
Método de Wijs.
5. Ensayo térmico de Maumené.
6. Oxidación y aglutinación de los aceites.
Ensayo al vidrio de reloj.
Ensayo en capa delgada.
Método de Holde.
Valor de alquitrán.
Valor de cok.

Valores de formación de alquitrán y de formación de cok.

7. Combustión espontánea de los aceites minerales.
8. Investigación de los aceites de resina.
9. Investigación de las materias asfálticas.
10. Investigación de la resina.
11. Determinación del azufre.
12. Determinación del caucho.
13. Contenido en jabones.
14. Determinación de la parafina.
15. Ensayo de carbonización.
Método de Conradson.
16. Determinación de las cenizas.
17. Determinación del contenido en agua.
18. Índice de precipitación.
19. Corrosión.

* * *

El estudio químico completo de los aceites lubricantes es una operación muy compleja, en la cual se han de determinar numerosas cifras, referentes a los contenidos en un gran número de sustancias y merced a las cuales se puede saber la característica del aceite examinado y si ha sufrido o no la adición de otras grasas distintas, con fines lícitos o ilícitos. Las principales determinaciones a realizar son las siguientes:

1. Determinación de la acidez.—La determinación de la acidez de un aceite lubricante presenta un gran interés, por el peligro de ataque por los ácidos de las superficies engrasadas.

La acidez de un aceite puede provenir de diversas causas, tales como la naturaleza misma del aceite, sus adulteraciones y el tratamiento que haya experimentado para su refinado.

Si se trata de un *aceite mineral*, su acidez provendrá, sea de las débiles proporciones de ácidos orgánicos que puede contener, si no ha sido refinado, sea de alguna porción de ácido sulfúrico del empleado en el refinado, y que, por mal tratamiento ulterior, ha quedado sin neutralizar.

La proporción de ácidos orgánicos existentes en un aceite mineral no refinado varía, según Holde (1), entre 0,2 y 2 por 100, expresada en ácido oleico, siendo de observar que los aceites claros o pálidos son casi neutros. Si el aceite mineral está refinado, su acidez provendrá exclusivamente del tratamiento con ácido sulfúrico para su refinado.

Si, por el contrario, se trata de un *aceite de origen animal o vegetal*, su acidez puede provenir, sea de los ácidos grasos libres que existen de manera natural en casi todos estos aceites y que se producen además por descomposición espontánea, si se los almacena en estado bruto, sea de la acción del ácido sulfúrico sobre los glicéridos durante el tratamiento de refinado, sea de las trazas de este mismo ácido procedentes de dicho tratamiento.

Por último, tanto en un caso como en otro, la acidez puede ser debida a la adición fraudulenta de resina o aceite de resina al aceite o grasa.

La acción del ácido libre de un lubricante sobre las partes de un mecanismo engrasadas por él, no es otra que el ataque de las superficies engrasadas. Si se trata de ácido sulfúrico, este ataque sigue la marcha general de ataque de un metal por un ácido mineral; pero si se trata de los ácidos grasos de los lubricantes animales o vegetales, el fenómeno es mucho más complejo, como han demostrado los trabajos y experimentos de Burstyn (2), Fox (3), Donath (4), Archbutt (5), Wartha (6) y otros, por los que se ha visto que la acción de los ácidos grasos sobre las partes metálicas es muy débil, a menos que intervenga la acción de la humedad y del aire, emulsionados, por alguna causa, en el aceite antes de su empleo. En este ataque, además del in-

(1) *Die Untersuchung der schmiermittel*, pág. 85.

(2) *Dinglers Polyt. Jour.*, CCXVII, 314.

(3) *Analist.*, VIII, 116.

(4) *Chem. Ind.*, XVI, 283.

(5) *Lubrication and Lubricants*, 222.

(6) *Dinglers Polyt. Jour.*, CCXV, 115.

conveniente que significa la corrosión de las superficies metálicas, existe otro consistente en que los jabones metálicos formados producen un espesamiento del aceite, con detrimento de sus propiedades lubricantes.

Para determinar la acidez de un lubricante, se sigue el procedimiento general de neutralización mediante un álcali. Varios son los métodos de realización práctica, y entre ellos, en nuestra opinión, el más recomendable es el propuesto por Formanek (1), que es como sigue:

Si se trata de un aceite obscuro, se toman 20 centímetros cúbicos del mismo en un embudo de decantación graduado, de 100 centímetros cúbicos de capacidad, tratándolo con una cantidad suficiente de alcohol etílico, previamente neutralizado con una solución alcalina, para completar un volumen de 60 centímetros cúbicos, agitando la mezcla durante dos o tres minutos, dejando después reposar, leyendo en la parte graduada el volumen de alcohol separado del aceite y tomando una porción determinada de dicho alcohol en una cápsula. A este líquido se le añade una cantidad suficiente de disolución alcohólica de azul-álcali 6 B de Meister Lucius y Bruning (obtenida disolviendo dos gramos del colorante en 100 centímetros cúbicos de alcohol y añadiendo a la disolución, con cuidado, la cantidad de solución decinormal de potasa necesaria para que el color vire al rojo) para que el líquido adquiriera un color azul; logrado esto, se titula el ácido valiéndose de una solución decinormal de potasa, preferiblemente alcohólica, hasta que se obtenga el viraje de color al rojo amarillento. Del volumen de la solución decinormal de potasa empleado y del volumen tomado de alcohol, se deduce la cantidad necesaria de dicha solución para neutralizar la totalidad del alcohol, y como un centímetro cúbico de la misma corresponde a cuatro miligramos de anhídrido sulfúrico, o a 28 miligramos

(1) *Benzine and Mineral Lubricants*, pág. 131.

de ácido oleico, se podrá hallar rápidamente la acidez del aceite examinado, expresada sea en anhídrido sulfúrico, sea en ácido oleico. Las reglas establecidas recientemente por la *Asociación alemana para el ensayo de materiales* proponen sea realizar dicha expresión en ácido oleico, sea en forma de *valor ácido*, es decir, expresando la cantidad de miligramos de potasa necesarios para neutralizar un gramo de aceite.

Si en el ensayo se hubiera obtenido un contenido en anhídrido sulfúrico mayor de 0,03 por 100, se repetirá con la muestra de aceite el lavado con una nueva porción del alcohol neutralizado, titulando éste como anteriormente y repitiendo estas operaciones mientras sea necesario, es decir, mientras se halle acidez en los líquidos alcohólicos de lavado. Para simplificar esta operación, cuando no sea precisa una exactitud mayor del 0,01 por 100, da Formanek una tabla de correcciones, que exponemos a continuación y que da las correcciones aditivas de los valores hallados para la acidez del líquido en el primer lavado:

| | | | | |
|-----------------------------|---------------|-------|-------|-------|
| Valor hallado de la acidez. | 0,015 a 0,025 | 0,030 | 0,040 | 0,047 |
| Corrección..... | 0,005 | 0,008 | 0,011 | 0,012 |
| Valor hallado de la acidez. | 0,054 | 0,062 | 0,069 | 0,077 |
| Corrección..... | 0,013 | 0,014 | 0,015 | 0,017 |
| Valor hallado de la acidez. | 0,085 | 0,093 | 0,102 | 0,121 |
| Corrección..... | 0,019 | 0,022 | 0,026 | 0,031 |
| Valor hallado de la acidez. | 0,139 | 0,151 | 0,165 | 0,179 |
| Corrección..... | 0,034 | 0,042 | 0,060 | 0,077 |

Si el valor hallado de la acidez es superior al 0,2 por 100 de anhídrido sulfúrico, no habrá otro remedio que realizar los lavados sucesivos con el alcohol neutralizado.

Tratándose de aceite claro se tomarán 20 gramos del mismo en un Erlenmeyer de 200 centímetros cúbicos, mezclándolos con 50-75 de una mezcla de una parte de alcohol y dos de benzol y realizando la titulación del ácido contenido en la totalidad del líquido, valiéndose como antes de

la solución decinormal de potasa y del azul-álcali 6 B como indicador.

La *American Society for Testing Materials* recomienda un método sencillo que consiste en lo siguiente:

Se pesan con toda exactitud 10 gramos del aceite en un matraz, añadiéndole 50 centímetros cúbicos de alcohol de 95 grados, que haya sido neutralizado mediante una solución de sosa cáustica y se calienta el conjunto hasta la ebullición, agitando mientras tanto el matraz, de tiempo en tiempo, para conseguir la disolución completa de los ácidos grasos libres. El líquido se titula *en caliente*, mediante una disolución decinormal de sosa cáustica, empleando como indicador, sea la fenolftaleína, sea el azul-álcali 6 B, sea la cúrcuma, agitando cuidadosamente después de cada adición hasta viraje y multiplicando el número de centímetros cúbicos empleados de solución decinormal por 0,0282, para hallar el contenido en gramos de ácido, expresado en ácido oleico.

En ocasiones puede ser de interés determinar el contenido en ácidos minerales libres, y para ello se toman 25 centímetros cúbicos del aceite, agitándolos con 200 centímetros cúbicos de agua en un embudo de decantación y, cuando el agua se ha separado por completo del aceite, se la saca y se añaden al líquido frío unas gotas de naranja de metilo (que no experimenta cambio de color por la presencia de los ácidos grasos). Si el líquido toma la coloración rosa característica de la presencia de ácidos minerales, se repite el lavado del aceite con pequeñas cantidades de agua, hasta que el agua separada en uno de estos lavados no se colorea por la adición del naranja de metilo, lo que indicará que se han lavado todos los ácidos minerales contenidos en la muestra ensayada de aceite. Se reúnen todas las aguas de lavado y se las neutraliza, por la solución decinormal de potasa hasta viraje al amarillo, determinando así la cantidad existente de ácidos minerales, expresada en anhí-

drido sulfúrico, por el número de centímetros cúbicos de dicha disolución decinormal multiplicados por cuatro miligramos.

La I. P. T. recomienda para realizar la determinación de la acidez de un lubricante el siguiente método, que designa por L. O. 5:

a) *Acidez total*.—Se toman 10 gramos del aceite, pesados en un matraz, añadiéndoles 50 mililitros de alcohol neutro de 95 por 100, calentando el conjunto al baño-maría y agitando bien para asegurar la disolución completa de los ácidos en el alcohol. Se añade al conjunto un mililitro de solución al 0,5 por 100 de fenolftaleína y se titula el ácido con solución $N/_{10}$ de potasa. El resultado se expresa en forma de miligramos de potasa necesarios para neutralizar el ácido de 100 gramos de aceite.

b) *Acidez inorgánica*.—Diez gramos del aceite se agitan vigorosamente, en un embudo de decantación, durante un minuto con un peso igual de agua caliente, dejando reposar después y separando el agua en un matraz donde, después de fría, se neutraliza con solución $N/_{10}$ de potasa, empleando como indicador el naranja de metilo y expresando los resultados como anteriormente.

c) *Acidez orgánica*.—Se hallará por diferencia de las dos cifras anteriores.

Un aceite de engrase no debe contener nunca trazas de ácido mineral que proceda de un refinado incompleto, pudiéndose, en cambio, admitir una débil proporción de ácidos grasos, con tal de que sea inferior a 4 por 100, siendo tanto mejor el aceite cuanto más baja es esta proporción.

2. **Índice de saponificación y materia insaponificable**.—La propiedad, ya citada, de los éteres compuestos de los ácidos grasos de saponificarse por los álcalis cáusticos, proporciona un medio fácil y seguro de investigar la naturaleza de un lubricante, averiguando si contiene o no ma-

terias grasas de origen animal o vegetal, ya que los aceites minerales no gozan de dicha propiedad.

Se da el nombre de *índice de saponificación* al número de miligramos de potasa necesarios para saponificar los éteres grasos de un gramo del aceite o grasa considerados. Para determinarlo hacen, ante todo, falta las siguientes soluciones:

1.º Solución seminormal alcohólica de potasa caústica que contenga 28,05 gramos de potasa pura por litro.

2.º Solución seminormal de ácido clorhídrico que contenga 18 23 gramos de HCl por litro.

3.º Solución alcohólica de fenolftaleína.

La solución de ácido clorhídrico se comprobará con carbonato sódico puro, deshidratado por caldeo por debajo del rojo y enfriamiento en un desecador y, una vez ello logrado, se comprobará con ella la solución de potasa, debiéndose corresponder, centímetro cúbico a centímetro cúbico, ambas soluciones. Si se tuviese que operar con aceites de color obscuro o que, por contener aceites de pescado, se obscureciesen con la adición de potasa, la fenolftaleína no servirá como indicador, y en ese caso se empleará el azul-álcali 6 B, preparado en la forma indicada en la determinación de la acidez. Preparadas estas soluciones, el método operatorio es como sigue:

Se toman dos matraces de 250 centímetros cúbicos y en uno de ellos se vierten 5-10 gramos del aceite a examinar, según el contenido que se sospeche de ácidos grasos, añadiéndoles 25 centímetros cúbicos de la solución seminormal de potasa y 25 centímetros cúbicos de benceno puro, cuyo objeto es facilitar la reacción; en el otro matraz se vierten 25 centímetros cúbicos de la solución potásica y otros tantos de benceno, cerrando ambos matraces por tapones provistos de refrigerantes a reflujo y llevándolos a la ebullición durante media hora en el baño-maría.

Transcurrido dicho tiempo se retiran los matraces del

baño, se dejan enfriar, se añaden a cada uno de ellos 50 centímetros cúbicos de alcohol anhidro neutralizado y unas gotas de la solución de fenolftaleína o de azul-álcali 6 B y se titula la potasa libre, mediante la solución seminormal de ácido clorhídrico. Como las soluciones de potasa y ácido clorhídrico se corresponden, bastará hallar la diferencia entre los volúmenes empleados de dicho ácido en los dos ensayos, para conocer el volumen de solución seminormal de potasa empleado en la saponificación de los éteres grasos; multiplicado este volumen, expresado en centímetros cúbicos, por el contenido en potasa de un centímetro cúbico, o sea 28,5 miligramos, conoceremos el peso empleado de potasa en la saponificación, el cual, dividido por el número de gramos ensayados de aceite, nos dará el índice de saponificación buscado.

En la realización del análisis hay que tener cuidado de lavar, tanto los matraces como los refrigerantes a reflujo, con alcohol neutralizado antes de realizar el ensayo. También se debe cuidar de que el volumen de solución de potasa sea suficiente para que haya un gran exceso de ésta, por lo que si, al realizar la titulación, se ve que casi toda la potasa ha sido empleada en la saponificación, se repetirá el ensayo empleando menor cantidad de aceite o disolución normal de potasa en lugar de la seminormal.

El American Committee of Standardization of Petroleum Specifications recomienda para esta determinación el siguiente método, que en realidad es sencillamente una variante del que hemos descrito:

Se precisan los siguientes reactivos:

Solución seminormal de potasa caústica.

Benceno purificado, para lo que se toma un litro de benzol 90 por 100, añadiéndole un trozo de sosa caústica e hirviéndolo durante una hora, provisto el matraz de un refrigerante a reflujo, después de lo cual se lleva a un embudo de decantación con bastante agua, para facilitar la se-

paración de dos zonas de líquido; el benceno se lava de nuevo con agua y, llevado a un matraz de destilación de Engler, se lo destila, recogiendo lo que destile hasta 82 grados.

Solución seminormal de ácido clorhídrico.

Solución alcohólica de fenoltaleína.

Gasolina neutralizada con solución alcalina.

Para operar se toman 10 gramos del aceite en un matraz Erlenmeyer de 350 centímetros cúbicos, añadiendo 50 centímetros cúbicos de la solución alcalina y 25 de benceno purificado, saponificando como en el método corriente, tratando después con 25 centímetros cúbicos de la gasolina neutra y titulando con la solución de ácido clorhídrico; por otra parte se habrá realizado el ensayo en blanco correspondiente y de los resultados de ambos, se deducirá el número de centímetros cúbicos de solución potásica empleadas en la saponificación y de ellos el índice de saponificación buscado.

Para determinar la *materia insaponificable*, existente en un aceite, se operará primero para saponificar la parte saponificable, después de lo cual, tratando la disolución así obtenida por un disolvente no miscible como el éter, o bien extrayendo el jabón seco por cloroformo o éter de petróleo, se disolverá el aceite mineral insaponificable, que podrá ser así determinado y estudiado. Para aplicar este método se opera como sigue:

Se prepararán ante todo los siguientes reactivos:

1.º Disolución al 50 por 100 de sosa cáustica, obtenida disolviendo 250 gramos de sosa en agua fría y completando el volumen de la disolución, después de fría, a 500 centímetros cúbicos.

2.º Alcohol rectificado de 0,830 de densidad.

3.º Eter redestilado de 0,725 de densidad.

Se pesarán en una cápsula de porcelana, de 15 centímetros de altura, cinco gramos del aceite a examinar. Se

habrán mezclado en un frasco con tapón, cuatro centímetros cúbicos de la solución sódica y la cantidad necesaria de alcohol para completar el volumen a 50 centímetros cúbicos, vertiendo este líquido en la cápsula que contiene el aceite y haciéndolo hervir, de manera suave, calentado por un mechero pequeño, agitando hasta que desaparezcan por completo las burbujas de aceite, después de lo cual se cubre la cápsula con un vidrio y se deja hervir suavemente hasta que se reduzca el volumen a 12 o 15 centímetros cúbicos, lo que deberá suceder en una media hora aproximadamente, cuidando, si se viera que la reducción de volumen se realizase demasiado de prisa, de añadir 25 a 30 centímetros cúbicos de alcohol y llevándolo de nuevo a la ebullición hasta conseguir la reducción de volumen indicada; la grada ésta se vertirá la disolución en un embudo de decantación de 300 centímetros cúbicos, calentado previamente por un lavado con agua caliente, con el fin de evitar la solidificación de disolución jabonosa, se lava después la cápsula con pequeñas porciones de agua caliente, con el fin de arrastrar todo el jabón, llevando dichos líquidos también al embudo y cuidando que el volumen total no pase de los 70-80 centímetros cúbicos. Se añadirán entonces 10 centímetros cúbicos del éter, se cierra el embudo y se lo agita con cuidado durante un minuto, bajo un chorro de agua caliente, para realizar bien la mezcla del éter con la disolución de jabón, sin producir emulsiones; se dejará entonces reposar el embudo sobre un soporte. Pasado algún tiempo se observará que se ha producido uno de los fenómenos siguientes:

1.º Los líquidos se separan en dos capas diferentes bien marcadas y de un volumen aproximadamente igual. La capa superior será la disolución etérea y la inferior la disolución de jabón. Este fenómeno es el normal.

2.º Los líquidos se separan en tres capas, o bien en dos, pero siendo la superior de mucho menor volumen que la inferior. Esto, que indica un exceso de alcohol, se remedia

añadiendo agua fría en porciones medidas de cinco centímetros cúbicos, agitando con cuidado después de cada adición, hasta que se vea que, después de una de estas adiciones, el líquido se separa en dos capas de igual volumen.

3.º No se observa separación de capas, presentando el líquido el aspecto de un fluido homogéneo casi transparente. Esto indicará probablemente exceso de alcohol, remediándose como anteriormente por adiciones de agua.

4.º El líquido presenta el aspecto de una emulsión viscosa opaca, lo que probablemente indicará un defecto de alcohol, remediándose por adición de éste en porciones de dos a tres centímetros cúbicos, agitando después de cada adición y dejando reposar, hasta que se produzca la separación de las dos capas iguales.

Cuando la separación de las dos capas es perfecta, se hace pasar la inferior, o sea la disolución jabonosa, a otro embudo de decantación, tratándola en éste con otros 70 centímetros cúbicos de éter, agitando y dejando reposar y retirando como antes la capa inferior que, recogida en un tercer separador, se vuelve a tratar con éter, dejando reposar y retirando la capa inferior, que ya no se emplea más. Se mezclarán entonces las disoluciones etéreas de los tres separadores lavando, después de cada adición, primero con 10 centímetros cúbicos de solución alcohólica de sosa al 1 por 100 y después seis veces con agua. Reunidos los líquidos y terminados los lavados, se pasa la disolución etérea a un matraz tarado de cuello largo, que se lleva al baño-maría, para destilar la mayor parte del disolvente, lo que se termina colocando el matraz sobre la cubierta del baño; se deja después enfriar y se pesa, después de lo cual se vuelve el matraz al baño-maría, durante diez a veinte minutos, para dejarlo enfriar y pesar de nuevo, repitiendo la operación hasta que dos pesadas sucesivas sean iguales. La diferencia entre el peso definitivo y la tara del matraz dará la cantidad de materia insaponificable.

Como precaución importante citaremos la conveniencia, después de cada agitación con éter, de hacer resbalar exteriormente sobre el embudo unas gotas de agua que rebajen, por enfriamiento, la tensión del éter e impidan la proyección de gotas de líquido al exterior al quitar el tapón.

En el caso en que el aceite examinado contenga una proporción elevada de aceite mineral, no se puede realizar la saponificación en una cápsula, porque el aceite no se disolverá por completo y será preciso hervir de manera más activa y prolongada, para conseguir la saponificación completa. En este caso se realizará la operación en un matraz, provisto de un refrigerante a reflujo, hirviendo durante una hora por lo menos, al cabo de la cual se vierte el líquido en una capsula, en la que se reduce por ebullición tranquila a los 12 o 15 centímetros cúbicos antes indicados.

Finalmente, en aquellos casos en los que la cantidad de grasas vegetales o animales sea muy baja, con relación a las grasas minerales, o sea cuando se trata de aceites minerales que contengan una pequeña proporción de grasas animales o vegetales (grasas fijas), en lugar de determinar directamente la materia insaponificable, es preferible determinarla de modo indirecto, es decir, por diferencia entre el total y el contenido en materia saponificable, lo que permite, al aislar esta última, poder realizar su examen. Para esta determinación se procederá como sigue:

Una vez saponificadas las grasas fijas y separada la disolución de jabón obtenida, del aceite mineral y de las demás materias insaponificables, si las hay, por el tratamiento con éter, según acabamos de explicar, se mezcla esta disolución con los líquidos de lavado de las soluciones etéreas, tratando por ácido sulfúrico en suficiente exceso para descomponer los jabones y dejar en libertad los ácidos grasos; el líquido así acidificado se trata, en un embudo de decantación, por 50 a 70 centímetros cúbicos de éter, agitando la mezcla y dejando después reposar, para conseguir

la separación de los líquidos, de los cuales se retira la capa inferior, que será la disolución primitiva, que recogida en otro embudo análogo se trata de nuevo por éter; los líquidos etéreos de estos dos tratamientos se mezclan en un separador, donde se lavan seis veces seguidas con agua pura, después de lo cual se llevan a un matraz tarado, en el que se destila el éter, completando después la evaporación de éste al baño-maria hasta peso constante. El peso hallado, disminuido en la tara del matraz, dará el peso de los ácidos grasos con sólo dividirlo por 0,957, y de ello se deducirá el porcentaje de dichos ácidos en el aceite examinado. Por diferencia se hallará el contenido en materias insaponificables.

Para la *caracterización de la materia insaponificable*, que puede consistir en hidrocarburos líquidos a la temperatura ordinaria (aceites minerales, aceite de resina, aceite neutro de alquitrán, hidrocarburos de la grasa de lana, cera de parafina, vaselina, etc.) o en sustancias sólidas o untuosas a la temperatura ordinaria (ceras, alcoholes del aceite de espermaceti, colesteroles e isocolesteroles, fitosterol, grasa o aceite no saponificados, etc.), habrá que aplicar algunas de las propiedades particulares de estos cuerpos, entre los que citaremos, como más importantes para la caracterización de los hidrocarburos, su casi insolubilidad en el alcohol, la fluorescencia característica de los aceites minerales, la inmunidad de los hidrocarburos al ataque por el ácido acético en el llamado ensayo de destilación, etcétera, etc.

En cuanto a la caracterización de las materias saponificables existentes en un aceite, sólo se podrán utilizar las propiedades de los ácidos grasos, separados de las mismas según hemos explicado más arriba y de los cuales se determinarán el punto de fusión, la densidad a 100 grados, el índice de iodo y el índice de saponificación o de neutralización.

3. Distinción entre los ácidos grasos insolubles y los volátiles.—En algunos aceites y grasas fijas, es decir, de origen vegetal o animal, así como en algunos aceites sopladados, los ácidos grasos no son en su totalidad insolubles, como se supone sucede en el método que hemos explicado en el número anterior, para la determinación y separación de dichos ácidos, sino que una porción de los mismos es soluble y volátil. En ello se funda un método de diferenciación de algunos aceites y grasas fijas y de apreciación de adiciones extrañas y fraudulentas, realizadas en algunas de ellas, método que reposa en la determinación de los ácidos insolubles y de los ácidos volátiles, hallando los llamados *índice de Hehner* e *índice de Reichert*.

El *índice de Hehner* es el porcentaje de ácidos grasos insolubles contenidos en una grasa o aceite, y para determinarlo se procede como sigue:

Operando como hemos indicado para la determinación de la materia insaponificable, se tratarán cinco gramos del aceite con la sosa alcohólica hasta saponificación completa, evaporando después a sequedad al baño-maria, para separar el alcohol y disolviendo el jabón así seco en agua caliente, llevando el volumen total a 250 centímetros cúbicos; se tratará esta disolución con ácido sulfúrico, para poner en libertad los ácidos grasos, y se deja en reposo el vaso sobre el baño-maria hasta que dichos ácidos se hayan reunido, formando una capa fundida en la superficie del líquido, después de lo cual se vierte todo en un separador, que se ha lavado y calentado previamente con agua caliente. Este separador se coloca sobre un filtro, cuyo embudo tenga paredes dobles, para mantenerlo siempre caldeado por una circulación de agua caliente, y se deja caer en él la capa inferior de líquido del separador, cuidando de mantener aquél siempre lleno y atendiendo a que el líquido que filtra debe ser claro; pero cuidando de que no pase al filtro nada de la capa de ácidos que se lavarán en el separador con 150

a 200 centímetros cúbicos de agua caliente, agitando bien, dejando reposar y filtrando la capa acuosa en el mismo filtro, repitiendo así la operación otras cuatro veces; la parte acuosa del último lavado se recoge en un vaso aparte, se le añaden unas gotas de fenolftaleína y se ve la cantidad necesaria de solución normal de sosa para producir una coloración rosada; se vuelve a practicar otro lavado, recogiendo también separadamente las aguas y realizando el mismo ensayo de neutralización con la sosa normal; si hace falta el mismo volumen de ésta se darán los lavados por terminados y si no se continúan hasta conseguir dicha igualdad. Se dejará en este caso caer al filtro la capa grasa, dejando filtrar el agua, ya que mientras que el filtro esté húmedo, dicha grasa no lo atravesará; filtrada el agua se pasa el filtro, con los ácidos grasos, a un tubo colocado sobre una pequeña cápsula tarada y se lleva el conjunto a la estufa, hasta secado completo del filtro, con lo que la mayoría de los ácidos grasos habrá pasado a la cápsula; se colocará el tubo que contiene el filtro sobre un frasco tarado, lavándolo con éter, que se hace pasar de nuevo a través del filtro, recogiendo ahora en la cápsula, así como una pequeña porción de éter, con la que se habrá lavado el frasco, se calienta el conjunto tubo-cápsula para evaporar el éter, se seca y se pesa, hallando, por la diferencia entre este peso y la tara de tubo y cápsula, el peso de ácidos grasos insolubles, del que se deduce el porcentaje contenido en el aceite.

Para hallar el *índice de Reichert* se puede seguir el procedimiento original de éste o la modificación de Meissl, que es la más recomendable de todas las que ha sufrido el método (1) y que se lleva a la práctica como sigue:

Se toman, en un matraz de 200 centímetros cúbicos, cinco gramos del aceite o de la grasa fundida, añadiéndole dos

(1) RICHMOND: *Analyst*, XVII, pág. 171.

gramos de potasa cáustica y 50 centímetros cúbicos de alcohol de 70 por 100, calentando el conjunto en el baño-maria hasta que se haya saponificado toda la grasa y se haya después evaporado todo el alcohol, dejando el jabón seco; se añaden entonces 100 centímetros cúbicos de agua caliente, agitando hasta disolución del jabón, añadiendo después 40 centímetros cúbicos de ácido sulfúrico diluido al décimo y unos fragmentos de piedra pómez, conectando el matraz, mediante un tubo provisto de una bola de gran diámetro, que actúa como deflegmador, a un condensador de Liebig y destilando el contenido durante una hora, hasta recoger 110 centímetros cúbicos. Si el destilado es claro y límpido se le añadirán unas gotas de fenolftaleína y se titulará con solución decinormal de potasa cáustica, hasta coloración rosa permanente; si, por el contrario, el destilado no es límpido se lo filtrará, recogiendo 100 centímetros cúbicos, que son los que se titulan en este caso, cuidando entonces de multiplicar por 1,1 el volumen de solución decinormal de potasa que haya sido preciso. Esta cifra, en este caso, o el volumen necesitado, en realidad, en el caso anterior, son los que constituyen en cada uno de los dos casos el índice de Reichert-Meissl.

4. **Índice de iodo.**—Como las materias grasas son mezclas de compuestos saturados y no saturados, en proporciones muy variables y, como mientras éstos no se combinan fácilmente con los halógenos, aquéllos se combinan con gran facilidad, se podrá, determinando la cantidad de iodo absorbida en condiciones determinadas por un aceite, conocer la proporción de éste en compuestos saturados y se poseerá un dato de gran valor para la caracterización del mismo. El porcentaje de iodo absorbido es lo que recibe el nombre de *índice de iodo* del aceite considerado; para su determinación se pueden seguir diversos métodos, de los cuales vamos a describir los de Hubl-Waller y de Wijs.

que, junto con el de Hanus, ya descrito en otro lugar, son los más recomendables y se aplican como sigue:

a) *Método de Hubl-Waller.*—Se toma un peso determinado de aceite (0,1 a 0,22 gramos si se trata de un aceite líquido, 0,5 a 1 gramo si se trata de una grasa sólida o pastosa), disolviéndolo, en un matraz de tapón esmerilado, con 20 centímetros cúbicos de cloroformo, libre de compuestos no saturados (lo que se comprueba mezclando 10 centímetros cúbicos con otros tantos de iodo, dejándolos en contacto durante varias horas y titulando después el iodo libre); se añadirán después 30-60 centímetros cúbicos de una solución de iodo y cloruro mercúrico, obtenida disolviendo 25 gramos de iodo y 30 gramos de cloruro mercúrico, cada uno en 500 centímetros cúbicos de alcohol de 95 por 100, filtrando ambas disoluciones y mezclándolas, añadiendo después 50 centímetros cúbicos de HCl de 1,19 de densidad; se agitará bien el conjunto y, si la mezcla está turbia, se le añadirá más cloroformo hasta que se clarifique, dejando en cualquiera de los casos el conjunto en reposo durante doce horas, fuera de la acción de la luz. Transcurrido dicho tiempo, se tratará con 20 centímetros cúbicos de solución acuosa de yoduro potásico al 10 por 100 y 100-150 centímetros cúbicos de agua destilada, después de lo cual se titula el iodo libre con una solución de tiosulfato sódico, titulada previamente con una solución de bicromato potásico.

Por otra parte, se habrá realizado un ensayo *en blanco*, utilizando las mismas proporciones de reactivos, pero sin aceite, y determinando así la cantidad de iodo del reactivo iodomercúrico antes empleado. La diferencia entre las cantidades de la solución de tiosulfato empleadas en ambos ensayos, dará la cantidad correspondiente al iodo no consumido en el ensayo y de ella se deducirá la empleada en el mismo, con sólo saber el título exacto de la solución de tiosulfato. La cifra así hallada, dividida por el peso de

aceite empleado y multiplicada por 100, será el índice de iodo buscado.

Para la titulación mediante la solución de tiosulfato, se irá añadiendo ésta, hasta que el color pardo-rojizo del líquido se cambie en amarillo claro, añadiendo entonces unas gotas de solución de engrudo de almidón y continuando la adición de tiosulfato hasta decoloración.

b) *Método de Wijs.*—En este método el reactivo, que sirve de vehículo de iodo, se obtiene disolviendo separadamente en ácido acético glacial, por una parte 9,4 gramos de tricloruro de iodo y por otra 7,2 gramos de iodo, mediante caldeo moderado al baño-maría y evitando el contacto del aire, mezclando después ambas soluciones y completando el volumen de la mezcla a un litro, mediante ácido acético puro. Este ácido se debe ensayar antes de hacer estas disoluciones, no debiendo colorearse en verde cuando se lo calienta con bicromato potásico y ácido sulfúrico concentrado.

Este reactivo de Wijs presenta sobre el de Hubl la ventaja de que puede usarse en seguida de ser elaborado y de que se conserva muy bien durante dos o tres meses, sin que sea preciso, como con aquél, realizar una comprobación por titulación antes de cada empleo. Además, aun en el caso más desfavorable, la reacción se termina dentro de dos o tres horas al máximo, lo que reduce también considerablemente la duración del ensayo.

Los valores hallados por este método concuerdan bastante bien con los hallados por el método de Hubl-Waller, salvo en aquellas ocasiones en los que el índice de iodo sea muy elevado, en cuyo caso aquéllos son algo superiores a éstos; pero en todos ellos los valores de Wijs son más exactos.

La realización práctica de la determinación del índice de iodo, por el método que nos ocupa, se verifica de manera análoga a la ya descrita en el método de Hubl-Waller,

salvo la variación introducida por el reactivo y la de substituir el cloroformo, que contiene con frecuencia alcohol, por tetracloruro de carbono, que deberá ensayarse, para comprobar que no se colorea en verde por la adición de bicromato potásico y ácido sulfúrico concentrado.

Los valores del índice de iodo varían considerablemente con los diversos aceites. Los índices más bajos son los de los aceites minerales derivados del petróleo, de los que muchos tienen índices inferiores a 6 y en los que es raro encontrar valores superiores a 14, siendo una de esas excepciones el *aceite de gas*, cuyo índice es 17; los aceites producidos por el *cracking* de los aceites de petróleo tienen valores altos del índice de iodo (alrededor de 70) y los aceites de lignitos térreos tienen índices de iodo comprendidos entre 60 y 80. En el valor del índice de iodo interviene, para los aceites fijos, el método de fabricación, siendo más bajos los correspondientes a aceites obtenidos por extracción que los de los obtenidos por presión.

5. **Ensayo térmico de Maumené.**—Si se mezcla un aceite fijo con ácido sulfúrico concentrado, se observa un desprendimiento de calor que es debido a la producción de diversas reacciones, tales como la saponificación o hidrólisis de las glicerinas, la sulfonación de los ácidos grasos y de las glicerinas, oxidaciones destructoras que se originan a medida que sube la temperatura y desprendimiento de ácido sulfuroso; el desprendimiento de calor y por tanto la elevación de temperatura, depende en gran parte de la proporción y naturaleza de los ácidos grasos no saturados, siendo función del índice de iodo. La realización del ensayo que nos ocupa, proporciona un medio para la diferenciación de los diversos aceites y determinar sus fraudes; pero, para que sea eficaz, es preciso que los resultados obtenidos sean uniformes y comparables, lo que depende de la realización de condiciones de trabajo idénticas, sobre todo en lo que se

refiere a la concentración del ácido sulfúrico. Según Archbut y Deeley (1), conviene emplear solamente ácido de 97 por 100, debiéndose verificar dicha concentración por un análisis, corrigiéndola si es preciso y operando, según recomiendan los autores citados, de la manera siguiente:

Para preparar el ácido sulfúrico a 97 por 100, se vierten con una pipeta seis centímetros cúbicos de ácido sulfúrico en un frasco seco, que se tapa y pesa exactamente; se diluye el ácido a 500 centímetros cúbicos en agua fría, tomando 100 centímetros cúbicos de la disolución así formada, en un frasco que contenga un peso determinado de $\text{CO}_3 \text{Na}_2$, disuelto en un poco de agua y que se halle en la proporción de 1,1 gramos del mismo por cada gramo de ácido. Dicho peso de carbonato se habrá calentado durante diez minutos, suavemente a la llama de alcohol en un crisol de platino, secándolo en la estufa, con una cubierta sobre el crisol y pesándolo con la mayor exactitud después del enfriamiento. Vertido el ácido sobre el carbonato, se hace hervir el líquido, para desalojar el exceso de ácido carbónico, se enfría y se determina el exceso de carbonato sódico por titulación con ácido sulfúrico decinormal, empleando el naranja de metilo como indicador. Para realizar la titulación exactamente, se compara el color del líquido con el de un volumen igual de agua pura, teñida por la misma cantidad de naranja de metilo y contenida en un frasco idéntico. El cálculo se hace como sigue:

| | Gramos. |
|----------------------------------------------------------------------------|----------|
| Peso de ácido sulfúrico titulado $1/5 \times 11,1110$ | = 2,2222 |
| Peso de carbonato sódico seco | = 2,4493 |
| N: 10 ácido = 13,38, $\text{CO}_3 \text{Na}_2 = 13,38 \times 0,0053$ | = 0,0710 |
| Peso de $\text{CO}_3 \text{Na}_2$ neutralizado | = 2,3783 |
| Peso equivalente de $\text{SO}_4 \text{H}_2$ | = 2,1980 |
| Titulo del ácido $\frac{2,1980}{2,2222 \times 100}$ | 98,97 % |

(1) *Lubrication and Lubricants*, pág. 274.

Si el título del ácido es inferior a 97 por 100 el ácido ensayado será inservible, y si es superior a dicha cifra se lo llevará a ella, añadiendo agua en la cantidad necesaria, a un volumen pesado mediante una pipeta, cuyo tubo sea muy fino, y agitando con ella el ácido que, una vez al título requerido, se guarda en un frasco cerrado y capsulado.

Para realizar el ensayo, se hace que el ácido se halle a la misma temperatura que la atmósfera del laboratorio y se tomarán 50 gramos del aceite en una probeta de 60 milímetros de diámetro, llevándolos, mediante la agitación con un termómetro, a la misma temperatura de la sala, vertiendo en él, mediante una pipeta cuyo tubo esté afilado de manera que vierta 10 centímetros cúbicos en un minuto, el ácido y agitando hasta que la temperatura deje de subir, en cuyo momento la temperatura marcada por el mismo será el resultado buscado.

Respecto la utilidad de este ensayo recordamos lo dicho al tratar de la gasolina, acerca de las posibles causas de error.

6. Oxidación y aglutinación de los aceites.—Cuando un aceite de origen animal o vegetal se expone al aire en capa delgada, pueden ocurrir tres casos diferentes:

1.º El aceite se espesa rápidamente por oxidación, llegando a solidificarse en forma de barniz; los aceites que se comportan de esta manera reciben el nombre de *aceites secantes*. De ellos constituye un ejemplo característico el aceite de linaza.

2.º El aceite se oxida espesándose, pero no llega a solidificarse, recibiendo el nombre de *aceite semisecante*. Un ejemplo de este tipo es el aceite de algodón.

3.º El aceite no experimenta alteración ninguna, por su exposición al aire durante un largo periodo, recibiendo el nombre de *aceite no secante*. El aceite de oliva es un ejemplo típico de este grupo.

Como es natural, los aceites secantes no son aptos para el engrase, ya que empleados en cualquier superficie metálica, que no esté completamente fuera del contacto del aire, produciría por su oxidación y aglutinación (*gumming* de los ingleses) la formación de una capa sólida sobre dicha superficie, que se opondría a su engrase y que en ocasiones, y sobre todo cuando la porción engrasada se halle en la proximidad de materias fácilmente inflamables, como sucede en la maquinaria textil, puede dar lugar a incendios espontáneos, según han probado los ensayos de W. Mc D. Mackey (1).

Los aceites semisecantes, aunque no se solidifican, se espesan como ya hemos dicho, por lo que, aunque en menor grado que los secantes, tampoco son aptos para el engrase, si bien alguno de ellos, como el de colza, se emplee aun bastante.

Los aceites no secantes son los típicos aceites de engrase, que soportan la exposición al aire sin alteración durante bastante tiempo y realizan por tanto de manera perfecta la lubricación de las superficies que cubren.

En cuanto a los aceites minerales, son en su casi totalidad insensibles a la oxidación producida por la exposición al aire; pero algunos de ellos dan lugar a la formación de un depósito después de algún tiempo, sobre todo si se han calentado, debido a un fenómeno de resinificación.

La determinación de la oxidabilidad y tendencia a la aglutinación de un aceite de engrase, es por lo tanto de gran importancia en el análisis del mismo, ya que, no sólo proporcionará un dato de importancia para su caracterización, sino también porque permitirá deducir su mayor o menor aptitud para el empleo a que haya de ser destinado y además dará medios de investigar sus falsificaciones, por mezcla de un aceite de engrase con otro de menor precio y

(1) *Journ. Soc. Chem. Ind.*, 1915, pág. 595.

de aptitud mucho menor. Para esta determinación se pueden aplicar diversos métodos, de los que vamos a describir algunos de los más aplicados:

a) *Ensayo al vidrio de reloj.*—Se toman dos vidrios de reloj, del mismo tamaño y curvatura, vertiendo en uno de ellos un gramo del aceite a ensayar y en el otro un peso igual de otro aceite que se tome como tipo de comparación, llevándolos a un baño-maría, que se mantiene hirviendo durante seis horas, al cabo de las cuales se retiran los dos vidrios, se los deja enfriar y se compara el aspecto de los dos aceites, viendo si el que se quiere ensayar se ha espesado o no, para lo cual se inclina el vidrio, para ver si escurre fácilmente o no el contenido y si existen manchas oscuras sobre los bordes del espacio ocupado por el aceite, que al existir indicarán ya una mala calidad. Este ensayo es muy fácil y relativamente rápido, siendo muy empleado cuando sólo se buscan resultados aproximados.

b) *Ensayo en capa delgada.*—Se toman placas de vidrio cuadradas de 75 milímetros de lado y 5 milímetros de espesor que, después de bien limpias y secadas, se pesan y numeran, llevándolas luego a una estufa de aire en la que se calientan a 200 grados durante media hora, después de lo cual se colocan sobre trozos de corcho y se las deja enfriar hasta 100 grados; cuando se ha llegado a esta temperatura se las pinta, mediante un pincel, con el aceite a ensayar, cuidando de formar una capa delgada y lo más uniforme posible, dejándolas enfriar y llevándolas después a la balanza, añadiendo entonces una gota de aceite en el centro, para completar el peso de un gramo del mismo. Colocadas después sobre una placa de vidrio, con la capa de aceite para arriba, se las lleva a una estufa provista de regulador y en la cual se las somete a una temperatura uniforme de 50 grados. Las placas, en las cuales el aceite se habrá extendido gradualmente de una manera casi uniforme, se retiran

de tiempo en tiempo, dejándolas enfriar y observando al tacto el estado de la capa de aceite.

Este método, más exacto que el anterior, es más lento y además exige grandes precauciones para lograr que la capa de aceite sea lo más uniforme posible, lo que, aunque no de manera absoluta, se consigue siguiendo el procedimiento operatorio descrito, con lo cual se logra que los resultados obtenidos sean comparables, sobre todo si se realizan los ensayos por duplicado y se toman las medias de los resultados. Holde, aplicando este método a diversos aceites, ha obtenido los resultados expresados en el siguiente cuadro:

| ACEITES ENSAYADOS | Consistencia después de veinticuatro horas de exposición al aire a 50 grados |
|----------------------------|------------------------------------------------------------------------------|
| Aceite de espermaceti..... | Invariable. |
| » ricino..... | Invariable. |
| » oliva..... | Invariable o ligeramente espesado. |
| » almendras..... | Espesado sensiblemente. |
| » colza bruto..... | Espesado sensiblemente. |
| » » refinado..... | Seco. |
| » ballena..... | Espeso, pegajoso. |
| » cacahuete..... | Seco, pegajoso. |
| » sésamo..... | Seco. |
| » algodón..... | Seco. |
| » pescado..... | Seco. |

Se ha tratado, por diversos investigadores, de determinar la facilidad de oxidación de un aceite, por la rapidez con que aumentan de peso a causa de la absorción de oxígeno; pero se ha visto que esto no daba ninguna certidumbre, a causa de que, en lugar de aumentar de peso los aceites, lo perdían debido al desprendimiento de productos volátiles formados durante la oxidación. Por ello, los métodos basados en esta determinación no han tomado carácter práctico y han sido abandonados.

Otros métodos son los que reposan en determinar la oxidabilidad de un aceite por la medida de los volúmenes absorbidos de oxígeno, durante periodos de tiempo determinados. De esta índole son los métodos de Smith, Fox, Bach, etc., y el de Holde, que es el más recomendable y que vamos a describir sumariamente:

c) *Método de Holde.*—En un tubo de vidrio de 30 a 40 centímetros de largo y 20 a 30 milímetros de diámetro, cerrado por uno de sus extremos, se colocan de 1 a 1,5 gramos de piedra pómez granulada y calcinada, vertiendo después 0,3 a 0,5 gramos del aceite a ensayar sobre dicha piedra pómez, estirando el extremo abierto del tubo y desplazando luego el aire que contenga por oxígeno, después de lo cual se cierra el tubo a la lámpara. El tubo así cargado se calienta durante varias horas al baño-maría y luego se rompe la punta afilada bajo el agua, determinando el volumen existente de oxígeno y por diferencia el oxígeno absorbido. Los resultados obtenidos por Holde (1) han sido resumidos por él en el siguiente cuadro:

| ACEITES ENSAYADOS | Centímetros cúbicos de oxígeno, referido a 20 grados y 760 milímetros, absorbidos por un gramo de aceite. | |
|-------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| | Valores directos | Pro-medio |
| Aceite de algodón..... | 68,7 | 68,7 |
| » colza pardo..... | 45,5 - 49,7 | 47,6 |
| » oliva | 33,3 - 34,0 | 33,7 |
| » huesos y de algodón.. | 32,1 - 28,1 - 33,9 - 28 | 30,3 |
| » huesos y de colza.... | 24,7 - 22,9 - 22,2 | 23,0 |
| » espermaceti..... | 23,5 - 23,9 - 25,3 - 24,5 | 24,5 |

Como ya hemos dicho, los aceites minerales en general no experimentan oxidación por su exposición al aire o por

(1) *Die Untersuchung der Schmiermittel*, págs. 96 y siguientes.

lo menos dicha oxidación es casi nula; bien es verdad que se observa a veces un espesamiento de estos aceites, por su exposición prolongada al aire; pero esto es debido más bien a la evaporación de los hidrocarburos más volátiles y por tanto a la concentración de las materias resinosas y asfálticas. Este espesamiento se observa sobre todo en los aceites negros, que se emplean en los ferrocarriles, mientras que en los aceites claros, filtrados por carbón de madera y a los que se ha despojado de dichas materias asfálticas y resinosas, sólo se observa una ligera evaporación, sin la concentración en dichas materias ni el marcado espesamiento citado.

Para determinar dicha evaporación y espesamiento se procede como hemos descrito más arriba y sobre todo por el método del *Ensayo en capa delgada*.

En los últimos tiempos, el desarrollo de los métodos modernos de engrase, en los que se utiliza una circulación en ciclo cerrado, en virtud de la cual el mismo aceite pasa constantemente por los cojinetes, ha obligado al establecimiento de condiciones mucho más severas para la admisión de los aceites de engrase, en lo que concierne a la estabilidad de los mismos, sobre todo cuando han de ser empleados en turbinas de vapor, en las que están sometidos, durante un período largo de tiempo, a temperaturas elevadas. Con el fin de ensayar los cambios sufridos por estos aceites, Kissling (1) ha propuesto la realización de cuatro ensayos nuevos, con el fin de determinar otras tantas *constantes de resinificación* designadas con los nombres de:

Valor de alquitrán.

Valor de cok.

Valor de formación de alquitrán.

Valor de formación de cok.

(1) *Chem. Zeit.*, 30, pág. 932.—31, pág. 378.—32, pág. 938.—33, pág. 521.—*Chem. Umschau*, 13, pág. 302.—16, pág. 3.—*Petroleum*, 3, págs. 108 y 938.

La determinación de estas constantes se realiza como sigue:

a) *Valor de alquitrán.*—Se toman 50 gramos del aceite a ensayar, en un Erlenmeyer, provisto de un tapón y de un tubo recto de 60 centímetros de largo, que desempeña el oficio de condensador a reflujo, tratándolos con 50 centímetros cúbicos de una solución alcohólica de potasa (preparada por tratamiento de 50 gramos de una solución acuosa de potasa al 7,5 por 100 con 50 gramos de alcohol) calentando el conjunto a 80 grados y agitándolo después de manera vigorosa y continua durante cinco minutos, realizado lo cual la mezcla, aun caliente, se transvasa a un embudo de decantación, dejándolo en reposo con calor, hasta separación de las dos capas acuosa y de aceite, dejando después enfriar, para separar la mayor cantidad posible de la solución acuosa alcalina, que contendrá todas las materias alquitranáceas contenidas en el aceite y que, después de filtrada para separar las partículas sólidas arrastradas, se lleva a un embudo de decantación, en el que se trata con 50 centímetros cúbicos de benzol, agitando bien el conjunto, dejando separar, retirando la capa de benzol, reemplazándola con otra cantidad igual de este cuerpo, volviendo a agitar, dejando reposar de nuevo y retirando también la nueva porción de benzol, con lo cual todas las materias alquitranáceas se habrán extraído de la solución alcalina. Las dos porciones de benzol así separadas, se unen, llevándolas, en una cápsula tarada, a un baño-maría, hasta evaporación completa del disolvente, secando el residuo en una estufa durante treinta minutos y pesando después cápsula y residuo, una vez fríos. Este peso, disminuído en la tara de la cápsula y reducido a 100 gramos del aceite, constituye el llamado *valor de alquitrán*.

b) *Valor de cok.*—El aceite procedente del tratamiento anterior, es decir libre ya de las materias alquitranáceas, se trata con 500 centímetros cúbicos de éter de petróleo (del

que por lo menos un 90 por 100 destile entre 30 y 80 grados), lavando también con el mismo éter el frasco, embudo de decantación y filtro empleados en la determinación anterior. Se deja después reposar el conjunto durante doce horas, se decanta el líquido y se recoge el sedimento de cok en un filtro (secado a 105 grados hasta peso constante), lavándolo primero con el éter de petróleo y después con agua caliente, secándolo a 105 grados y pesándolo, descontando después de este peso el del filtro, para hallar así el del residuo de cok, que es lo que constituye, reducido a 100 gramos del aceite, el llamado *valor de cok*.

(No se debe perder de vista que este peso hallado incluye el de algunas sustancias asfálticas, ya que el asfalto duro es insoluble en el éter de petróleo.)

c) *Valores de formación de alquitrán y de formación de cok.*—Para realizar estas determinaciones se somete el aceite a un caldeo a 150 grados durante cincuenta horas y, después de ello, se determinan en él los valores de alquitrán y de cok según acabamos de explicar. La diferencia entre estos valores y los primitivamente hallados constituyen los valores buscados.

Según Holde (1), estos métodos, debidos a Kissking, encuentran dificultades cuando se trata de aceites que posean una tendencia grande a la resinificación; en estos casos el tratamiento con álcali da lugar a la precipitación de masas coposas, que dificultan la separación de los cuerpos alquitranáceos del aceite no atacado. Por ello, Schwarz y Marcussou (2) emplean para esta determinación el método que describiremos al tratar de los aceites para transformadores.

7. Combustión espontánea de los aceites minerales.—Si se deposita una aglomeración de trozos de *coton*,

(1) *Hidrocarbóns oils etc*, pág. 189.

(2) *Zeit. angewandte Chem.*, 26, páginas 385 y 432.

impregnados de grasas, en un lugar en el que se hallen sometidos a una temperatura relativamente elevada, sin que haya corrientes de aire que faciliten la pérdida del calor de oxidación de dicho aceite, que por el gran estado de división en que se halla expondrá mucha superficie al contacto del aire, se origina una elevación progresiva de la temperatura de la masa de algodones, hasta llegar en ocasiones un momento en que se inflama espontáneamente. En este fenómeno reside la causa de muchos incendios observados en talleres y fábricas, sobre todo en las de hilados y tejidos, que no se sabe a qué atribuir. Es por ello de importancia disponer de un método que permita ensayar los aceites de engrase para determinar su aptitud de oxidación y elevación de temperatura, sobre todo cuando se hallan impregnando algodones y otros residuos textiles.

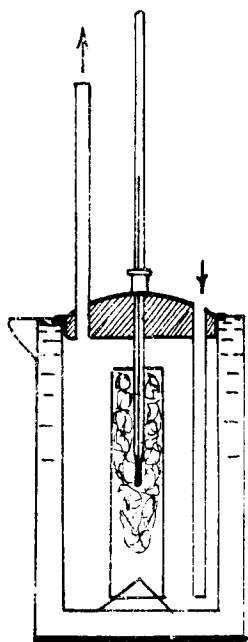


Figura 88.
Aparato de Mackey.

Para ello se aplican diversos aparatos, entre los cuales uno de los más prácticos es el de Mackey, que consiste (fig. 88) en un recipiente de cobre, estañado al interior, de dobles paredes y de un alto de 200 milímetros y un diámetro de 150; el espacio entre las paredes se halla lleno de agua, estando el orificio de carga de ésta provisto de un condensador a reflujo, con el fin de evitar la evaporación a sequedad de dicha agua cuando se la hace hervir. Este recipiente está cerrado por una cubierta de doble pared o fondo, que tiene un orificio para dejar paso a un termómetro y de la que arrancan dos tubos, uno de los cuales penetra hasta casi el fondo del recipiente interno y el

otro, exterior a éste, se eleva sobre la tapa de 15 a 20 centímetros; el objeto de ambos es producir una circulación de aire en el interior del aparato. Por último, en el interior del mismo va un cilindro de tela metálica, cuyo objeto es contener los algodones engrasados que han de rodear el termómetro.

Para operar con este aparato se pesan 14 gramos del aceite, vertiéndolos en una cápsula que contenga siete gramos de huata de algodón pura, removiéndolo bien con la mano para que el aceite quede repartido de manera uniforme en toda la masa de algodón, lo que es la condición precisa para el buen éxito del ensayo; logrado esto se coloca el algodón bien apretado en el cilindro de tela metálica, situado en el interior del recipiente antes citado y de manera que rodee el termómetro, colocando después la cubierta, en la que se fija el termómetro mediante una especie de prensaestopas, de tal modo que la marca roja del mismo quede enrasada con la parte superior de la tuerca de aquél. Se empieza a calentar el conjunto llevando al agua a la ebullición y manteniéndola así durante todo el tiempo del ensayo, anotando las indicaciones del termómetro de tiempo en tiempo y según periodos iguales.

Si se trata de un aceite no peligroso se tardará una hora hasta que el termómetro llegue a marcar los 100 grados y la temperatura queda después estacionaria, sin elevarse más; pero si se trata de un aceite peligroso, se verá subir la temperatura rápidamente, hasta alcanzar los 200 grados y más, antes de hora y media de caldeo.

El riesgo de incendio es tanto mayor cuanto más oxidables son los aceites, con valores de iodo elevados y valores muy altos en el ensayo térmico de Maumené. Los aceites minerales son inofensivos por no oxidarse y, no sólo presentan dicha ventaja, sino que también hacen inofensivos a los aceites fijos, si se hallan mezclados con ellos en una

cierta proporción, variable con la naturaleza de cada aceite. Sin embargo, si una mezcla de aceite fijo y aceite mineral llega a caldearse de manera peligrosa, el peligro de incendio es mucho mayor que con el aceite fijo solamente, a causa del punto de inflamación más bajo de muchos de aquéllos, que facilitan la propagación una vez alcanzada la temperatura peligrosa.

8. **Investigación de los aceites de resina en los aceites minerales.**—En la destilación de la resina de pino con vapor se obtiene un aceite de trementina volátil y un residuo, designado, como es bien sabido, con el nombre de colofonia. Cuando se destila esta última en retortas se obtiene, además de la esencia de resina o *pinolina*, volátil y de gran movilidad, un *aceite pesado de resina* que hierve por encima de los 300 grados y que contiene hidrocarburos, principalmente derivados del reteno. Tanto este aceite bruto como el refinado, se emplean como lubricantes, si bien son de poco valor para esto, a causa de su tendencia a la resinificación, como se ve por la inspección de la siguiente tabla, en la que se dan las pérdidas por evaporación de estos aceites, comparados con los aceites derivados del petróleo:

| ACEITES | Pérdidas por evaporación en tanto por ciento después de un caldeo de | |
|-----------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-------------------------|
| | Cinco horas a 100 grados. | Dos horas a 170 grados. |
| Aceite pesado de resina | 0,40 a 0,80 | 5,6 a 7,4 |
| Aceite mineral para ejes. | 0,05 a 0,10 | 0,5 a 1,8 |
| Aceite mineral para máquinas. | 0,06 a 0,13 | 0,6 a 1,1 |

Dadas estas diferencias, y como en muchas ocasiones los lubricantes minerales se adulteran con aceite de resina, se comprende la importancia que presenta la caracteri-

zación de estos últimos. Para realizarla se pueden seguir, entre otros, los siguientes métodos:

a) *Ensayo a la acetona de Demski y Morawski* (1).—Este método se halla basado en que, mientras el aceite de resina es miscible de todas proporciones con la acetona, los aceites minerales exigen para disolución completa varias veces su peso de acetona. Se tomará pues el aceite insaponificable a ensayar, mezclando una porción del mismo con un peso igual de acetona, y si se obtiene una disolución clara, se podrá afirmar que se trata de un aceite de resina, que a lo más contenga una pequeña proporción de aceite mineral; si se observa un residuo insoluble, éste estará constituido por aceite mineral. La acetona debe ser pura y a ser posible seca, que es en la que es más soluble el aceite de resina; en opinión de Wiederhold (2), la presencia de aldehído en la acetona no tiene importancia para los resultados del ensayo.

b) *Método polarimétrico.*—Observando al polarímetro el aceite a ensayar, decolorado si es oscuro por filtración a través de negro animal, se podrá caracterizar la presencia del aceite de resina, debido a que este aceite es dextrogiro, con una rotación que varía entre 30 y 40 grados aproximadamente, mientras que los aceites minerales son ópticamente inactivos, salvo algún tipo aislado que ha dado una rotación de 1,2 grados. Por tanto, si un aceite da una rotación sensible al polarímetro se podrá afirmar que el aceite tiene mezcla de aceite de resina, cuya proporción será tanto mayor cuanto mayor sea la desviación observada.

c) *Método de Mac Ilhiney* (3).—En un matraz de 700 centímetros cúbicos, se toman 50 centímetros cúbicos de ácido nítrico de 1,2 de densidad, que se llevan a la ebullición, lograda la cual se apaga el mechero y se vierten en

(1) *Dingl. Polyt. Journ.*, CCLVII, pág. 82.
 (2) *Analyst*, XVIII, pág. 206.
 (3) *Journ. Soc. Chem. Ind.*, XIV, pág. 198.

seguida en el ácido, gota a gota, cinco gramos del aceite a examinar, calentando después el matraz al baño-maría, con agitación frecuente durante quince o veinte minutos, transcurridos los cuales se añaden 400 centímetros cúbicos de agua fría y se enfria por completo el líquido. Si existe aceite de resina, el tratamiento con el ácido nítrico lo transformará en una resina roja, insoluble en esencia de petróleo, sin alterar el aceite mineral; por consiguiente, si el líquido antes obtenido se trata por esencia de petróleo, que disolverá el aceite mineral, se podrá recuperar éste por evaporación del disolvente una vez separada la disolución por diferencia de densidad y pesado del residuo así obtenido; se ha visto que por el tratamiento se pierde un 10 por 100 de dicho aceite mineral y, por lo tanto, bastará dividir el peso hallado por 0,9, para tener el contenido en aceite mineral del peso examinado.

d) *Ensayo Liebermann-Storch* (1).—Este ensayo está basado en la coloración que una disolución de aceite de resina en ácido acético, da por la adición de una gota de ácido sulfúrico. Para aplicarlo se procede como sigue:

En una probeta seca se toman dos centímetros cúbicos del aceite a examinar, añadiéndole tres centímetros cúbicos de ácido acético anhidro ligeramente calentado y agitando el conjunto durante uno o dos minutos, después de lo cual se deja enfriar y, tomando la capa de ácido mediante una pipeta, se la lleva a un tubo de ensayo, añadiéndole una gota de ácido sulfúrico de 1,53 de densidad, que producirá si existe aceite de resina una coloración muy pasajera, que varía entre el rojo violáceo y el rojo cereza; también se puede verter el contenido de la probeta en un filtro mojado con ácido acético, por el cual sólo filtrará la disolución acética, mientras que el aceite queda en el filtro, recogiendo el fil-

(1) *Journ. Soc. Chem. Ind.*, VII, pág. 185.

trado en el tubo de ensayo y siguiendo el ensayo como precedentemente. La coloración que da el aceite mineral, que en general es amarillo o pardo amarillento, puede ser lo suficiente fuerte para enmascarar la reacción y, con el fin de hacerla más visible, se puede tomar una gota del filtrado acético en un tubo de ensayo, diluyéndola con uno o dos centímetros cúbicos de ácido acético y añadiendo la gota de sulfúrico a este líquido diluido, con lo que la coloración violeta característica del aceite de resina es bastante más marcada. Según Morawski, la coloración del aceite mineral es tanto más fuerte cuanto más alta es la temperatura a que se realiza el tratamiento con el ácido acético, por lo que recomienda realizar la extracción en frío, con lo que la coloración del aceite mineral es mucho más pálida y no entorpece tanto la observación de la coloración de la resina. Este mismo investigador refuta la afirmación de Storch, según el cual la presencia de fitosterol o de colesterol, contenidos en las grasas y aceites vegetales y animales da una coloración violeta con el ácido sulfúrico, que falsearía el ensayo que nos ocupa, y establece que, en general, los aceites fijos sólo dan una coloración amarillo-verdosa o amarillo-pardusca, por lo que, procediendo por comparación con un ensayo realizado en iguales condiciones con un aceite fijo puro, se podrá en general apreciar si existe o no aceite de resina; por tanto, no existe dicho inconveniente, aun en el caso de contener el aceite mineral mezcla de aceites fijos, y si en algún caso particular se lo encontrase se deberá aplicar la reacción de Liebermann-Morawski, muy recomendada por Lewkowitsh, según la cual se saponificará primero el aceite y se agitará después el jabón disuelto con éter, para separar las materias insaponificables, separando después los ácidos grasos, disolviendo una pequeña cantidad en ácido acético anhidro y tratando la disolución por el ácido sulfúrico según el método explicado.

e) *Ensayo de Holde* (1).—Agitando vigorosamente cinco centímetros cúbicos del aceite con cinco de ácido sulfúrico de 1,60 de densidad, la capa ácida que se separa toma, en el caso de existir aceite de resina, una coloración roja que no se puede confundir con la que dan los aceites vegetales y animales y muchos aceites minerales, que es amarillo pálido. En opinión de Holde, este ensayo permite apreciar hasta la existencia de un 1 por 100 de aceite de resina; pero, según las experiencias de Archbutt y Deeley (2), esta reacción es mucho menos sensible que la de Liebermann-Storch, ya que la coloración roja sólo se diferenciará netamente de la que da el aceite mineral si la proporción de aceite de resina es superior al 10 por 100.

f) *Otro método*.—Un método, muy empleado en Alemania y que recomienda Formanek, consiste en agitar 10 centímetros cúbicos del aceite con 50 de alcohol al 70 por 100 en un frasco, dejando reposar, separando la capa inferior y filtrando la superior a través de un filtro mojado, tratando después un poco del filtrado con unas gotas de solución de acetato de plomo, que produce enturbiamiento lechoso y un depósito de copos amarillentos, si existe resina en el aceite examinado.

g) *Determinación cuantitativa del aceite de resina según Storch*.—Se calientan suavemente 10 gramos del aceite, libre de grasas fijas, con 50 gramos de alcohol de 96 por 100 agitando el conjunto. El líquido decantado después de frío, unido al procedente de lavar el aceite mineral que quede como residuo, con una pequeña porción del alcohol y recogido en un Erlenmeyer tarado, se lleva al baño-maría para evaporar el alcohol. El residuo así hallado, que designaremos por A, se pesa y trata con 10 partes en peso de alcohol, en el que se disolverá el aceite de resina, cuya disolución se evapora para obtener así un nuevo residuo B,

(1) *Die Untersuchung der Schmiermittel*, pág. 115.

(2) *Lubrication and lubricants*, pág. 311.

que se pesa. Como en este residuo habrá una cierta porción de aceite mineral que se habrá disuelto, para determinarla bastará aplicar la siguiente fórmula:

$$\text{Gramos de aceite mineral disueltos} = \frac{A - B}{a - b} \cdot b$$

siendo *a* y *b* las cantidades de alcohol usadas respectivamente para disolver 10 gramos del aceite original y A gramos del primer residuo. Restando este peso así hallado del peso hallado de B, tendremos el verdadero peso de aceites de resina contenidos en los 10 gramos del aceite ensayado.

9. **Investigación de las materias asfálticas en los aceites minerales**.—Los lubricantes presentan a veces un contenido algo importante en materias asfálticas. Estas materias provienen, en parte, de las existentes ya originalmente en los petróleos brutos (mientras que los petróleos de Pensilvania y Rusia contienen una proporción muy pequeña, otros, como los de Alsacia, Hannover y California, contienen una proporción elevada) y en parte de algunas transformaciones parciales que tienen lugar durante la destilación de los mismos.

Según los trabajos de Zaloziecki, de Kramer y Bottcher y de Engler, la formación de los cuerpos asfálticos es debida a un proceso de polimerización, a la cual presta ayuda como catalizador el oxígeno. Esta opinión ha sido confirmada por Friedman (1), Holde (2), Kayser (3) y otros, habiéndose visto que la proporción de asfalto aumentaba en un aceite por el almacenado y que en ella intervenía también la acción de la luz.

La determinación del asfalto en los lubricantes es de

(1) *Petroleum*, 11, págs. 693 y 978.

(2) *Mitteilungen*, 27, pág. 116.

(3) *Untersuchung über die natürlichen Asphalte*.

mucha importancia, porque su presencia origina la resinificación de estos aceites en los cojinetes y la obstrucción de los canales de circulación, así como el pegado de los anillos de engrase, causando además la formación de depósitos en los cilindros. Para llevarla a cabo seguiremos los métodos expuestos por Holde, en su obra sobre análisis de aceites tantas veces citada.

Varios son los métodos a seguir, basados todos ellos en la precipitación de algunas de las sustancias asfálticas, por tratamiento de los aceites con disolventes apropiados. Como, según el disolvente que se emplee, variará la materia precipitada, los resultados obtenidos no representan valores absolutos, sino sólo comparativos.

a) *Determinación cualitativa de los asfaltos y resinas asfálticas.*—Se trata un centímetro cúbico del aceite con 40 centímetros cúbicos de *bencina normal*. (La importancia de la calidad de la bencina es muy grande, ya que, según estudios diversos, se ha visto que debe usarse una bencina que contenga sólo las fracciones más ligeras, puesto que de otro modo la solubilidad de los cuerpos asfálticos varía mucho. Por ello, el Kgl. Materialprüfungsamt, de Berlin-Lichterfelde West, ha establecido que el nombre de *bencina normal* se aplica a una bencina que tenga: una densidad entre 0,695 y 0,705 a 15 grados, unos límites de ebullición de 65 y 95 grados, determinados en un matraz de Engler, provisto de un deflegmador Le Bel-Henninger, de 40 centímetros, y que se halle lo más posible libre de compuestos no saturados y aromáticos.) El tratamiento en cuestión se realiza en un tubo de ensayo y, después de haber agitado el conjunto, se deja en reposo durante la noche. En aceites de color oscuro, el asfalto insoluble se presenta bajo la forma de copos oscuros que, recogidos en un filtro, recuerdan al asfalto; estos copos se redisuelven en benzol, se evapora después éste al baño maría y se obtiene un producto que no es fusible a la temperatura de dicho baño.

Si se disuelven 0,5 centímetros cúbicos del aceite en 14 centímetros cúbicos de éter sulfúrico y se añaden siete centímetros cúbicos de alcohol de 96 por 100, los asfaltos duros, insolubles en nafta, precipitan juntamente con cuerpos blandos análogos a la brea, constituyendo una masa correosa que se adhiere tenazmente en trozos al fondo del matraz y que es soluble en benzol, fundiendo además al baño maría.

b) *Determinación cuantitativa.*—Para realizarla hay que considerar separadamente los diversos tipos de sustancias asfálticas que se presentan en los aceites.

1.º *Asfaltos insolubles en nafta.*—En un matraz de 500 centímetros cúbicos se agitan cinco gramos del aceite con 40 veces su volumen de *bencina normal* (si el aceite contiene sólo una débil proporción de asfaltos se emplearán 20 gramos del mismo); después de la agitación se deja el conjunto en reposo durante veinticuatro horas, a una temperatura entre 15 y 20 grados, fuera del contacto de la luz directa, después de lo cual se decanta el líquido, filtrándolo por dos papeles de filtro, doblados juntos, lavando el residuo con bencina hasta que el líquido filtrado no deje residuo aceitoso alguno. Dicho residuo se redisuelve en seguida en benzol caliente, evaporando después la disolución en su mayor parte en un matraz y terminando la evaporación en una cápsula tarada, secando el residuo a 105 grados y pesándolo. Las sustancias extrañas, no disueltas en el benzol, pueden determinarse por filtración a través de un filtro tarado. Si se desea determinar el asfalto en suspensión, se determinará la cantidad de asfalto, primero, en el aceite original y después, en el mismo aceite filtrado y la diferencia entre los dos resultados dará el asfalto en suspensión.

2. *Asfalto insoluble en alcohol-éter (1 : 2).*—Se disuelven cinco gramos del aceite, bien mezclado, en 25 volúmenes de éter sulfúrico de 0,72 de densidad, operando en un matraz con tapón esmerilado y a la temperatura del labora-

torio. Después se añaden lentamente, con agitación constante y mediante una bureta, 12,5 volúmenes de alcohol de 96 por 100 y, después de una agitación final, se deja el conjunto en reposo durante cinco horas a 15 grados y se filtra rápidamente a través de un filtro plegado. El matraz y el filtro se lavan con una mezcla de alcohol de 96 por 100 y éter en las proporciones 1 : 2 hasta que 20 centímetros cúbicos del filtrado, evaporados, sólo den trazas de materia alquitranácea. La brea asfáltica lavada, que a veces contiene parafina y resinas, se redisuelve en el frasco y filtro en benzol caliente, evaporando después la disolución en un vidrio de reloj grande, que contenga un pequeño agitador

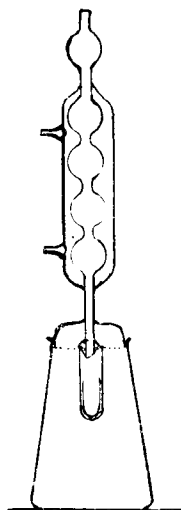


Figura 89.
Aparato de extracción de Holde.

de vidrio y que se halla tarado con éste. Siguiendo la recomendación de Engler y Albretch (1), el residuo se hierve con porciones sucesivas de 30 centímetros cúbicos de alcohol absoluto, removiendo con el agitador hasta que el extracto al enfriar no deje depositar ningún precipitado de parafina; entonces se secará y pesará. Este método de extraer la parafina se puede emplear siempre que el residuo obtenido sea de pequeño volumen, o cuando su color es pardo, pero no negro. Si, por el contrario, se ha obtenido una cantidad considerable de asfalto, el método descrito es inseguro, porque se corre el peligro de que no extrae totalmente la parafina. Por esta razón, Holde y Meyerheim (2) proponen otro método, basado en el empleo del aparato de extracción representado en la figura 89 y en el cual, como se ve, se evita cuidadosamente el empleo de tapones de corcho;

(1) *Ztsch. fur. angew. Chem.*, 14, pág. 913.
(2) *Chem. Ztg.*, 35, pág. 369.

en el extremo inferior del condensador hay dos ganchitos de vidrio, de los que suspende el cestillo de extracción, mediante un alambre de níquel o simplemente con un pequeño bramante. Para operar se precipita, como hemos descrito, la mezcla de asfalto y parafina, que se lava, se redisuelve en benzol caliente, se lleva a evaporación y se pesa después de secada a 105 grados; el residuo se disuelve o se pone en suspensión en 10 centímetros cúbicos de éter, añadiendo 12 gramos de negro animal previamente extraído con alcohol y de 10 a 15 gramos de arena, evaporando después cuidadosamente el éter en el baño-maria, llevando entonces la masa sólida al cestillo de extracción, que se tapa con un poco de algodón, con el fin de facilitar la extracción por reparto más uniforme del disolvente; se opera después de la misma manera con las trazas que hayan quedado adheridas al vidrio de reloj en que se realizó el tratamiento anterior, llevando la nueva masa obtenida también al cestillo de extracción. Se colgará entonces el cestillo en el aparato y se extraerá con alcohol absoluto, hasta que por una extracción final de una hora sólo se obtenga un residuo de miligramo y medio. Los líquidos de extracción reunidos se evaporarán, pesando el residuo, y la diferencia entre este peso y el hallado primeramente dará la cantidad existente de asfalto.

Estos dos procedimientos son de verdadera importancia técnica y están muy empleados en la industria; el primero se emplea principalmente para los aceites de engrase de vagones de ferrocarril y a veces para los aceites de cilindros, mientras que el segundo, más lento y engorroso, se aplica de preferencia a los aceites de cilindros.

3.º *Asfalto insoluble en alcohol amílico.*—Según Daeschner (1), el alcohol amílico precipita los asfaltenos y resinas blandas en los aceites que los contienen. Sin embargo,

(1) *D. R. P.*, 124980.

este procedimiento lucha con el inconveniente de que los aceites de cilindros son relativamente insolubles en el alcohol amílico.

10. **Investigación de la resina.**—Los lubricantes minerales aunque no hayan sido adulterados pueden contener en muchos casos resinas, que se supone se han formado en el petróleo original o en los diversos aceites, derivados del mismo por destilación, a consecuencia de un proceso de polimerización o de condensación de cuerpos no saturados, adicionados con oxígeno o azufre. Estos cuerpos resinosos se hallan en el aceite bajo forma coloidal, siendo apreciables en el ultramicroscopio (1).

Aparte de estas resinas naturales, pueden encontrarse algunas veces (aunque con alguna rareza) resinas del tipo de la colofonia, añadidas con fines adulterantes. Para su investigación, que es de bastante importancia, a causa de la acción que su presencia tiene sobre la facultad de esperarse o resinificarse un aceite, se pueden seguir dos métodos: uno cuantitativo y otro cualitativo.

a) *Investigación cualitativa de la colofonia.*—Esta investigación está basada en la elevada acidez de la colofonia que, constituida en su mayor parte por ácido abiético $C_{20}H_{30}O_2$, si se trata de resinas americanas, o por su isómero el pimárico, si procede de una resina francesa, posee un valor de ácido equivalente a 70 a 85 por 100 de ácido oleico. Por ello, el ensayo cualitativo de la colofonia que será innecesario si el aceite no tiene acidez, o si ésta es muy reducida, consistirá en agitar de 8 a 10 centímetros cúbicos de aceite con un volumen igual de alcohol de 70 por 100; una vez frío el conjunto, se filtra por un filtro humedecido con el mismo alcohol y el líquido filtrado se evapora. Si existe colofonia, el residuo sólido obtenido presen-

(1) HOLDK.—*Ztschr. f. Chem. u. Ind. d. Colloide*, 1908, pág. 274.

tará una consistencia resinosa, pero no aceitosa, y se lo disolverá entonces, removiéndolo con un agitador de vidrio, en una pequeña porción de anhídrido acético, añadiendo a la disolución una gota de ácido sulfúrico de 1,53 de densidad que producirá, si existe colofonia, una coloración violeta, la cual, al cabo de algún tiempo de reposo pasa a un pardo neutro.

b) *Investigación cuantitativa.*—Se disuelven de 5 a 10 gramos del aceite en 50 centímetros cúbicos de éter, agitando el conjunto después con otros tantos de solución de potasa, que contenga 10 gramos de KOH, 10 gramos de alcohol y 100 centímetros cúbicos de agua; la solución etérea, que separa por el reposo, se lava repetidas veces con agua, dos veces después con la solución potásica y de nuevo con agua hasta que ésta quede incolora. Todos los líquidos acuosos-alcalinos reunidos se agitan con 50 centímetros cúbicos de éter, para separar las partículas de aceite que se pudieran haber adherido mecánicamente, agitando el éter una vez separado con cinco centímetros cúbicos de álcali, que se añade al líquido anterior. Este se acidifica con HCl, después se agita con 50 centímetros cúbicos de éter y éste se lava después con agua, hasta que esté libre de ácido mineral; se lo evapora después en una cápsula tarada y el residuo sólido, después de secado, se pesa, multiplicando el peso hallado por 1,07, para hallar el peso de resina contenida en el aceite ensayado.

11. **Determinación del azufre.**—En general se ha prestado poca atención al azufre y a los compuestos orgánicos sulfurados que existen en los aceites minerales de engrase, y en ello se comete un error, sobre todo cuando el lubricante ha de ser empleado en servicios en los cuales el mismo aceite es usado en un ciclo cerrado, durante un gran período de tiempo; en estos casos el contenido en azufre debe ser muy reducido.

Para su determinación se puede seguir algunos de los métodos que hemos descrito al tratar de los aceites combustibles, siendo de advertir que la Institution of Petroleum Technologists recomienda en el caso de los lubricantes el método de la bomba calorimétrica.

(Continuará.)

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de agosto de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 418.719 |
| Antracita..... | 502 |
| TOTAL..... | 419.221 |

Coque..... 11.319 toneladas.
 Aglomerados..... 12.372 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 1.578 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | 64 |
| Lignito..... | 8.997 |
| TOTAL..... | 9.061 |

Producción de coque: > toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 36.418 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 19.437 |
| Antracita..... | 11.186 |
| TOTAL..... | 30.623 |

Aglomerados..... 6.827 toneladas.
 Coque..... 4.023 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 908 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 74.520 |
| Antracita..... | 19.865 |
| TOTAL..... | 94.385 |

Aglomerados..... 17.996 toneladas.
 Coque..... 1.302 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 14.661 |
| Antracita..... | 11.407 |
| TOTAL..... | 26.068 |

Aglomerados..... 18.400 toneladas.
 Coque..... > —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 831 |
| Coque de gas..... | 338 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 15.900 |
| Aglomerados de hulla... | 8.843 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 10.979 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.328 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla..... | 224 toneladas. |
|---------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-------------------|
| Coque..... | 25.339 toneladas. |
| Aglomerados..... | 4.258 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | » |
| Lignito..... | 3.092 |
| TOTAL..... | 3.092 |

Aglomerados..... » toneladas.
Coque de gas..... 30 —

Producción de combustibles durante los meses de enero a agosto de 1931

| | Meses anteriores | Agosto | TOTAL |
|------------------------|------------------|-----------|-----------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 333.020 | 42.960 | 375.980 |
| Hulla..... | 3.808.355 | 579.719 | 4.488.074 |
| Lignito..... | 214.109 | 26.385 | 240.494 |
| TOTAL..... | 4.355.484 | 649.064 | 5.104.548 |
| Coque metalúrgico..... | 384.845 | 49.679 | 434.524 |
| Aglomerados..... | 427.789 | 68.696 | 496.485 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a agosto de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Agosto | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|------------|------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero)... | 1.703.260 | 155.390 | 1.858.650 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 99.173 | 22.524 | 121.697 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 446.883 | 46.737 | 493.620 |
| Otros tipos..... | 352.515 | 46.401 | 398.916 |
| TOTAL..... | 2.601.831 | 271.052 | 2.872.883 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 17.686.192 | 2.348.812 | 20.035.004 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertoollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 3.440.628 | 338.908 | 3.779.536 |
| Gasolinas y similares..... | 1.271.818 | 226.655 | 1.498.473 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de agosto de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|-----------------------------------------|------------------|
| Almería | 14.778 |
| Badajoz..... | 417 |
| Coruña (Galicia)..... | 4.787 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra..... | 1.575 |
| Granada-Málaga | 15.208 |
| Huelva..... | » |
| Jaén | » |
| Murcia..... | 9.752 |
| Oviedo..... | 3.976 |
| Santander..... | 21.425 |
| Sevilla..... | 8.110 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel..... | 16.811 |
| Vizcaya..... | 115.590 |
| Zaragoza..... | » |
| TOTAL..... | 212.429 |
| Meses anteriores..... | 2.147.162 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 2.359.591 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|-----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona..... | » | 35 | » | » | » |
| Coruña..... | » | » | 2.501 | 192.200 | » |
| Guipúzcoa..... | 990 | 1.025 | » | » | » |
| Oviedo..... | 6.019 | 8.221 | » | » | » |
| Santander..... | 3.663 | 3.043 | » | » | » |
| Sevilla..... | » | » | » | » | » |
| Valencia..... | 7.139 | 9.902 | » | » | » |
| Vizcaya..... | 16.866 | 24.489 | » | » | » |
| TOTAL..... | 34.677 | 46.715 | 2.501 | 192.200 | » |
| Meses anteriores | 339.262 | 401.962 | 9.405.900 | 2.727.900 | 1.648.100 |
| T. A LA FECHA. | 373.939 | 448.677 | 9.408.401 | 2.920.100 | 1.648.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|------------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | » | » |
| Barcelona-Lérida..... | 250 | » |
| Ciudad Real..... | » | » |
| Córdoba..... | » | 202 |
| Guipúzcoa..... | 682 | » |
| Murcia..... | 934 | » |
| Oviedo..... | » | 666 |
| Santander..... | 7.289 | » |
| TOTAL..... | 9.155 | 868 |
| Meses anteriores..... | 70.618 | 6.104 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 79.773 | 6.972 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL | METAL | | | |
|-------------------|------------------|---------------------|----------------------|---------------------------|------------------------|
| | Toneladas | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba.. | » | » | » | 750.660 | » |
| Huelva... | 209.878 | 1.362.655 | » | » | » |
| Murcia... | » | » | » | » | » |
| Oviedo... | » | » | 25.888 | 44.489 | » |
| Sevilla.... | 526 | » | » | » | 16.000 |
| TOTAL.. | 210.404 | 1.362.655 | 25.888 | 795.149 | 16.000 |
| Meses anteriores | 1.797.249 | 8.904.415 | 346.287 | 4.741.090 | 129.000 |
| T. FECHA. | 2.007.653 | 10.267.070 | 372.175 | 5.536.239 | 145.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|------------------------------|--------------|
| Huelva | 596 |
| Oviedo..... | 92 |
| TOTAL | 688 |
| Meses anteriores..... | 6.391 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 7.079 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|-----------|-----------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 162 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona . . | 173 | » |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 412 | » |
| Córdoba..... | 1.827 | 2.973 |
| Granada-Málaga..... | 106 | 1.331 |
| Guipúzcoa..... | 46 | 801 |
| Jaén..... | 5.905 | 1.114 |
| Murcia..... | 1.104 | 3.945 |
| Santander..... | 514 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 10.249 | 10.164 |
| Meses anteriores..... | 71.345 | 73.749 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 81.594 | 83.913 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|-----------------------|------------|
| | Kilogramos |
| Granada-Málaga..... | 330 |
| Jaén..... | » |
| Córdoba..... | 2.410 |
| TOTAL..... | 2.740 |
| Meses anteriores..... | 19.910 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 22.650 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se jubila al Ingeniero Jefe de 1.^a clase D. Antonio Maury Uribe.

Se destina al Distrito minero de Guipúzcoa al Ayudante Mayor de 1.^a clase del Cuerpo de Minas D. Rodrigo Varo Zejalvo.

Se destina al Instituto Geológico y Minero de España al Ayudante Principal del Cuerpo de Minas D. Carlos Pellido y Larraz.

Con motivo de la jubilación del Sr. Maury se produce el siguiente movimiento de escala:

Asciende a Ingeniero Jefe de 1.^a clase D. Enrique Pineda y Sánchez Ocaña.

A Ingeniero Jefe de 2.^a clase D. Joaquín Benjumea Burín.

A Ingeniero 1.^o D. José Vigil Escalera y Bros.

A Ingeniero 2.^o D. Silverio Maestre Tardío.

Reingresa por el turno especial de Ingenieros que prestan servicio como Ayudantes D. Carlos Tapia Martínez.

Con motivo del fallecimiento del Sr. Cánovas Campillo se produce el siguiente movimiento de escala:

Asciende a Ingeniero Jefe de 2.^a clase D. Enrique Arias Quintela.

A Ingenieros primeros D. José Contreras Vilches, y por hallarse éste en situación de supernumerario, D. Ignacio Gortazar Manso.

A Ingenieros segundos D. Pablo Cavestany y de An-
duaga y D. Luis García-Alix y Fernández, y por hallarse
ambos en situación de supernumerarios, D. Arturo Alma-
zán San Miguel.

Ingresa como Ingeniero 3.º D. José Pérez Salado.

Se destina al Distrito minero de León al Ayudante 1.º
D. Abelardo Fueyo.

Se concede el pase a supernumerario al Ingeniero 2.º
D. Andrés Martínez de Velasco y Fresser.

Se destina al Distrito minero de Vizcaya al Ingenie-
ro 2.º D. Santiago Echevarría Ugarte.

Se concede el reingreso en el servicio activo del Cuerpo
al Ingeniero 2.º D. Santiago Oller Martínez.

Se destina a la Escuela de Capataces facultativos de
Minas de Cartagena al Ingeniero 3.º D. Carlos Tapia Mar-
tínez.

Se destina al Distrito minero de Huelva a los Ingenie-
ros Sres. D. Luis Grasset y D. José Pérez Salado.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas
durante el mes de septiembre de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Camarás oficiales mineras.

Concesiones mineras tituladas en el mes de septiembre de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE Hectáreas | PROPIETARIOS |
|------------|-----------------------|---------------------------------|-------------|-------------------------|------------------------------|
| Almería... | Benahadux y Huércal.. | Santa Bárbara..... | Azúfre..... | 258 | D. Normande Launay Oldham |
| Idem..... | Gádor..... | Santa Ana 2. ^a | Idem..... | 33 | » Onofre Ortega Torres. |
| Idem..... | Cuevas de Vera..... | Demasia a la Vecina.. | Hierro..... | 0,033 | Consortio de Almagrera. |
| Idem..... | Gérgal..... | Rosario..... | Idem..... | 4 | D. José Molero Levenfeld. |
| Idem..... | Los Gallardos..... | San Expedito..... | Idem..... | 21 | » Andrés Moya Martínez. |
| Idem..... | Cuevas de Vera..... | Opera..... | Plomo..... | 6 | Consortio de Almagrera. |
| Idem..... | Idem..... | Coreza..... | Idem..... | 17 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Enero..... | Idem..... | 14 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Levante..... | Idem..... | 9 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Substitución..... | Idem..... | 19 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Adición..... | Idem..... | 11 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | El Pasaje..... | Idem..... | 6 | Idem. |
| Castellón | Fredes y Bojar..... | Brunilla A..... | Carbón... | 108 | D. Enrique Gosálvez Fuentes. |
| Idem..... | Ballestar..... | Alberico A..... | Idem..... | 96 | Idem. |

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS | |
|---------------------|-------------------------------------|-------------------------------|---------------|------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|
| Ciudad Real | Almodóvar..... | Nueva San Ceferino... | Plomo.... | 109 | D. Vicente Lantero Fernández-Nespral. Compañía Minero Bético-Manchega. | |
| Idem..... | Mestanza..... | Segunda Belesar..... | Idem..... | 26 | | |
| León..... | Rodiezmo..... | Felipe..... | Cobre.... | 15 | D. Antonio Garre Rex. » Gumersindo Díez Santos. » José de Sagarminaga Santua. » Justo Estrada Carpintero. » Luis Suárez. » José María Fernández Solana. » Pedro Pardo Rubio. » Albero Blanco. » Juan Ríos Díez. » Dionisio González Miranda Idem. D. Manuel Sánchez de la María. » Angel Alvarez Reyero. » Eugenio Gómez Sánchez. » Antonio Garre Rex. | |
| Idem..... | Sobrado..... | 1.ª Demasia a José María | Grafito.... | 2,034 | | |
| Idem..... | Pola de Gordón..... | Ampliación a Santa Bárbara. | Hierro.... | 115 | | |
| Idem..... | Albares..... | Navaleo..... | Hulla.... | 6 | | |
| Idem..... | Cabrillanes..... | Esperanza..... | Idem.... | 30 | | |
| Idem..... | Carrosera..... | Descuidada..... | Idem.... | 26 | | |
| Idem..... | Folgosa de la Ribera.. | Quiqui..... | Idem.... | 85 | | |
| Idem..... | Igüena..... | Ampliación a Renovación .. | Idem.... | 32 | | |
| Idem..... | Matallana..... | Mary Sol 2.ª..... | Idem.... | 9 | | |
| Idem..... | Idem..... | 1.ª Demasia a Casualidad .. | Idem.... | 15,6640 | | |
| Idem..... | Idem..... | Regional..... | Idem.... | 8 | | |
| Idem..... | Noceda y otros..... | La Grande..... | Idem.... | 2,776 | | |
| Idem..... | Soto y Arico..... | Desconocida..... | Idem.... | 10 | | |
| Idem..... | Valdepiélagos..... | Montañesa 2.ª..... | Idem.... | 35 | | |
| Idem..... | Valdeleja..... | Descuidada..... | Plomo.... | 10 | | |
| Madrid..... | Alameda del Valle y Otero del Valle | Josefina..... | Hierro.... | 20 | | D. José Ventura Martín. |
| Navarra... | Baztán..... | Mourgues..... | Idem.... | 43 | | D. Francisco Echeverría Goñi. |
| Sta. Cruz Tenerife. | Arico..... | Morra Alta..... | Indeterminado | 30 | D. Domingo de la Rosa del Pino. | |
| Idem..... | Idem..... | Tamadaya..... | Idem.... | 30 | Idem. | |
| Idem..... | Idem..... | Fuente Blanca..... | Idem.... | 20 | D. Antonio Yáñez Rodríguez. | |
| Idem..... | Candelaria..... | Galería de los Mocanos. | Idem.... | 30 | » Pablo Padrón del Castillo. | |
| Idem..... | Fasnia..... | Archifira..... | Idem.... | 20 | Comunidad La Prosperidad. | |
| Idem..... | Guía de Izora..... | Niágara..... | Idem.... | 40 | D. Francisco González González. | |
| Idem..... | La Orotava..... | Ntra. Sra. de la Candelaria.. | Idem.... | 50 | Comunidad de Aguas El Drago. | |
| Idem..... | Idem..... | Los Barbuzanos..... | Idem.... | 42 | Comunidad Los Barbuzanos. | |
| Idem..... | Idem..... | Idem..... | Idem.... | 72 | Súbd. de Explotación Aguas -Salto del Hío- | |

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero de las provincias de Alicante, Almería, Barcelona, Córdoba, Jaén, Logroño, Navarra, Santander, Tenerife, Teruel y Zaragoza.

Catastro minero.

Legislación

MINISTERIO DE FOMENTO

Orden disponiendo que durante el mes actual rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo los mismos precios vigentes en el mes de agosto último. ("Gaceta" del 3.)

Ilmo. Sr: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de septiembre rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo efectuada por dicho organismo los mismos precios vigentes en el mes de agosto actual, o sean los establecidos en 29 del pasado julio. (*Gaceta* del 31.)

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 31 de agosto de 1931.—P. D., *Gordón Ordás*.
Señor Director general de Minas y Combustibles.

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Personal.

Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero Jefe del Distrito minero de Jaén. ("Gaceta" del 8.)

Vacante la plaza de Ingeniero Jefe del Distrito minero de Jaén,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provisión de la misma entre Ingenieros Jefes del Cuerpo de Mi-

nas, en servicio activo, de acuerdo con lo dispuesto en la Orden ministerial de 24 del pasado mes de agosto. (*Gaceta* del 26.)

Los aspirantes a la referida vacante la solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general durante el plazo de veinte días hábiles, a contar de la fecha de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y expirando el mismo a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 2 de septiembre de 1931.—El Director general,
F. Gordón Ordás.

Decreto nombrando Vocal del Consejo de Administración de las Minas de Almadén y Arrayanes al Ingeniero de Minas D. Primitivo Hernández San Pelayo. ("Gaceta" del 9.)

Como Presidente del Gobierno de la República y a propuesta del Ministro de Hacienda,

Vengo en nombrar Vocal del Consejo de Administración de las Minas de Almadén y Arrayanes al Ingeniero de Minas D. Primitivo Hernández San Pelayo en la vacante producida por la jubilación de D. Cleto Marcelino Rubiera y García.

Dado en Madrid a ocho de septiembre de mil novecientos treinta y uno.—*Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Hacienda, *Indalecio Prieto Tuero*.

Orden resolviendo el informe emitido por la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta al personal. ("Gaceta" del 13.)

Ilmo. Sr.: Visto el informe emitido por la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta al personal:

Considerando que han sido examinadas como casos de revisión la provisión de una de las plazas de Profesores auxiliares de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas que se anunció en 23 de abril de 1925, y para la que fué nombrado D. Isidoro Rodrigáñez, con fecha 9 de julio del mismo año; y la de Profesor de Metalurgia y Siderurgia general de la misma Escuela, anunciada en 30 de septiembre de 1927, que después de varias modificaciones del concurso se desdobló en dos Cátedras, para las que se nombraron a D. Juan Jesús Inciarte Córdoba y a D. Eustaquio Fernández Miranda, y asimismo la provisión de la Cátedra de Electrotecnia, para la que fué nombrado D. Manuel Querejeta y Goena,

Este Ministerio, de acuerdo con el Consejo de Ministros, ha tenido a bien aprobar la propuesta de la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura, en cuanto a personal se refiere, y disponer que por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas se informe indicando si las explicaciones, textos y resultados adaptados y obtenidos por D. Isidoro Rodrigáñez, como Profesor auxiliar de la misma, responden a la competencia y modernidad que debe ser norma de buena enseñanza; y que asimismo informe la Junta de Profesores indicando si considera en orden pedagógico adecuado las explicaciones y asiduidad en el aula y prácticas de sus asignaturas respecto a las Cátedras desempeñadas por D. Juan Jesús Inciarte Córdoba y D. Eustaquio Fernández Miranda, dictaminando también la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas acerca de la labor realizada por D. Manuel Querejeta y Goena como Profesor de la Cátedra de Electrotecnia.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos. Madrid, 8 de septiembre de 1931.—*Alvaro de Albornoz.*

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Orden disponiendo que por el Director del Instituto Geológico y Minero de España se proceda a revisar el nombramiento de Ingeniero a favor de D. José Messeguer Pardo. ("Gaceta" del 13.)

Ilmo. Sr.: Visto el informe emitido por la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura, en lo que afecta al personal, y considerando que entre los casos de revisión examinados incluye el de nombramiento de Ingeniero agregado al Instituto Geológico y Minero de España a favor de D. José Messeguer Pardo,

Este Ministerio, de acuerdo con el Consejo de Ministros, ha tenido a bien aprobar la propuesta de la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura y disponer que por el Director del Instituto Geológico y Minero de España se proceda a revisar dicho nombramiento.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos. Madrid, 8 de septiembre de 1931.—*Alvaro de Albornoz.*

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Orden aprobando la propuesta de la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta a personal y disponiendo se anulen los nombramientos de los señores que se mencionan. ("Gaceta" del 16.)

Ilmo. Sr.: Visto el informe de la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta a personal que incluye, entre los casos de revisión que consideran deben hacerse, los siguientes que afectan a la Sección de Combustibles:

Jefe de la Sección, D. Francisco Gómez Rojas.—Por

Real orden de 6 de agosto de 1927 (*Gaceta* del 11) fué nombrado Vocal representante del Estado en el Consejo Nacional de Combustibles en la vacante producida por renuncia del Ingeniero de Minas D. Eustaquio Fernández Miranda. Por Real orden de 27 de agosto de 1927 fué nombrado Vicepresidente del Comité Ejecutivo de Combustibles Sólidos. En virtud de lo dispuesto en el artículo 3.º del Real decreto de 14 de abril de 1928 (*Gaceta* del 15) fué nombrado Jefe de la Sección de Combustibles por Real orden de 23 de mayo siguiente.

D. Adriano García Loygorri y Murrieta.—El Real decreto de 6 de enero de 1926 (*Gaceta* del 8) creó la plaza de Secretario del Consejo Nacional de Combustibles, que había de proveerse con un funcionario público en posesión del título de Ingeniero de Minas o Industrial, según lo establecido en el artículo 2.º Por Real orden de 2 de febrero de 1926, y de conformidad con el precepto anterior, fué nombrado Secretario de dicho Consejo. Fijada la plantilla de los dos Negociados de la Sección de Combustibles por Real orden de 23 de mayo de 1928, en cumplimiento del Real decreto núm. 697 de 14 de abril anterior, fué nombrado Ingeniero de la Sección por Real orden de 25 de mayo de 1928. Por último, disuelto el Consejo Nacional de Combustibles por Real orden de 28 de marzo de 1930, por el que se creó el Comité Ejecutivo de Combustibles, fué nombrado Secretario de dicho Comité por Real orden de 11 de abril de 1930.

D. Gustavo Morales y de las Pozas.—Por Real orden de 8 de abril de 1926 (*Gaceta* del 9) fué nombrado Ingeniero de la Oficina del Consejo Nacional de Combustibles y por Real orden de 23 de mayo de 1928 fué destinado a la Sección de Combustibles.

D. Antonio Cordero y López del Rincón.—Por Real orden de 14 de enero de 1928 fué nombrado Ingeniero del Consejo Nacional de Combustibles y por igual disposición

que la anterior pasó a la Sección de Combustibles. Y que por Real orden de 1.º de abril de 1930, dictada en cumplimiento del Real decreto de 28 de marzo del mismo año (*Gaceta* del 31), que suprimió el Consejo Nacional de Combustibles, fueron confirmados en sus cargos, quedando adscritos todos ellos a la repetida Sección de Combustibles, proponiéndose por la Subcomisión sean anulados dichos nombramientos y se cubran las vacantes producidas con arreglo a las disposiciones vigentes.

Considerando que de los cuatro nombramientos a que se alude, uno de ellos, el de D. Antonio Cordero, ha producido ya la vacante por haber sido destinado a la Jefatura del Distrito minero de Ciudad Real,

Este Ministerio, de acuerdo con el Consejo de Ministros, ha tenido a bien aprobar la propuesta de la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta a personal y disponer se anulen los nombramientos de D. Francisco Gómez Rojas, D. Adriano García Loygorri y Murrieta y D. Gustavo Morales y de las Pozas, y que se proceda a la provisión de estas tres plazas y de la que ya está vacante actualmente con arreglo a las normas prescriptas en la Orden ministerial de 24 del pasado mes de agosto.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos. Madrid, 4 de septiembre de 1931.—*Alvaro de Albornoz*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Anunciando hallarse vacantes tres plazas de Ingenieros subalternos del Cuerpo de Minas en la Sección de Combustibles y otra de Jefe de dicha Sección. ("Gaceta" del 17.)

Vacantes tres plazas de Ingenieros subalternos del Cuerpo de Minas en la Sección de Combustibles,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provisión de las mismas entre Ingenieros del citado Cuerpo y categoría, en servicio activo, de acuerdo con lo que dispone la Orden ministerial de 23 del pasado mes de agosto (*Gaceta* del 26).

Los aspirantes a las referidas vacantes las solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general, durante el plazo de veinte días naturales, a contar de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y, expirado el mismo, a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 14 de septiembre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

* * *

Vacante la plaza de Jefe de la Sección de Combustibles,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provisión de la misma entre Inspectores generales o Ingenieros Jefes del Cuerpo de Minas en servicio activo, de acuerdo con lo que dispone la Orden ministerial de 23 del pasado mes de agosto (*Gaceta* del 26.)

Los aspirantes a la referida vacante la solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general, durante el plazo de veinte días naturales, a contar de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y, expirado el mismo, a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 14 de septiembre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

Orden desestimando reclamación formulada por don Francisco Pato Quintana en nombre de su hijo don Manuel Pato Salazar. ("Gaceta" del 18.)

Ilmo. Sr.: Vista la propuesta de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta a per-

sonal, acerca de la instancia suscrita por D. Francisco Pato Quintana, solicitando, al amparo del Decreto de 20 de mayo último, se revise la situación de su hijo D. Manuel Pato Salazar, Mozo que fué del Laboratorio del Distrito minero de la provincia de Murcia:

Resultando que con fecha 9 de agosto de 1920 fué nombrado Mozo del Laboratorio del Distrito minero de referencia el hijo del reclamante, D. Manuel Pato Salazar, con el haber anual de 1.500 pesetas, cesando en sus funciones con fecha 3 de julio de 1924, por haberse suspendido el funcionamiento de los Laboratorios de los Distritos mineros, por Real decreto de aquella fecha, cesando también el resto del personal adscrito a dichos organismos:

Resultando que considerándose perjudicado el Sr. Pato Salazar con la disposición que acordaba su cesantía, solicitó se le considerase excedente forzoso con los dos tercios de su haber, cuya petición, después de oída la Asesoría jurídica y el Consejo de Estado, se desestimó por Real orden de 13 de marzo de 1927:

Resultando que contra dicha disposición ministerial recurrió el Sr. Pato Salazar al Tribunal Supremo, formulando demanda contenciosoadministrativa, que fué resuelto por sentencia de 16 de mayo de 1929, absolviendo a la Administración general del Estado y declarando firme y subsistente la Real orden recurrida:

Resultando del informe de dicha Comisión revisora que aunque en rigor pudiera haberse abstenido de entender en el asunto, por no acreditarse la representación con que actúa el reclamante, no ha vacilado en hacerlo en el deseo de actuar con la mayor amplitud de garantías para el reclamante, si bien se ve precisada a proponer se desestime aceptando íntegramente los fundamentos de derecho de la sentencia anteriormente citada, que además confirma el dictamen del Consejo de Estado,

Este Ministerio, de acuerdo con el Consejo de Minis-

tros, ha tenido a bien aprobar la propuesta de la Comisión revisora, desestimando, en consecuencia, la reclamación formulada por D. Francisco Pato Quintana, en nombre de su hijo D. Manuel Pato Salazar.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos. Madrid, 4 de septiembre de 1931.—*Alvaro de Albornoz*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Nombrando Ayudantes de Minas a los señores que se mencionan. ("Gaceta" del 29.)

Resultando que de conformidad con lo dispuesto en el Decreto de 3 de junio del corriente año, por el que se concede el derecho a examen para pasar al Cuerpo de Ayudantes de Minas a los funcionarios pertenecientes en la actualidad a los de Celadores de Policía minera y Delinquentes de Minas que se hallan en posesión del título oficial de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas, por Orden ministerial de 9 del referido mes se autorizó la oportuna convocatoria para celebrar los mencionados exámenes de aptitud:

Resultando que nombrado el Tribunal y presentadas en término las instancias documentadas, dieron comienzo los ejercicios de que se componen estos exámenes de aptitud, y una vez terminados, el mencionado Tribunal eleva a esta Superioridad la propuesta para la admisión en el Cuerpo de Ayudantes de Minas de los individuos que cita según el número que obtuvieron en el sorteo para actuar en los exámenes:

Considerando que en la convocatoria y tramitación de esos exámenes se han cumplido todos los preceptos legales vigentes,

Este Ministerio ha tenido a bien aprobar la propuesta del mencionado Tribunal, nombrando Ayudantes de Minas a los señores que a continuación se expresan, ordenados

según el número que obtuvieron en el sorteo para la actuación en los exámenes:

Don Cándido Campos Nieto.
Don Alejandro Marín Villaseca.
Don Calixto Luis de Llanos López.
Don Manuel M.^a de la O. Navarro y Osorio.
Don Félix Casimiro Manzanares Cid.
Don Julián Hernández Cabanillas.
Don Valeriano Ramón Palomo Osorio.
Don José M.^a Rubio Alcaraz.
Don Ginés José Moncada Ferro.
Don Carlos Moreno y López de Lara.
Don Francisco Merelo Azañón.
Don José M.^a Arcauz Mendizábal.
Don Gregorio Ramírez Gil.
Don Federico Pinós Ramirez.
Don José M.^a Fernández Peláez.
Don Antonio Sereno Calvo.
Don Alfredo Montalvo González.
Don José Aquilino Álvarez González.
Don Félix Melián Abajo.
Don Juan José Trenado Muñoz.
Don Pedro Marín Villaseca.
Don Casto Celestino Mora y López.
Don Mariano García Jové.

Si bien entendiéndose que los referidos nombramientos no tendrán efectividad en tanto que en el Presupuesto del Ministerio de Fomento no se consignen los créditos necesarios para los mismos.

Lo que de orden del señor Ministro comunico a V. S. para su conocimiento y demás efectos.

Madrid, 24 de septiembre de 1931.—El Director general,
F. Gordón Ordás.

Señor Ordenador de Pagos por obligaciones de este Ministerio.

Orden disponiendo que durante el próximo mes de octubre rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo los mismos precios vigentes en el mes de septiembre actual. ("Gaceta" del 30.)

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de octubre rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo efectuada por dicho organismo los mismos precios vigentes en el mes de septiembre actual, o sean los establecidos en 31 del pasado agosto (*Gaceta* de 3 del corriente).

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 29 de septiembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

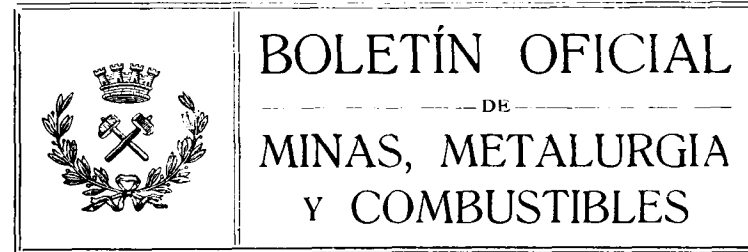
INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayo y caracterización de los aceites y grasas industriales</i> , por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Vilegas (continuación)..... | 755 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de agosto de 1931 | 808 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a agosto de 1931..... | 811 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a agosto de 1931 | 811 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de agosto de 1931..... | 812 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 815 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de septiembre de 1931..... | 817 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de Fomento.—Orden disponiendo que durante el mes actual rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo los mismos precios vigentes en el mes de agosto último..... | 820 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Personal.—Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero Jefe del Distrito minero de Jaén..... | 820 |

| | <u>Páginas</u> |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Decreto nombrando Vocal del Consejo de Administración de las Minas de Almadén y Arrayanes al Ingeniero de Minas D. Primitivo Hernández San Pelayo. | 821 |
| Orden resolviendo el informe emitido por la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta al personal..... | 821 |
| Orden disponiendo que por el Director del Instituto Geológico y Minero de España se proceda a revisar el nombramiento de Ingeniero a favor de D. José Messeguer Pardo..... | 823 |
| Orden aprobando la propuesta de la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta a personal y disponiendo se anulen los nombramientos de los señores que se mencionan..... | 823 |
| Anunciando hallarse vacantes tres plazas de Ingenieros subalternos del Cuerpo de Minas en la Sección de Combustibles y otra de Jefe de dicha Sección.... | 825 |
| Orden desestimando reclamación formulada por don Francisco Pato Quintana en nombre de su hijo don Manuel Pato Salazar..... | 826 |
| Nombrando Ayudantes de Minas a los señores que se mencionan..... | 828 |
| Orden disponiendo que durante el próximo mes de octubre rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo los mismos precios vigentes en el mes de septiembre actual.... | 830 |



Boletín Oficial de Minas, Metalurgia y Combustibles



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE

ENSAYO Y CARACTERIZACION DE ACEITES
Y GRASAS INDUSTRIALES

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. LUIS TORÓN VILLEGAS

(Continuación)

12. **Determinación del caucho.**—Caucho no vulcanizado se añade en ocasiones, con fines adulterantes, a un aceite de engrase para aumentar su viscosidad y poder deslizante; en ocasiones esta adición se reconoce al tacto por una sensación pegajosa; pero no hay que dar mucho crédito a este fenómeno, que también es producido por la adición de jabones. Para su investigación se pueden seguir diversos métodos:

a) *Precipitación en solución etérea por medio de alcohol.*—10 gramos del aceite se disuelven en 20 centímetros cúbicos de éter y esta solución se trata con suficiente alcohol para producir la precipitación del caucho y no originar ninguna separación del aceite (alrededor de 40 centímetros cúbicos). Después de un cierto reposo, para que se deposite el caucho precipitado, se recogerá éste en un filtro,



se lo lavará con alcohol-éter (1 : 2), se secará y se pesará. Si en el aceite existiesen jabones, que precipitarían con el alcohol, se los descompondrá previamente con ácido clorhídrico, lavando después el conjunto con agua, para separar el ácido en exceso y los cloruros formados, antes de realizar la adición de alcohol.

b) *Método de Budde (1) modificado por Hinrichsen-Kingscher (2).*—Este, que es el método recomendado provisionalmente por el Materialprüfungsamt, consiste en lo siguiente:

La mayor parte del aceite se separa del caucho mediante un tratamiento previo con acetona; del residuo de este tratamiento se toma 0,1 gramo, que se deja hinchar en 15 centímetros cúbicos de una solución que contenga cinco centímetros cúbicos de cloroformo, añadiendo después a la mezcla 10 centímetros cúbicos de una solución que contenga cinco centímetros cúbicos en 100 centímetros cúbicos, de cloroformo y dejando el todo en reposo, durante cinco horas, en agua de hielo, después de lo cual se transvasa a una cápsula, en la que se lava con cloroformo; se añaden tres a cuatro volúmenes de nafta y el precipitado se recoge por filtración, lavándolo en el filtro con alcohol, hasta que aparezca blanco y los líquidos que filtren sean incoloros, continuando los lavados con agua caliente y después con alcohol y éter; se secará después el filtro con el precipitado, se lo funde con una mezcla de carbonato sódico y potásico, cuidando de no calentar por encima del rojo, y la masa fundida se disuelve en agua y cuando está fría se acidifica la solución con ácido nítrico, añadiendo después nitrato argéntico, calentando a ebullición, recogiendo el precipitado y determinando el bromuro de plata según el método ordinario. De la cantidad de bromo hallada se deduce la proporción de

(1) *Gummi Ztg.*, 24, pág. 4.

(2) *Material prüfungswesen*, Springer, Berlín.

caucho por multiplicación por 0,425, por equivaler 319,7 de Br a 136,1 de $C_{10}H_{18}$ (caucho).

13. **Contenido en jabones.**—Los lubricantes minerales pueden estar mezclados con jabones anhidros, con el fin de mejorar sus condiciones de consistencia y adhesión. Con el mismo objeto se mezclan también con diversas sustancias inorgánicas, entre las que citaremos el grafito, el talco, cal, barita, etc., y con otras orgánicas, como el almidón. Todas estas adiciones se realizan en la mayoría de los casos con fines fraudulentos.

Para la investigación de estas adiciones se procede como sigue: Se tratan 0,5 centímetros cúbicos del aceite por 5 a 10 centímetros cúbicos de esencia de petróleo, redistilada por debajo de 75 grados, agitándolos hasta disolución completa del aceite o su desintegración completa; según que suceda una de estas dos cosas se considerarán dos casos distintos:

1.º *Si se obtiene una disolución completamente clara*, se añadirá a la misma un centímetro cúbico de una disolución saturada de ácido metafosfórico, obtenida agitando un exceso del ácido en polvo con alcohol absoluto en un frasco bien tapado (Reactivo de Schweitzer y Lungwitz), con lo que se producirá, si existen jabones aunque se hallen en proporción muy pequeña, un precipitado coposo, debido a que mientras el ácido metafosfórico es soluble en alcohol y en éter, no lo son los metafosfatos de aluminio con los metales alcalinos, que se forman si existen jabones de tales bases en el aceite. Una causa de error puede ser debida a la presencia de la ozokerita y de otras ceras minerales, que son precipitadas de sus disoluciones en la esencia de petróleo por el alcohol absoluto; por ello es recomendable ensayar la disolución en dicha esencia con alcohol absoluto y, si se obtuviese un precipitado, se disolverá una nueva porción del aceite en éter ordinario, tratando la disolución así for-

mada con el reactivo antes citado, el cual, si da precipitado, indicará sin motivo de error la existencia del jabón, ya que las disoluciones etéreas de ozokerita no precipitan por el alcohol absoluto.

2.º Si queda un residuo insoluble en la esencia de petróleo, se disolverá, si es preciso por la pequeña cantidad de dicho residuo, una cantidad mayor del aceite en esencia de petróleo, recogiendo el residuo insoluble en un filtro pequeño, lavándolo con esencia, hasta que el líquido de lavado no deje por evaporación residuo graso alguno, secándolo después para evaporar la esencia y, tomando una porción del mismo, se lo trata, en un tubo de ensayo, con ácido clorhídrico, que descompondrá los jabones si existen, poniendo en libertad los ácidos grasos, que sobrenadarán en caliente o después de fríos; si la apreciación de este fenómeno no fuese clara y quedase algo de incertidumbre, se tratará el líquido una vez frío con éter, retirando después éste con una pipeta y evaporándolo sobre un vidrio de reloj, donde se hallarán los ácidos grasos, si existen, cristalizados al solidificarse y, si existe resina, se la reconocerá por sus caracteres físicos.

Aplicando al líquido del tubo los métodos del análisis mineral, se determinarán de la manera ordinaria las bases de los jabones añadidos.

El residuo insoluble en la esencia de petróleo, contendrá además de los jabones las materias insolubles añadidas, directamente al aceite o grasa, tales como grafito, barita, cal, talco, etc. Se los identificará según los métodos generales.

14. Determinación de la parafina.—Para esta determinación se seguirá el método originalmente establecido por Holde (1), con las modificaciones recomendadas por

(1) *Journ. Soc. Chem. Ind.*, XVI, pág. 362.

Formanek (1) y por Hamor y Padgett (2), operando como sigue:

Tres o cinco gramos de un aceite rico en parafina, o 10 gramos de un aceite pobre, se tratan en un tubo de ensayo con la cantidad suficiente de una mezcla a partes iguales de alcohol absoluto y éter para que se obtenga una solución clara. Se enfriará entonces el tubo, con su contenido, a una temperatura de -20 grados y se va agregando poco a poco más cantidad de la mezcla alcohol-éter, para ir haciendo desaparecer las partículas de aceite que se irán disolviendo, hasta que sólo queden depositados los cristales de parafina.

Si el aceite fuese rico en parafina, se lo disolverá primero en éter con un caldeo moderado y después se lo tratará con un volumen de alcohol igual al empleado de aquél.

El precipitado, o residuo de cristales de parafina, se recoge por filtración, a través de un filtro de papel colocado en un embudo que forma parte del aparato representado en la figura 90, en el que, como se ve, el embudo se halla rodeado de una mezcla frigorífica de hielo y sal común para mantenerlo a una temperatura de -20 grados, realizándose la filtración por succión. El precipitado se lava con la mezcla alcohol-éter, a partes iguales si se trata de parafina dura, o en la proporción 2/1 si es parafina blanda;

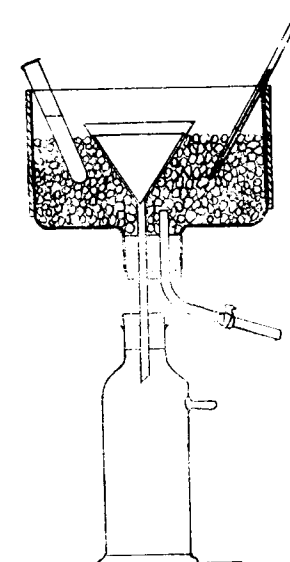


Figura 90.—Aparato para determinar la parafina.

(1) *Benzine and minerals lubricants*, pág. 138.

(2) *The examination of Petroleum*, pág. 18.

esta mezcla se mantiene a una temperatura de — 15 a — 20 grados, para lo cual es muy buena práctica conservarla en un tubo de ensayo colocado en el mismo depósito de mezcla frigorífica, tomándolo del tubo para cada lavado con una pipeta; los lavados, durante los cuales es conveniente agitar con un agitador el precipitado contenido en el filtro, se continúan hasta que 5 a 10 centímetros cúbicos del filtrado sólo dejen por evaporación a la temperatura ordinaria una ligera mancha grasienta o parafinosa, sin ninguna partícula aceitosa, en cuyo momento se suspenden los lavados. Si hubiese una duda acerca de que la parafina no estuviese aún libre de cualquier traza de aceite, se traslada el filtro a otro embudo, colocado sobre un matraz pequeño, y se disuelve el precipitado con la menor cantidad posible de benceno caliente, evaporando después éste, redisolviendo la parafina en cuatro o cinco centímetros cúbicos de éter caliente, mezclado con el doble de su volumen de alcohol absoluto, agitando bien, y enfriando de nuevo para precipitar otra vez la parafina, que se filtra y lava como anteriormente en el mismo aparato y a la misma temperatura de — 20 grados hasta separar de ella todo el aceite; esta reprecipitación es necesaria para los aceites ricos en parafina dulce, pues, si no se hace, precisa emplear tanto líquido para el lavado que se arrastrará parte de la parafina disuelta en dicho líquido.

Los líquidos filtrados se evaporan al baño-maría, disolviendo después el residuo en una pequeña cantidad de la mezcla de alcohol y éter, enfriando la solución como anteriormente y filtrándola a — 20 grados para recoger algún residuo de parafina, que se lava como la recogida anteriormente.

Las dos porciones de parafina se disuelven en el filtro con benceno caliente, que se recoge en un Erlenmeyer pequeño tarado y, adaptando a su cuello un tapón del que parte un condensador de Liebig, se somete a una destila-

ción suave hasta recoger todo el benceno, después de lo cual el Erlenmeyer con el residuo, que será la parafina, se seca a 105 grados, si se trata de parafina dura, o a 50 grados bajo el vacío, si se trata de parafina blanda que funde a menos de 45 grados, después de lo cual se pesa y, por diferencia con la tara, se conocerá el peso de parafina obtenida, del cual, conociendo el peso empleado de aceite, se deducirá la proporción que éste encierra de dicho cuerpo.

Si la parafina obtenida por este procedimiento presentase una coloración parda, debida a la presencia de cuerpos resinosos, se la extrae varias veces con alcohol absoluto caliente, separando la disolución del residuo insoluble de materias resinosas por filtración, evaporando después el filtrado para recoger la parafina del modo ya indicado.

15. **Ensayo de carbonización.**—Cuando un aceite de engrase se somete a una temperatura elevada, experimenta diversos cambios, que varían según la calidad del mismo y que proporcionan un medio de apreciación de dicha calidad. En el ensayo llamado *de carbonización* se incluye el llamado *ensayo de caldeo* y el *ensayo de carbonización* o de *determinación del residuo carbonoso*.

Para realizar el *ensayo de caldeo*, se puede calentar simplemente el aceite contenido en un Erlenmeyer, situado en un baño de arena, a una temperatura del *punto relámpago*, durante quince minutos y observar después el cambio experimentado en el color del aceite. En igualdad de condiciones, el mejor aceite es el que cambia menos de color y dentro de diversos cambios de color precisa que el aceite no se ennegrezca.

Waters (1) calienta para esto el aceite a 250 grados (482° F) en un baño de aire durante tres horas y determina después el porcentaje, que es insoluble en éter de petróleo.

(1) *Journ. Ind. Eng. Chem.*, 8, 587.

Este método ha sido ensayado por el *U. S. Bureau of Standards*, hallando que el horno empleado por Waters es poco recomendable por su fragilidad, sobre todo del termostato, y recomienda emplear una placa caliente, sobre la cual se colocan los Erlenmeyer que contienen las muestras de aceite, los que están sostenidos por una sencilla armadura, con el fin de que no estén directamente apoyados sobre la placa, sino que sólo sean calentados por la radiación de ésta.

Los aceites de engrase para compresores son ensayados por los americanos como sigue: Se pesan en una cápsula de platino 13 gramos del aceite, colocándolo en una estufa de paredes de cobre, calentada a 425 grados F (218° C) y manteniéndola a dicha temperatura durante seis horas, estando comunicado el horno con un aparato de succión, con el fin de absorber los vapores producidos sin que se inflamen. Transcurrido dicho tiempo se deja enfriar, se pesa y la pérdida de peso, dividida por el peso del aceite ensayado y multiplicada por 100, dará el porcentaje de productos volátiles. El aceite se disolverá entonces en gasolina, filtrándolo a través de un crisol de Gooch provisto de una capa delgada de amianto, secándolo después y pesándolo, incinerando el residuo en el filtro, enfriándolo y pesándolo de nuevo; la diferencia entre los dos pesos, antes y después de la incineración, dividida por 100, dará la proporción relativa de carbonización.

Para hallar el residuo de carbón en estos aceites se aplica el método de Gray, en el que se destilan 23 centímetros cúbicos de aceite en un matraz de destilación de vidrio duro, de Pyrex o mejor de sílice fundida, de un diámetro de una pulgada y tres cuartos (44,5 milímetros) y provisto de un tubo de salida situado a una pulgada (25,4 milímetros) de la parte superior del cuerpo esférico. La destilación se conduce a una marcha de una gota por segundo, continuándola hasta que el contenido del matraz

quede seco; si en el tubo de salida se hubiese formado algún depósito de carbón se lo quemará, haciendo salir fuera los productos de la combustión antes de destapar el matraz, después de lo cual se deja enfriar y se pesa; como se lo habrá pesado con el aceite antes del ensayo, la diferencia entre los dos pesos dará el peso de aceite destilado y de él, por una simple resta, se hallará el peso del residuo de carbón buscado.

La *American Society for Testing Materials* y la *Institution of Petroleum Technologists*, así como las normas oficiales americanas, recomiendan el empleo del método de Conradson (1) para esta determinación. Este método se aplica como sigue:

Se dispone un aparato con el representado en la figura 91 y constituido por un crisol de porcelana A, de forma abierta, de una capacidad de 25-26 centímetros cúbicos y un diámetro de 46 milímetros, situado en el interior de un

crisol de hierro Skidmore, de 45 centímetros cúbicos de capacidad, 65 milímetros de diámetro y 37 a 39 milímetros de alto, provisto de tapa, en la cual uno de los agujeros se ha tapado y de la que se han suprimido los tubos de desprendimiento; este crisol a su vez se halla dentro de un

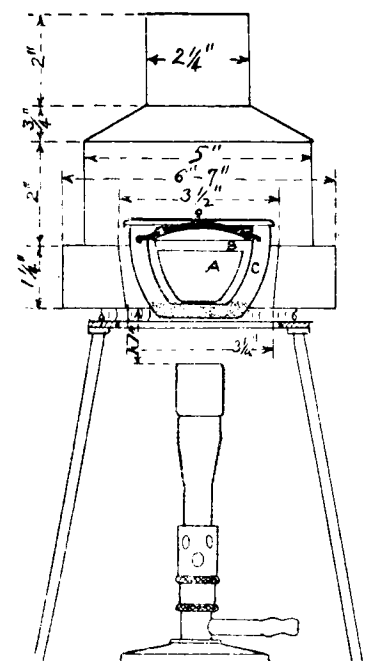


Figura 91.—Aparato de Conradson.

(1) *Journ. Ind. Eng. Chem.*, 1, 903 — *A. S. T. M. Standards*, 1918, 620.

tercer crisol C, de hierro forjado, con tapa, de una capacidad de 180 centímetros cúbicos, con un diámetro de 80 milímetros y un alto de 58-60 milímetros y en el cual se ha dispuesto una capa de arena de 10 milímetros con el fin de que el crisol Skidmore se halle aflorando con el borde superior de éste. El conjunto se halla apoyado, por el intermedio de un triángulo de hierro recubierto por tubos de porcelana y provisto en los centros de sus lados de ensanchamientos, para que la llama bañe por completo el crisol, sobre un trípode ordinario, de una altura suficiente para que la distancia del fondo del crisol a la parte superior del mechero sea de pulgada o pulgada y media. Apoyado en este trípode se halla un bloque de amianto o de chapa de hierro, hueco en este caso, cuadrado, de 6-7 pulgadas de lado, $1\frac{1}{4}$ a $1\frac{1}{2}$ pulgadas de alto y provisto en su centro de un hueco tronco cónico de $3\frac{1}{4}$ de pulgada de diámetro en su parte inferior y de $3\frac{1}{2}$ en su parte superior y cuyo objeto es servir de pantalla a la llama del mechero y distribuirla de manera uniforme alrededor del crisol.

Para operar con este aparato se pesan 10 gramos del aceite en el crisol de porcelana, colocando éste en el centro del crisol Skidmore y éste exactamente en el centro del crisol de hierro, colocando las cubiertas de los dos y encendiendo el mechero, regulado con llama alta para que rodee todo el crisol de hierro, aplicando al mismo tiempo la pantalla circular con chimenea E, cuyas dimensiones se indican en la figura. El caldeo se mantiene durante cuatro a siete minutos, según el volumen del aceite ensayado, disminuyendo la llama a un alto de dos a tres pulgadas hasta que los vapores del aceite se empiecen a inflamar sobre el crisol, regulando entonces el caldeo de manera que la llama de los vapores de aceite salga de una manera uniforme (esta llama no debe ser más alta de dos pulgadas sobre la chimenea del aparato); cuando cesa el desprendimiento de esta llama se aumenta el caldeo, regulándolo

como al principio y se mantiene así durante cinco minutos, conservando al rojo durante ellos el fondo del crisol, después de lo cual se retira el mechero, dejando el conjunto enfriar durante cinco minutos, abriendo después el aparato y retirando el crisol de porcelana, que se deja enfriar en un desecador y se pesa una vez frío. La duración del ensayo no debe ser mayor de media hora si la regulación del caldeo se realiza con el cuidado debido.

El peso del residuo, o sea la diferencia entre el peso hallado después de realizado el caldeo y la tara del crisol, permitirá calcular el porcentaje de residuo de carbón en el aceite ensayado.

La I. P. T. recomienda también el método de Ramsbottom tal como lo hemos descrito en otro lugar.

16. Determinación de las cenizas.—Para esta determinación se aplica el método general empleado en todas las sustancias combustibles. En consecuencia, se toman 10 gramos del aceite en una cápsula tarada, la que se coloca a la entrada de una mufla calentada por gas y mantenida al rojo sombra, encendiendo con una cerilla los vapores desde que se empiecen a desprender del aceite, colocando entonces la cápsula en una posición inclinada, para que el aceite arda rápidamente y se aspiran los humos por un orificio situado en la pared de fondo de la mufla; cuando sólo quede en la cápsula una masa carbonizada, se la introduce por completo en la mufla hasta que el carbono arda por completo, dejándola después enfriar en un desecador y pesándola una vez fría, deduciendo, por peso del residuo, el porcentaje de cenizas del aceite. En la manipulación de la cápsula cuando contenga las cenizas, se debe poner mucho cuidado, porque éstas frecuentemente son muy ligeras y susceptibles de ser arrastradas por débiles corrientes de aire.

17. **Determinación del contenido en agua.**—Para realizar esta determinación se opera según hemos explicado en otro lugar al tratar de diversos aceites.

18. **Índice de precipitación.**—Esta característica, que figura en numerosas especificaciones americanas sobre lubricantes, es el número de centímetros cúbicos de precipitado, formados cuando se tratan 10 centímetros cúbicos del aceite con 90 centímetros cúbicos de nafta de petróleo de calidad determinada. Para determinarlo se opera como sigue:

En dos tubos de centrifuga, del tipo del A. S. T. M. ya descrito al tratar de la determinación del agua, se pesan 10 centímetros cúbicos del aceite, terminándolos de llenar, hasta la marca de 100, con nafta que responda a las especificaciones siguientes:

- Densidad a 15 grados..... 0,695 a 0,705.
- Punto inicial de destilación .. De 45 a 55 grados.
- Punto final..... Por debajo de 120 grados.

Se cierran los dos tubos con tapones de corcho (nunca de goma), se los invierte veinte veces, se los lleva a un baño-maría a 30 grados durante cinco minutos, se los invierte de nuevo otras veinte veces y se los lleva después a la centrifuga, que se hará girar de 1.400 a 1.500 revoluciones por minuto durante diez minutos, al cabo de los cuales se para, se lee el volumen ocupado en los tubos por el sedimento, se vuelven a colocar en la centrifuga, se hace ésta girar otros diez minutos y se repiten estas operaciones hasta que dos lecturas den el mismo volumen. Éste constituirá el llamado *precipitation number*.

19. **Corrosión.**—Los aceites lubricantes pueden ejercer alguna acción corrosiva sobre las superficies engrasadas. Mientras esta acción es prácticamente despreciable

sobre los cojinetes, no sucede así en los cilindros, sobre todo cuando los lubricantes contienen aceites grasos que, bajo la acción del vapor recalentado, se descomponen en ácidos grasos y glicerina.

Para determinar en este último caso dicha acción corrosiva, se colocan de 25 a 30 gramos del aceite en una cápsula de ágata, cubierta por una tapa floja de cobre y apoyada sobre un tripode de cobre, que lleva una placa de fundición bien pulimentada y pesada, introduciendo el conjunto en un autoclave, donde se lo somete a la acción del vapor recalentado, regulando la presión mediante un manómetro regulador acoplado a un timbre de alarma y pesando la placa de fundición después de un cierto período de ensayo.

CAPITULO III

ENSAYOS FÍSICOS DE LOS LUBRIFICANTES

1. **Densidad.**—Esta determinación se realiza de la manera generalmente empleada, valiéndose de los diversos aparatos dedicados a ello, tales como los densímetros, picnómetros, frascos, balanza de Mohr, etc.

2. **Color.**—Para determinar el color de un aceite lubricante se empleará uno de los colorímetros existentes, siendo de advertir que la I. P. T. recomienda el colorímetro Lovibond y el U. S. Bureau of Mines el colorímetro Unión. Vamos a proceder a la descripción de ambos.

Colorímetro Lovibond.—Este aparato, llamado también *tintómetro*, es el utilizado en el método patrón de la I. P. T. y consiste (fig. 92) en un tubo de sección cuadrada, que se halla dividido longitudinalmente, por un tabique, en dos tubos de sección rectangular. En uno de estos tubos se coloca una célula especial, destinada a contener el aceite a

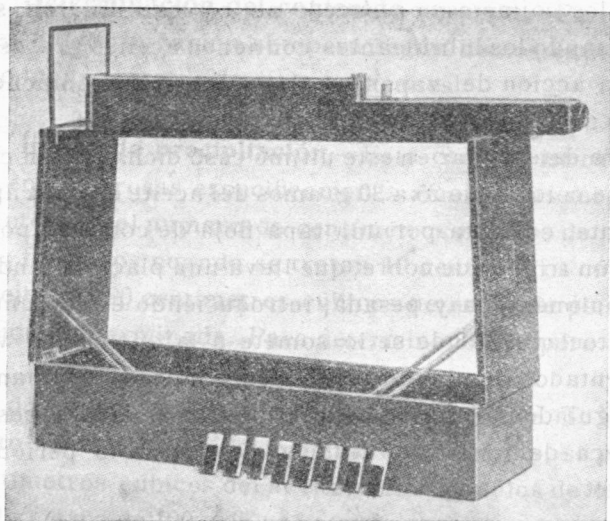


Figura 92.—Tintómetro Lovibond.

examinar y que, por tanto, tiene sus dos frentes de cristal; en el otro tubo está colocada una deslizadera, que sirve para situar en ella diversos vidrios de color, que forman una escala gradual. El aparato que, como se ve, se apoya sobre las tapas de la caja que lo contiene, está provisto de un reflector de porcelana, con el fin de que la luz empleada sea siempre de una tonalidad igual y, en el extremo opuesto a la célula del aceite y la deslizadera de los vidrios, lleva un pequeño ocular. Para determinar el color con este aparato se carga la célula con el aceite a ensayar (según el grado de color de éste, se emplean diversas células, con el fin de que la capa de aceite sea de un espesor tal que pueda ser atravesada fácilmente por los rayos luminosos), se coloca después la célula correspondiente en el tintómetro, se dirige éste hacia la luz empleada, utilizando el reflector de porcelana si se emplea luz artificial y, observando por el ocular las dos cámaras, se van colocando diversos vidrios en la deslizadera, hasta que se observe una concordancia

de color en los dos tubos; el vidrio utilizado en ese momento, constituirá el color del aceite examinado y por él se determinará el número de una escala de correspondencia, para designar dicho color por una cifra.

Colorímetro Unión.—Este es el colorímetro empleado oficialmente en Norteamérica, para los ensayos de color de los lubricantes. Está constituido (fig. 93) por una caja tu-

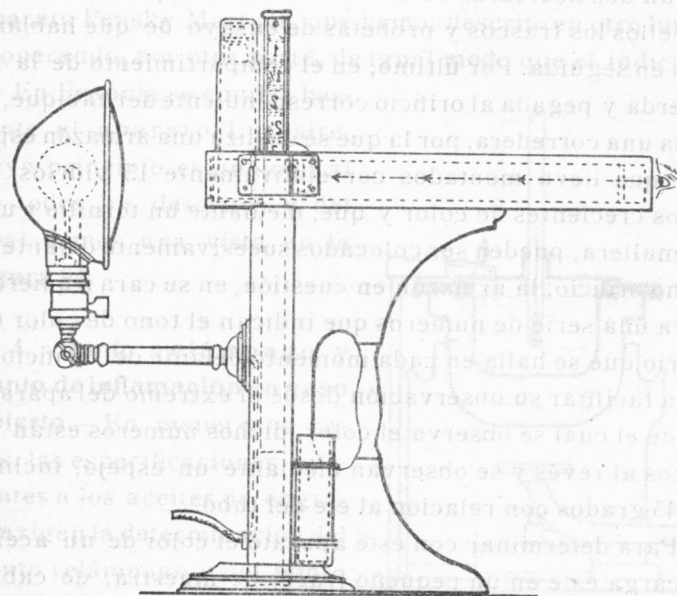


Figura 93.—Colorímetro «Unión».

recipiente empobrecido, de interior ennegrecido, que aproximadamente tiene 18" de largo, 1" y 1/2 de alto interior y un ancho que varía desde 2" y 1/8, en el extremo de observación, a 3" en el extremo de la iluminación; en el extremo de observación y a 1" y 1/8 del extremo, se halla colocado un tabique con un orificio en su centro de 1/2" de diámetro y en el extremo opuesto se halla montada una pieza rectangular de vidrio opal blanco puro, de un espesor de 1/16". Aproximadamen-

te a 2" y 1/8 de este extremo se halla un tabique vertical de 1" de espesor, provisto de agujeros situados simétricamente con relación a un plano central y cuyo diámetro es de 3/4" en el lado que mira a la luz y de 9/16" en el otro lado; entre el vidrio opal y este tabique se extiende un tabique longitudinal, que divide esta porción del tubo en dos cámaras iguales que, en su centro y en su cara superior, llevan dos aberturas de diámetro suficiente para introducir por ellos los frascos y probetas de ensayo de que hablaremos en seguida. Por último, en el compartimiento de la izquierda y pegada al orificio correspondiente del tabique, se halla una corredera, por la que se desliza una armazón especial que lleva montados correlativamente 15 vidrios de tonos crecientes de color y que, mediante un tornillo y una cremallera, pueden ser colocados sucesivamente delante de dicho orificio; la armazón en cuestión, en su cara izquierda, lleva una serie de números que indican el tono de color del vidrio que se halla en cada momento delante del orificio y, para facilitar su observación desde el extremo del aparato, desde el cual se observa el color, dichos números están escritos al revés y se observan mediante un espejo, inclinado 45 grados con relación al eje del tubo.

Para determinar con este aparato el color de un aceite, se carga éste en un pequeño frasco de muestra, de cabida de cuatro onzas o mejor y sobre todo si se trata de ensayos contradictorios, en una probeta especial; sea uno u otro el recipiente empleado, se lo introduce por el orificio superior del compartimiento de la derecha y por el orificio del otro compartimiento se introduce un frasco de muestra lleno de agua destilada; se enciende entonces la lámpara de iluminación, que consiste en una lámpara eléctrica encerrada en un reflector parabólico y con un vidrio especial que, en combinación con la luz de la lámpara, da un espectro muy aproximado al de la luz natural del Norte. Se empieza entonces a observar a través del orificio del otro extremo,

haciendo pasar ante el orificio del compartimiento de la izquierda la serie de cristales hasta que se observe una igualdad de tono en los dos orificios. El número del cristal entonces empleado será el tono de color del aceite examinado.

3. **Punto relámpago.**—En los aceites de engrase, el punto relámpago se determina generalmente mediante el aparato Pensky-Martens, que hemos descrito en otro lugar, y operando, por otra parte, de igual modo que el indicado.

En Francia se emplea bastante el aparato Luchaire, cuyo principio es análogo al de todos los descritos y del cual damos una vista en la figura 94.

4. **Punto relámpago y punto de inflamación en vaso abierto.**—En numerosos casos, las especificaciones referentes a los aceites de engrase exigen la determinación del punto relámpago y del punto de inflamación en vaso abierto. Para ello se pueden aplicar diversos aparatos.

La I. P. T. recomienda el empleo de un aparato Pensky-Martens (fig. 94 bis) en el cual se ha retirado la cubierta y se ha substituido por un collar, que mantiene el termómetro y la lámpara de prueba. Se empieza a calentar como en el método ordinario, ensayando con la lámpara, hasta que se observe el punto relámpago y, una vez obtenido éste, se sigue el caldeo y los ensayos hasta que el aceite se inflame y siga ardiendo de manera continua, por lo menos durante

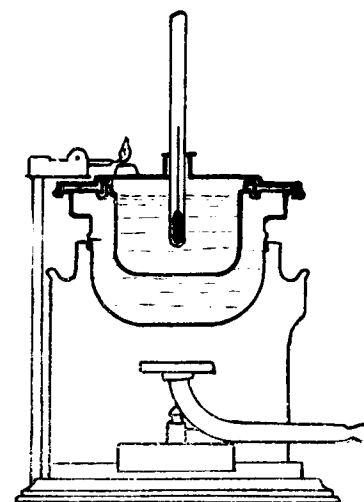


Figura 94.—Aparato Luchaire.



Figura 94 bis.—Aparato Pensky (abierto).

cinco segundos; la temperatura a la que esto suceda será el punto de combustión en vaso abierto.

La A. S. T. M. recomienda, en su método oficial D 92-24, el empleo del aparato Cleveland (fig. 95), que consiste en un depósito de aceite, de hierro, provisto cerca de su borde de un saliente y que se halla apoyado en una cavidad de una placa de hierro, cubierta a su vez por otra plaquita de amianto. El conjunto se halla sostenido por un trípode, del que sale un brazo, destinado a sostener el termómetro, cuya bola se mantiene sumergida en el aceite; la placa se calienta con un mechero y se van haciendo las pruebas acostumbradas, con una pequeña llama, hasta obtener el punto relámpago y más adelante el punto de inflamación.

Otro aparato muy empleado para las determinaciones en vaso abierto es el de Holde, que se representa en la figura 96 y que consiste en un crisol de porcelana, calentado en baño de aire y protegido por una pantalla.

5. **Viscosidad.**—Antes de proceder a describir los métodos encaminados a la determinación de la viscosidad, creemos

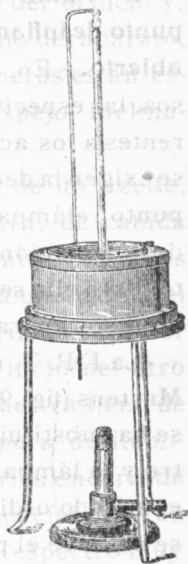


Figura 95. Aparato Cleveland.

conveniente hacer una descripción, siquiera sea breve, de este fenómeno y de su importancia en el caso de los aceites lubricantes.

Como es bien sabido, la viscosidad es una de las propiedades más importantes de un aceite de engrase, sirviendo su conocimiento para el establecimiento de un criterio acerca de la aplicabilidad del mismo al engrase. En la viscosidad influyen poderosamente dos factores: la *cohesión* y la *adhesión*, o sean, la fuerza que liga unas partículas del aceite con otras y la que las liga a la superficie de diversos cuerpos extraños sobre los que se vierten, o que se introducen en el aceite. Se comprende sin dificultad que cuanto más viscoso sea un aceite, más apropiado será para el engrase de superficies sometidas a presiones considerables, que tenderán a expulsar el aceite de entre las mismas y a las que se oponen la cohesión y adhesión citadas, que entorpecen dicha expulsión.

Si se tratase de un aceite de alumbrado, la viscosidad entorpecerá la ascensión de las partículas aceitosas a través de los capilares de la mecha; si de un aceite combustible, la viscosidad entorpecerá su circulación por las diversas tuberías y por los dispositivos de inyección en los motores.

En la determinación de las viscosidades hay que distinguir dos casos, según que se trate de determinar la *viscosidad absoluta*, o sea la *fuerza necesaria para producir el des-*

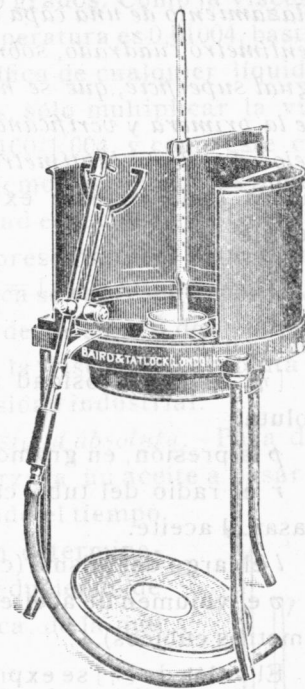


Figura 96.—Aparato de Holde.

plazamiento de una capa de líquido, de una superficie de un centímetro cuadrado, sobre otra capa del mismo líquido e igual superficie, que se halle a un centímetro de distancia de la primera y verificándose dicho desplazamiento con una velocidad de un centímetro por segundo. Esta fuerza se considera generalmente expresada por la fórmula de Poiseuille:

$$[\eta] = \frac{\pi \cdot p \cdot r^4}{8 \cdot v \cdot l} \cdot t$$

en la cual:

$[\eta]$ es la viscosidad absoluta, o fricción interna absoluta.

p la presión, en gramos por centímetro cuadrado.

r el radio del tubo capilar a través del cual se hace pasar el aceite.

l el largo del mismo (centímetros)

v el volumen de aceite pasado durante el tiempo t (centímetros cúbicos).

El valor de $[\eta]$ se expresaba antes en dinas; pero moderadamente se ha establecido una unidad especial en el sistema C. G. S., que es el *poise*, o sea la *dina-segundo por centímetro cuadrado*. Sin embargo, no hay unanimidad, entre los técnicos, acerca de la aceptación de esta unidad, y en lugar de la viscosidad absoluta se emplea frecuentemente la *viscosidad específica*, referida a la del agua a 0 grados o a la temperatura del experimento, es decir, a 20 grados.

El empleo de la viscosidad absoluta está siempre permitido; pero como los valores obtenidos son muy pequeños (0,01797 para el agua a 0 grados y 0,01004 para el agua a 20 grados) es más ventajoso el empleo de valores 100 veces mayores. La tendencia general, en la literatura científica y en la práctica industrial, es el realizar comparaciones, lo que parece justificar el empleo de la viscosidad específica, referida a una temperatura conveniente; para esto lo más

apropiado parece ser el agua a 20 grados. Como la viscosidad absoluta del agua a dicha temperatura es 0,01004, basta, para obtener la viscosidad específica de cualquier líquido, referida a la del agua a 20 grados, sólo multiplicar la viscosidad absoluta por el cociente 100/1,004, y como este cociente es muy próximo a 100, podemos para medidas industriales establecer que la viscosidad específica es el centuplo de la viscosidad absoluta; representándose ésta, como hemos dicho, por $[\eta]$, la específica se representa por $[\eta_e]$.

Para determinar las viscosidades se siguen dos métodos distintos, según que se trate de la viscosidad absoluta (o específica) o de la llamada viscosidad industrial.

a) *Determinación de la viscosidad absoluta*.—Para determinar esta viscosidad, se fuerza a un aceite a pasar a través de un tubo capilar, anotando el tiempo que emplea en pasar un volumen determinado, bajo una cierta presión, y deduciendo de este valor la viscosidad específica, de la que se pasa después a la absoluta.

El tubo capilar empleado puede afectar diversas formas, si bien siempre es un tubo en U. Un tipo muy empleado es el de Ubbelohde, que representamos en la figura 97.

Para determinar una viscosidad con este aparato, se acopla según se indica en la figura 98. Cerrada la llave b y abierta la a , se inyecta, mediante el fuelle C, aire en el embudo invertido B, sumergido en una gran probeta con agua, hasta que la presión en su interior, indicada por la diferencia de niveles del agua dentro y fuera del embudo, sea de 600 milímetros de agua, cerrándose entonces a . En el tubo en U se habrá introducido aceite, para lo cual se habrá sumergido su extremo o en una cápsula que contenga éste y, por succión aplicada en el extremo p , se habrá hecho ascender

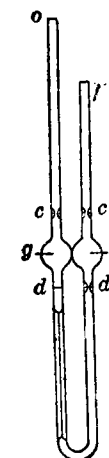


Figura 97.
Tubo de Ubbelohde.

el aceite, hasta llegar al medio de la curva; logrado esto, se habrá sumergido el tubo en el baño de agua D, que se lleva a la temperatura a la cual se desea realizar el ensayo, por medio del mechero *m*, y se conecta su extremo *o* con una de las ramas de la Y de vidrio T, mediante un tubo de goma, abriendo entonces *b* y observando cuidado-

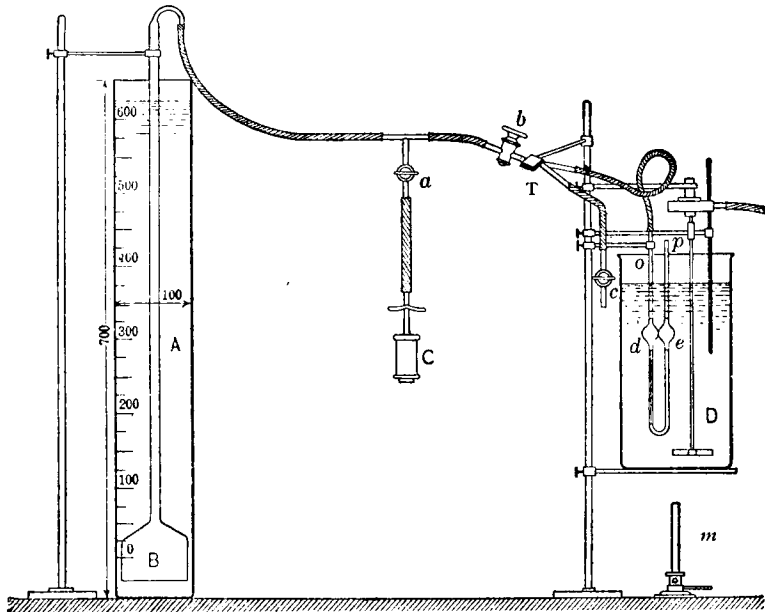


Figura 98.—Aparato de Ubbelhode.

samente el tubo en U, para anotar los momentos en los que el aceite llega a los puntos *d*₁ y *c*₁, después de lo cual, y como comprobación, se conectará T con el extremo *p* del tubo en U y se anotará el tiempo que tarda el aceite en subir de *d* a *c*, que debe ser el mismo que el hallado anteriormente.

(Continuará.)

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de septiembre de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 393.879 |
| Antracita..... | 496 |
| TOTAL..... | 394.375 |

Coque 11.325 toneladas.
 Aglomerados..... 13.614 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.993 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | 50 |
| Lignito..... | 7.815 |
| TOTAL..... | 7.865 |

Producción de coque: toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 34.659 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 17.377 |
| Antracita..... | 10.579 |
| TOTAL..... | 27.956 |

Agglomerados..... 6.626 toneladas.
 Coque..... 2.760 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 978 |

León

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 65.951 |
| Antracita..... | 23.488 |
| TOTAL..... | 89.439 |

Agglomerados..... 17.278 toneladas.
 Coque..... 1.089 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 17.495 |
| Antracita..... | 10.226 |
| TOTAL..... | 27.721 |

Agglomerados..... 20.029 toneladas.
 Coque..... —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.269 |
| Coque de gas..... | 321 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 15.500 |
| Aglomerados de hulla... | 7.014 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 7.914 |

Valencia

| | |
|------------------------|------------------|
| Coque metalúrgico..... | 7.040 toneladas. |
|------------------------|------------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|--------------|
| Aglomerados de hulla..... | > toneladas. |
|---------------------------|--------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-------------------|
| Coque..... | 19.803 toneladas. |
| Aglomerados..... | 3.955 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | > |
| Lignito..... | 2.754 |
| TOTAL..... | 2.754 |

| | |
|-------------------|--------------|
| Aglomerados..... | > toneladas. |
| Coque de gas..... | 33 — |

Producción de combustibles durante los meses de enero a septiembre de 1931

| | Meses anteriores | Septiembre | TOTAL |
|------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 375.980 | 44.789 | 420.769 |
| Hulla..... | 4.488.074 | 544.811 | 5.032.885 |
| Lignito..... | 240.494 | 23.723 | 264.217 |
| TOTAL..... | 5.104.548 | 613.323 | 5.717.871 |
| Coque metalúrgico..... | 434.524 | 42.371 | 476.895 |
| Aglomerados..... | 496.485 | 68.516 | 565.001 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a septiembre de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Septiembre | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero)... | 1.858.650 | 154.299 | 2.012.949 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 121.697 | 14.568 | 136.265 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 493.620 | 63.313 | 556.933 |
| Otros tipos..... | 398.916 | 27.354 | 426.270 |
| TOTAL..... | 2.872.883 | 259.534 | 3.132.417 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 20.035.004 | 2.072.054 | 22.107.058 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 3.779.536 | 471.206 | 4.250.742 |
| Gasolinas y similares..... | 1.498.473 | 386.382 | 1.884.855 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de septiembre de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|------------------------------------|------------------|
| Almería | 23.978 |
| Badajoz | » |
| Coruña (Galicia) | 2.508 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra | 1.747 |
| Granada-Málaga | 14.127 |
| Huelva | » |
| Jaén | » |
| Murcia | 7.880 |
| Oviedo | 3.774 |
| Santander | 20.317 |
| Sevilla | 9.015 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel | 24.036 |
| Vizcaya | 107.118 |
| Zaragoza | » |
| TOTAL | 214.500 |
| Meses anteriores | 2.359.591 |
| TOTAL A LA FECHA | 2.574.091 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona | » | » | » | » | » |
| Coruña | » | » | 77.730 | 25.770 | » |
| Guipúzcoa | 848 | » | » | » | » |
| Oviedo | 5.749 | 8.598 | » | » | » |
| Santander | 3.866 | 3.073 | » | » | » |
| Sevilla | » | » | » | » | » |
| Valencia | 6.479 | 6.950 | » | » | » |
| Vizcaya | 16.205 | 30.806 | » | » | » |
| TOTAL | 33.147 | 49.427 | 77.730 | 25.770 | » |
| Meses anteriores | 373.939 | 448.677 | 9.408.401 | 2.920.100 | 1.648.100 |
| T. A LA FECHA | 407.086 | 498.104 | 9.486.131 | 2.945.870 | 1.648.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|-------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería | » | » |
| Badajoz | » | » |
| Barcelona-Lérida | » | » |
| Ciudad Real | » | » |
| Córdoba | » | 194 |
| Guipúzcoa | » | » |
| Murcia | 3.128 | » |
| Oviedo | » | 635 |
| Santander | 7.436 | » |
| TOTAL | 10.564 | 829 |
| Meses anteriores | 79.773 | 6.972 |
| TOTAL A LA FECHA | 90.337 | 7.801 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL | M E T A L | | | |
|-------------------|------------------|---------------------|----------------------|---------------------------|------------------------|
| | Toneladas | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba | » | » | » | 730.110 | » |
| Huelva | 217.901 | 1.476.430 | » | » | » |
| Murcia | » | » | » | » | » |
| Oviedo | » | » | 23.416 | 33.227 | » |
| Sevilla | 288 | » | » | » | 15.000 |
| TOTAL | 218.189 | 1.476.430 | 23.416 | 763.337 | 15.000 |
| Meses anteriores | 2.007.653 | 10.267.070 | 372.175 | 5.536.239 | 145.000 |
| T. FECHA | 2.225.842 | 11.743.500 | 395.591 | 6.299.576 | 160.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|-------------------------|--------------|
| Huelva | 464 |
| Oviedo | 63 |
| TOTAL | 527 |
| Meses anteriores | 7.079 |
| TOTAL A LA FECHA | 7.606 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|---------------|---------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 569 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona.... | 177 | » |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 366 | » |
| Córdoba..... | 1.866 | 2.966 |
| Granada-Málaga..... | 103 | 1.370 |
| Guipúzcoa..... | 726 | 73 |
| Jaén..... | 5.808 | 252 |
| Murcia..... | 1.134 | 3.812 |
| Santander..... | 582 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 11.331 | 8.473 |
| Meses anteriores..... | 81.594 | 83.913 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 92.925 | 92.386 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|------------------------------|---------------|
| | Kilogramos |
| Granada-Málaga..... | .625 |
| Jaén..... | » |
| Córdoba..... | 1.621 |
| TOTAL..... | 2.246 |
| Meses anteriores..... | 22.650 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 24.896 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se nombra Jefe del Distrito minero de Jaén a D. Enrique Arias Quintela.

Se nombran Ayudantes primeros del Cuerpo de Minas, con el sueldo anual de 5.000 pesetas, a los Sres. D. Arsenio Folgueira Amandi, D. Gregorio Cabrera Florido, D. César Hevia Suárez y D. Angel Alvarez Morilla.

Se destina al Distrito minero de Palencia al Ayudante 1.º D. Angel Alvarez Morilla.

Al de Vizcaya a D. Arsenio Folgueira Amandi.

Al de Jaén a D. Santiago López Ortega.

Al de Palencia a D. César Hevia Suárez.

Al de Coruña a D. Laudemaro García Losa; todos ellos Ayudantes primeros.

Se jubila al Ingeniero Jefe de 1.ª clase D. Miguel Aldecoa Martínez.

Con motivo de la anterior vacante se produce el siguiente movimiento de escala:

Asciende a Ingeniero Jefe de 1.ª clase D. Anselmo Cifuentes y Pérez de la Sala.

A Ingeniero Jefe de 2.ª clase D. Antonio Modesto del Valle y Lersundi.

A Ingeniero 1.º D. Manuel E. Goyarrola y Aldecoa, y por hallarse éste en situación de supernumerario, D. Pablo Aldecoa Jiménez.

A Ingeniero 2.º D. Joaquín Mendizábal y Gortazar, y

reingresa como Ingeniero 3.º D. Andrés Cassinello Ba-
rroeta.

Se destinan a la Sección de Combustibles en las tres
vacantes de Subalternos que en la misma existen a los se-
ñores D. Luis Grasset y Echevarría, D. Enrique Centeno
Alonso y D. Gustavo Morales y de las Pozas.

Se destina al Laboratorio de la Escuela de Ingenieros
de Minas a D. Adriano García Loygorri.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de octubre de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras.

Concesiones mineras tituladas en el mes de octubre de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|--------------|--------------------|-------------------------------|------------------|------------------------------|--------------------------------|
| Alicante ... | San Fulgencio..... | Virgen de los Desamparados. | Cuarzo aurífero. | 28 | D. Severiano López Pérez. |
| Idem..... | Elda..... | Auxiliar Canto Domingo..... | Salés alcalinas | 61 | Ayuntamiento Elda. |
| Idem..... | Cox..... | Nuestra Sra. de las Virtudes. | Idem..... | 20 | D. José Pozuelo Ochando. |
| Idem..... | Crevillente..... | La Protectora..... | Idem..... | 19 | Sindicato Agua Fuente Antigua. |
| Almería.... | Albanchez..... | San Mateo..... | Hierro.... | 4 | D. Ramón García Sáez. |
| Idem..... | Almería..... | Tres Amigos..... | Idem..... | 20 | » Luis Martínez García. |
| Idem..... | Canjáyar..... | Casa de Esteban..... | Idem..... | 8 | » Juan Esteban Navarro. |
| Idem..... | Idem..... | San Félix..... | Idem..... | 28 | » Emilio Sánchez Jordán. |
| Idem..... | Idem..... | La Santa Cruz..... | Idem..... | 7 | » Luis Soria Hernández. |
| Idem..... | Illar..... | Las Nieves..... | Idem..... | 8 | » Alfonso Molina Viciana. |
| Idem..... | Instinción..... | San Antonio..... | Idem..... | 21 | » Antonio Ros Forte. |
| Idem..... | Níjar..... | Demasia a Belén..... | Idem..... | 242,752 | » José Manuel López Navarro. |
| Idem..... | Vera..... | María Isabel..... | Petróleo... | 83 | » Antonio Acosta Garzolini. |
| Idem..... | Idem..... | San Joaquín..... | Idem..... | 200 | » Francisco Caparros García. |
| Idem..... | Idem..... | Pensylvania..... | Idem..... | 144 | » Antonio Muñoz Gómez. |
| Idem..... | Idem..... | Elvira..... | Idem..... | 118 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Santa Teresita..... | Idem..... | 118 | D. Vicente Batllés Córdoba. |
| Idem..... | Cuevas..... | Primera..... | Plomo.... | 36 | Consortio de Almagrera, S. A. |

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|--------------------|-------------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|------------------------------|----------------------------------------|
| Almería... | Cuevas..... | Demasia a Redención | Plomo..... | 51,352 | D. Ubaldo Abad Terriza. |
| Barcelona.. | San Martín del Brull .. | Santa Teresa | Hierro | 55 | D. Francisco Lacambra Lacambra. |
| Idem..... | Segués y otros..... | Demasia a Xi | Salas potásicas. | 5,2428 | Fodina, S. A. |
| Idem..... | Cardona y otro..... | Séptima Demasia a Salinas Victoria | Idem..... | 16,3876 | D. Juan Vives Gibert. |
| Idem..... | Idem..... | Sexta Demasia a Salinas Victoria. | Idem..... | 2,2730 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Quinta Demasia a Salinas Victoria. | Idem..... | 6,8583 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Cuarta Demasia a Salinas Victoria. | Idem..... | 9,1908 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Tercera Demasia a Salinas Victoria | Idem..... | 10,4242 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia a 2.ª Nueva Cardona... | Idem..... | 39,5172 | Unión Española de Explosivos. |
| Idem..... | Idem..... | Demasia a Nueva Cardona..... | Idem..... | 38,9499 | Idem. |
| Córdoba... | Montoro..... | La Constancia 2.ª..... | Bismuto... | 30 | D. Miguel Juncal García. |
| Idem..... | Pozoblanco..... | San Agustín..... | Idem..... | 22 | » Juan Rodríguez Teruel. |
| Idem..... | Idem..... | Santa Bárbara..... | Idem..... | 42 | » Rafael Carreño Bujez. |
| Idem..... | Villanueva de Córdoba | Gloria..... | Idem..... | 40 | » José Calles Roldán. |
| Idem..... | Pedroches..... | Piedras Santas..... | Cinabrio .. | 48 | » Enrique Condesalazar Jiménez. |
| Idem..... | Idem..... | Piedras Santas 2.ª..... | Idem..... | 18 | Idem. |
| Idem..... | Hornachuelos..... | Santa Cristina y San Nicolás | Hierro..... | 96 | D.ª Cristina Sánchez de Toro. |
| Idem..... | Idem..... | La Desconocida..... | Idem..... | 20 | D. Emilio Fernández Fernández. |
| Idem..... | Montoro..... | Mina La Campana..... | Idem..... | 62 | » Juan Fernández Pérez. |
| Idem..... | Idem..... | Mina San Antón..... | Idem..... | 34 | Idem. |
| Idem..... | Espiel..... | La Capitana 3.ª..... | Hulla..... | 112 | C.ª Minera Bético Manchega. |
| Idem..... | Idem..... | Dolores..... | Idem..... | 20 | D. Francisco del Castillo Baquero. |
| Idem..... | Fuenteovejuna..... | Ampliación a Enero 2.º..... | Plomo..... | 11 | C.ª Minera Bético Manchega. |
| Jaén..... | Andújar..... | La Luna..... | Cobre..... | 100 | Minas del Centenillo, S. A. |
| Idem..... | Idem..... | Los Majuelos..... | Idem..... | 130 | Idem. |
| Idem..... | Jaén..... | La Repetida..... | Hierro..... | 6 | D. Ramón Jaraba Viejo. |
| Idem..... | Idem..... | Lino..... | Idem..... | 9 | » Alfonso Requena Castillo. |
| Idem..... | Idem..... | Carrizosa..... | Plomo..... | 17 | Minas del Centenillo, S. A. |
| | | | | 41,252 86 | S.ª Minera «Los Obreros». |
| Santander.. | Camaleño..... | Al Fin..... | Cinc..... | 17 | S. A. Minas de Cartes. |
| Idem..... | Idem..... | Margarita..... | Idem..... | 13 | D. Manuel Palacios Antón. |
| Sta. Cruz Tenerife | Arafo..... | Bienvenida..... | Indeterminado de la 3.ª sección. | 45 | D. Antonio Hernández Alonso. |
| Idem..... | Idem..... | Los Aguiluchos..... | Idem..... | 30 | Comunidad de «Los Aguiluchos». |
| Idem..... | Idem..... | El Espigón..... | Idem..... | 30 | D. Graciliano Hernández. |
| Idem..... | Idem..... | Fuente de la Cal..... | Idem..... | 30 | » Antonio Marrero García. |
| Idem..... | Idem..... | Salto Madroneros..... | Idem..... | 24 | » Juan Hernández García. |
| Idem..... | Adeje..... | El Ingenio..... | Idem..... | 20 | » Ramón Barroso Díaz. |
| Idem..... | Arico..... | Nuestra Sra. del Pilar. | Idem..... | 20 | Comunidad Nuestra Sra. del Pilar. |
| Idem..... | Buenavista..... | San Bernardino..... | Idem..... | 40 | D. Evelino Dorta Pérez. |
| Idem..... | Candelaria..... | La Helechera..... | Idem..... | 48 | La Helechera. |
| Idem..... | Idem..... | Las Nereidas..... | Idem..... | 45 | Comunidad «Las Nereidas». |
| Idem..... | Idem..... | Charco del Brezo..... | Idem..... | 20 | D. Virgilio Yáñez Díaz. |
| Idem..... | Idem..... | Fuente del Pino..... | Idem..... | 20 | » Juan Collado Núñez. |
| Idem..... | Carachico y otro..... | Agua Blanca..... | Idem..... | 72 | » Eugenio Machado Benítez. |
| Idem..... | Güímar..... | San Bartolomé..... | Idem..... | 20 | » Virgilio Yáñez Díaz. |
| Idem..... | Icod..... | Virgen del Amparo..... | Idem..... | 20 | » Antonio García Expósito. |
| Idem..... | Realejo Bajo..... | La Choza..... | Idem..... | 22 | » Lorenzo Machado Benítez. |
| Idem..... | Idem..... | La Trocha..... | Idem..... | 6 | » Ramón de Ascanio León. |
| Idem..... | Idem..... | Fuente de Tigaiga..... | Idem..... | 4 | » Lorenzo Machado Méndez. |
| Idem..... | Realejo Alto..... | San Roque..... | Idem..... | 30 | Comunidad «Los Angostos». |
| Idem..... | Santa Cruz de Tenerife | Los Pinos..... | Idem..... | 9 | Los Pinos. |
| Idem..... | Santa Ursula..... | Los Lances..... | Idem..... | 35 | Comunidad «Los Lances». |
| Idem..... | Idem..... | El Loro..... | Idem..... | 20 | D. Bernardo González Ferrera. |
| Idem..... | Idem..... | La Milagrosa..... | Idem..... | 30 | Comunidad «La Milagrosa». |
| Idem..... | Teguste..... | La Fuente..... | Idem..... | 20 | Idem «La Fuente». |
| Teruel..... | Erras de Castellote..... | Santa Bárbara..... | Carbón .. | 20 | D. Pedro Clarós Gascón. |
| Idem..... | Castel de Cabra..... | Idem..... | Idem..... | 90 | » José Cardona Inigo |
| Idem..... | Tramacastiel..... | Virgen del Pilar..... | Hierro..... | 24 | » Juan José Dolz. |
| Zaragoza.. | Mequinenza..... | Zaragoza 2.ª..... | Carbón..... | 43 | D. Manuel Cañada. |
| Idem..... | Puebla de Albornó y Fuente le todos | La Princesa..... | Hierro..... | 27 | S. A. Minas y Ferrocarril de Utrillas. |
| Idem..... | Mequinenza..... | Demasia Carmen..... | Lignito... | 4,9424 | D. Angel Pardo. |

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero de las provincias de Alicante, Almería, Barcelona, Córdoba, Jaén, Logroño, Navarra, Santander, Tenerife, Teruel y Zaragoza.

Legislación

MINISTERIO DE FOMENTO

Decreto relativo a los Sindicatos de Almacenistas e Importadores de Carbón. ("Gaceta" del 3.)

El Real decreto núm. 1.180 de 7 de julio de 1928, dictado con objeto de auxiliar a la industria hullera nacional, que a la sazón padecía honda crisis, regulaba el comercio de carbones en los puertos españoles, creando los Sindicatos de Almacenistas e Importadores de Carbón. Se consiguió el objeto propuesto, pero a costa de un cierto monopolio a favor de los que quisieron ingresar en ellos, estableciendo, aun dentro de los mismos almacenistas, irritantes desigualdades en los cupos de venta, que dieron lugar a numerosas quejas de los que se creyeron perjudicados, monopolio e injusticias que se hace preciso corregir, así como los abusos ocurridos en ciertos casos por la elevación exagerada de los precios de venta. Aunque el deseo de este Ministerio sería ir a la derogación completa de la mencionada disposición y su criterio es el de llegar en el plazo más breve posible al establecimiento pleno de la libertad de comercio, la situación en el momento presente no permite la supresión total de los Sindicatos de Almacenistas, que representan un comercio de más de dos millones anuales de toneladas de carbón y su desaparición o desorganización ocasionaría una perturbación en la distribución y consumo de una parte muy importante de la producción de las minas españolas, agravando la situación ya crítica en

esta industria, aumentando el paro y tendiendo a provocar conflictos que es conveniente evitar.

Por otra parte, una completa libertad de comercio, en este instante en que, a causa del pequeño valor en oro de nuestra moneda, hay una diferencia de bastante consideración a favor de los carbones nacionales, tendría como consecuencia, al desaparecer las tasas en origen, una nivelación de precios con los carbones extranjeros, con indudable perjuicio para las industrias consumidoras. Parece, pues, más prudente tratar de corregir las injusticias y defectos observados, haciendo las modificaciones necesarias en la organización de los Sindicatos, y así se da en este Decreto una mayor facilidad para las nuevas admisiones, señalando de un modo concreto, a fin de evitar las arbitrariedades e injusticias, el sistema de condiciones necesarias para el ingreso. Se establecen los cupos mínimos y se señalan normas para dotarlos de una mayor elasticidad, tendiendo a una nivelación equitativa, y, por último, se da a la Dirección general de Minas y Combustibles normas para la fijación de los precios de venta, de modo que pueda evitarse todo abuso, con lo cual parece que habrá de conseguirse la corrección de los defectos principales señalados.

Por lo expuesto, el Gobierno de la República, a propuesta del Ministro de Fomento, decreta:

Artículo 1.º Con los requisitos y limitaciones que se determinan a continuación se ratifica la subsistencia de los Sindicatos de Almacenistas e Importadores de Carbón, constituidos actualmente y se autoriza para la constitución de otros nuevos en los diversos puertos españoles, debiéndose, en el plazo de un mes, marcar exactamente a cada uno de éstos los límites geográficos a que alcanza su jurisdicción.

Tendrán, como hasta ahora, por objeto pactar con la Oficina Central de la Federación de Sindicatos Carboneros

de España la adquisición de carbones y repartir entre sus asociados la cantidad concertada. Estos pactos deberán ser intervenidos por la Dirección general de Minas y Combustibles.

Art. 2.º Incumbe a los almacenistas sindicados distribuir en el mercado, tanto las cantidades de carbón que les fuesen asignadas como el resto del introducido por el puerto correspondiente, salvo los suministros hechos directamente desde el punto de origen al consumidor.

Estos suministros directos deberán ser consignados a éste por cargamentos o bodegas completas y su precio no podrá tener aumento alguno directo ni indirecto a causa de la existencia de los Sindicatos ni por los convenios efectuados entre ellos y la Federación de Sindicatos Carboneros de España, aunque éstos conservarán siempre su pleno valor para las partes contratantes.

Los consumidores no podrán revender el carbón recibido, pero podrán cederlo, en caso de urgente necesidad, a otro consumidor, previa autorización del Delegado de la Sección de Combustibles. Los infractores incurrirán en una multa que podrá llegar al 10 por 100 del valor del carbón revendido, que será impuesta por la Dirección general de Minas y Combustibles, a propuesta del Comité Ejecutivo de Combustibles, previo el oportuno expediente.

Art. 3.º Será obligatoria la sindicación en cada puerto cuando se decrete por el Ministerio de Fomento:

a) Por iniciativa propia.

b) En resolución de instancia de almacenistas de carbón que en número y volumen de operaciones representen las dos terceras partes del tráfico de carbones realizado en aquel puerto, previo informe del Comité Ejecutivo, y a propuesta de la Dirección general de Minas y Combustibles.

Art. 4.º Tendrán derecho a formar parte de los Sindicatos todos los que actualmente los constituyen, con las

excepciones establecidas en el artículo 6.º de este Decreto, y además los que a propuesta del Comité Ejecutivo de Combustibles determine la Dirección general de Minas y Combustibles, con arreglo a las condiciones que en este Decreto se establecen, siempre que existan en el Sindicato las oportunas vacantes.

Art. 5.º Las Cooperativas formadas por consumidores, constituidas legalmente, que no hagan suministros sino a sus propios asociados y sin ninguna finalidad comercial, tendrán derecho preferente a formar parte de los Sindicatos de Almacenistas, siempre que exista vacante, solicitándolo de la Dirección general de Minas y Combustibles, presentando la escritura de constitución y una relación completa de socios, ateniéndose en todo lo demás a lo establecido en este Decreto y en el Reglamento de cada Sindicato.

Estas Cooperativas no podrán en ningún caso y por ningún motivo vender sus carbones más que a los socios que figuren en la relación que se cita en el párrafo anterior. La infracción de este precepto será castigada la primera vez con una multa que impondrá la Dirección general de Minas y Combustibles y que cobrará el Sindicato respectivo, equivalente al 10 por 100 del valor del carbón indebidamente vendido. La repetición de esta falta dará lugar a la baja definitiva o inmediata en el Sindicato a que pertenezca.

Art. 6.º Los almacenistas actualmente pertenecientes a un Sindicato que en alguno de los años de funcionamiento del mismo hubiesen vendido totalmente el cupo que les fué asignado en cualquiera de los ejercicios, o los que total o parcialmente lo vendiesen en lo sucesivo; los que no tengan almacén abierto (o gabarras en los puertos en que se use este sistema de almacenaje) o funcionen solamente como simples comisionistas serán baja inmediata en el Sindicato respectivo.

A este efecto se nombrará por la Dirección general de Minas y Combustibles una Comisión investigadora que, previo estudio de los antecedentes y audiencia de los interesados, proponga las bajas que en el mismo deba producir la aplicación de los preceptos del artículo anterior al Comité Ejecutivo de Combustibles para que dictamine y someta cada caso a la resolución definitiva del ilustrísimo señor Director general de Minas y Combustibles.

Art. 7.º Las bajas producidas de esta forma en los Sindicatos y las ocasionadas por cualquier otra causa serán cubiertas con nuevas admisiones, según lo dispuesto en el artículo 4.º y con arreglo a las normas que se establecen en el artículo 9.º de este Decreto.

Las cantidades que representen los cupos correspondientes a las bajas producidas en cada Sindicato se destinarán, en primer lugar, a atender la asignación de cupos mínimos, y el sobrante, si lo hubiere, se repartirá entre los asociados restantes en proporción a sus cupos respectivos.

Art. 8.º En atención a la potencialidad comercial, condiciones del mercado, volumen de importaciones y capacidad de consumo en cada puerto en que existan Sindicatos de Almacenistas, y a fin de evitar que al tener que distribuir el cupo total en un excesivo número de partes el precio del carbón tenga que recargarse con gastos generales superfluos, se atribuye a cada uno de éstos un número fijo de miembros o afiliados que no podrá sobrepasarse. Este número será para el Sindicato de Barcelona el de los actualmente existentes, aumentado en dos, y el de los existentes más uno en todos los demás, considerando como Sindicatos distintos las Secciones de Vigo, Marín y Arosa, en que está dividido el Sindicato de este nombre.

Estos números sólo podrán variarse si el desarrollo del comercio en el puerto respectivo implicase un aumento superior al 25 por 100 sobre el existente al constituirse el Sindicato o por deficiencias en la distribución de carbón en el

mercado que hayan merecido la imposición de sanciones reglamentarias.

No se podrá, por lo tanto, estimar ni cubrir más vacantes en cada Sindicato que las que existan hasta completar el número de afiliados fijado según los preceptos anteriores para cada uno de ellos.

En los nuevos Sindicatos que puedan crearse, el ilustrísimo señor Director general de Minas y Combustibles fijará el número de afiliados que deban constituirle, a propuesta fundada del Comité Ejecutivo de Combustibles y establecer las condiciones para su constitución y para el ingreso en los mismos.

Art. 9.º Cuando por cualquier causa existan vacantes dentro de un Sindicato, éstas se cubrirán según lo establecido en el artículo 4.º, por resolución del Ilmo. Sr. Director general de Minas y Combustibles, a propuesta razonada del Comité Ejecutivo de Combustibles. El Comité deberá, al hacerla, atenerse a las siguientes normas de preferencia:

1.ª Las solicitudes de ingreso en los Sindicatos que reiteren las formuladas al crear cada uno de ellos y desestimadas por no concurrir en los peticionarios las condiciones exigidas en el Real decreto núm. 1.180; estas solicitudes deberán ser reproducidas en el plazo improrrogable de un mes, a contar de la publicación de la presente disposición.

2.ª Solicitudes de ingreso en los Sindicatos formuladas con posterioridad al establecimiento de cada uno de ellos por el orden de sus fechas de presentación primitiva, debiendo igualmente ser presentadas dentro del plazo señalado en el párrafo anterior. Las solicitudes de ingreso que excedan de las vacantes existentes se ordenarán por fechas y tendrán derecho inmediato a las primeras que se produzcan en los Sindicatos respectivos por orden de prioridad.

Art. 10. Los solicitantes así designados y admitidos

perderán en absoluto su derecho a formar parte del correspondiente Sindicato y, por tanto, a la importación de carbones minerales dentro de los límites de la jurisdicción del mismo, si en el plazo de cuarenta y cinco días naturales, a contar de la fecha de notificación de su ingreso, no cumplieren cualquiera de los requisitos siguientes:

1.º Establecerse y matricularse legalmente, según los preceptos vigentes en materia mercantil y fiscal.

2.º Tener almacén (o gabarras en los puertos en que exista esta modalidad) propio o alquilado para ejercer el comercio al por mayor de carbones, y

3.º Importar a su nombre y consignación por lo menos una bodega completa de 200 toneladas de carbón nacional o extranjero.

La tramitación de dichas bajas se substanciará y resolverá por la Dirección general de Minas y Combustibles, a propuesta razonada del Comité Ejecutivo de Combustibles, en la forma indicada para el caso de la venta de cupos.

Art. 11. Servirá de base para el compromiso global adquirido por cada Sindicato en los convenios o pactos mencionados en el artículo 1.º, la cifra media de introducción de carbón nacional efectuada en el puerto respectivo por los almacenistas e importadores en el último año, afectada de un coeficiente deducido de las obligaciones impuestas a la industria nacional por los preceptos en vigor.

Art. 12. La cantidad de carbón nacional cuya adquisición haya convenido un Sindicato será distribuída entre los comerciantes afiliados, proporcionalmente al volumen de sus operaciones en los tres años anteriores, según se establece en los respectivos Reglamentos, salvo lo dispuesto en este Decreto para los cupos mínimos, y las rectificaciones que se establecen en el artículo 14.

Para los almacenistas de nuevo ingreso y que por tanto no tienen importación hecha que pueda servir de base para determinar su cupo, éste se fijará en atención a las priva-

tivas circunstancias de los puertos, y con absoluta independencia para cada uno de éstos, por la Dirección general de Minas y Combustibles, a propuesta del Comité Ejecutivo de Combustibles, oyendo a los interesados y a los Sindicatos respectivos, de modo que, como mínimo, permita el pago de los gastos generales del negocio, según una prudente apreciación, y las costumbres ordinarias de la plaza.

Estos cupos mínimos se aplicarán igualmente a los sindicados que actualmente tuviesen asignado un cupo más pequeño.

Art. 13. La cantidad necesaria para hacer efectivos los cupos mínimos en cada Sindicato se disminuirá del conjunto correspondiente a todos los demás que tengan un cupo superior al fijado, repartiendo el perjuicio en partes proporcionales a los cupos de cada uno de ellos. Mientras un almacenista tenga asignado un cupo que no rebase el mínimo fijado tendrá un margen de tolerancia de 15 por 100 para sobrepasarle sin penalidad, que servirá para el aumento del cupo del año inmediato.

Art. 14. Con objeto de dar alguna flexibilidad a la formación de los cupos y una posibilidad de aumento a los más pequeños, al computarse a cada almacenista el exceso de ventas sobre su cupo para la fijación de los del año siguiente, se multiplicará este exceso por un coeficiente cuyo valor estará en razón inversa de cada cupo con relación a uno medio, al que corresponderá el coeficiente unidad.

Este cupo medio, que correspondería al caso de ser todos iguales, es el resultado de dividir el cupo global del Sindicato por el número de asociados.

Las toneladas que al tener en cuenta esta corrección resultasen sobrantes se repartirán entre los cupos inferiores al medio en razón inversa de sus valores respectivos. Si, por el contrario, hubiese alguna falta, ésta se repartirá entre los mismos de un modo proporcional, todo ello sin

perjuicio del pago de las penalidades establecidas en los respectivos Reglamentos.

Art. 15. Al organizarse en Sindicatos los almacenistas de carbón de un puerto quedan sujetos a los preceptos del Real decreto-ley núm. 1.377, de 1927, aplicables a las industrias llamadas protegidas y por tanto obligados a comerciar en carbón nacional en cantidades cuya relación con la importación total realizada por los almacenistas será en cada puerto la establecida en los actuales convenios. Esta proporción podrá variarse por la Dirección general de Minas a propuesta del Comité Ejecutivo de Combustibles.

En la misma forma fijará la proporción debida para los nuevos Sindicatos que pudieran establecerse.

Art. 16. Los precios de compra de los carbones adquiridos por los Sindicatos con destino a industrias obligadas serán los de tasa, y para los destinados a industrias libres se fijarán trimestralmente sobre vagón-mina por el Comité Ejecutivo de Combustibles.

Art. 17. Los almacenistas sindicados están obligados a servir con preferencia a las industrias protegidas previa la declaración que, bajo su propia responsabilidad, deberán éstas hacer al formular sus pedidos.

Los precios de venta a industrias obligadas no podrán exceder de los que resulten de sumar a los de tasa los demás gastos de transporte, carga y descarga, más un 10 por 100 como beneficio industrial, incluidos gastos generales, administración, finanzas, etc. Las mismas normas se aplicarán para determinar el precio a industrias libres, que deberá ser fijado trimestralmente por el Comité Ejecutivo de Combustibles.

Art. 18. Del cumplimiento de los contratos son responsables, como partes contratantes, la Federación de Sindicatos Carboneros de España y el Sindicato de Almacenistas correspondiente, respondiendo ante cada uno de estos

organismos afiliados en la forma que establezcan sus Reglamentos, que quedan confirmados en cuanto no se opongan al presente Decreto.

Art. 19. Es aplicable a los almacenistas constituidos en Sindicatos el régimen de sanciones previstas en el capítulo IV del Reglamento para la organización comercial de suministros de carbones nacionales, adaptado a la modalidad especial del caso.

Art. 20. Los Sindicatos de Almacenistas se agruparán en una Asociación a la cual se otorgará una representación en el Comité Ejecutivo de Combustibles, que podrán informar en las cuestiones relativas a los intereses de los Sindicatos y sobre el comercio de carbones, a requerimiento de la Dirección general de Minas y Combustibles.

Art. 21. Los Sindicatos quedan sujetos a la inspección que ejerza el Comité Ejecutivo de Combustibles por medio de sus Delegados, a los cuales habrán de ser notificadas las convocatorias de reuniones y remitidas copias de las actas y acuerdos tomados. El Delegado del Comité tendrá derecho a asistir a las expresadas Juntas y a suspender los acuerdos, dando cuenta al Comité. Los Reglamentos de los Sindicatos habrán de ser sometidos a la aprobación del Comité Ejecutivo de Combustibles.

En igual forma queda sometida la Asociación de Sindicatos a la intervención, que será ejercida por el Delegado en Madrid.

Art. 22. Los Sindicatos, así como la Asociación de Sindicatos y cada uno de los almacenistas sindicados en particular, quedan obligados a facilitar puntualmente a la Sección de Combustibles cuantos datos referentes a cantidad de carbón, clase, procedencia, destino, existencias, ventas, precios y demás que se juzguen necesarios para fines estadísticos o de inspección, incurriendo en caso contrario en las sanciones correspondientes.

Art. 23. Las resoluciones de los Sindicatos son apela-

bles ante los Delegados o el Comité de Combustibles y los de éste ante el Ministro de Fomento.

Art. 24. Queda derogado el Real decreto núm. 1.180, de 7 de julio de 1928.

Dado en Madrid a primero de octubre de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno de la República, *Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Laminiana*.

Orden confirmando los nombramientos de los señores que se mencionan, Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas. ("Gaceta" del 6.)

Ilmo. Sr.: Dispuesto por Orden ministerial fecha 8 del actual, de acuerdo con el Consejo de Ministros, que por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas se informase de un modo preciso acerca de la forma en que desempeñaban y explicaban sus Cátedras los Profesores de la misma, Sres. D. Isidoro Rodrigáñez, don Juan Jesús Inciarte Córdoba, D. Eustaquio Fernández Miranda y D. Manuel Querejeta y Goena, así como de la eficacia del desdoblamiento de una de dichas Cátedras, la referida Junta emite el siguiente informe:

«Que D. Isidoro Rodrigáñez y Sánchez Guerra, Profesor auxiliar de esta Escuela, viene explicando como tal, desde el curso 1925-26, la asignatura de Hidráulica, ateniéndose para ello a la amplitud que determina el programa aprobado previamente por la Junta de Profesores, no tan minucioso y detallado como en otras Escuelas en las que constituye una especialidad propia de la carrera respectiva, sino correspondiente a la Escuela de Minas, en donde dicha disciplina no tiene fundamental importancia. Las explicaciones del Sr. Rodrigáñez, siempre acertadas, han demostrado su competencia en la materia y la Junta se complace en consignarlo, así como también el

celo, asiduidad y buen deseo demostrado en todo momento por aquél en el desempeño de las demás funciones que, como Profesor auxiliar de esta Escuela, le han correspondido.

Que encuentra justificado el desdoblamiento acordado por la Superioridad para la Cátedra de Preparación mecánica de las Menas, de Metalurgia general, de Siderurgia y Electrosiderurgia, tratándose de dos grupos de conocimientos notoriamente distintos, que se refiere a especialidades también diferentes y sus conocimientos prácticos respectivos pueden no concurrir en un mismo Ingeniero. En cuanto al Profesor de Preparación mecánica y Metalurgia general, la Junta declara con agrado que el Sr. Inciarte ha demostrado en todo momento conocer y explicar la asignatura en perfecto acuerdo con lo que requiere este ramo de la Ingeniería, dentro del adecuado orden pedagógico por que la Orden ministerial nos pregunta. Otro tanto puede afirmar la Junta respecto a la base científica y acertadas explicaciones del Sr. Fernández Miranda, cuya competencia y especialización en la asignatura que le está encomendada se complace la Junta en reconocer.

En cuanto a la asiduidad al aula y prácticas de estas asignaturas demostradas por estos dos Profesores, la Junta declara que ha sido en todo momento ajustada a los preceptos legales y hace notar, respecto al Sr. Miranda, que si utilizó la cooperación del Profesor auxiliar, fué al amparo del Decreto de 4 de enero de 1929, que le otorgaba facultades para ordenar sus explicaciones en forma de que pudieran ser compartidas por el Profesor auxiliar durante las épocas en que el Profesor numerario no pudiera asistir personalmente a la Cátedra.

Por último, la Junta declara con suma complacencia que el Profesor de Electrotecnia Sr. Querejeta viene realizando en el desempeño de su Cátedra una meritisima labor, correspondiente a un improbo trabajo que representan las

explicaciones de los dos cursos de esta asignatura que pesan sobre él, siendo de advertir que el programa desarrollado por el Sr. Querejeta comprende cuantos conocimientos generales de esta ciencia pueden ser objeto de enseñanza en una Escuela como la nuestra. En cuanto a la asiduidad en el aula y prácticas de los dos cursos de Electrotecnia demostrada por el Sr. Querejeta, la declara intachable la Junta de Profesores.»

En su virtud, y teniendo en cuenta lo favorable de dicho dictamen,

Este Ministerio, de acuerdo con el informe de la Junta de Profesores, ha tenido a bien confirmar los nombramientos de los Sres. D. Isidoro Rodrigáñez, Profesor auxiliar de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas; D. Juan Jesús Inciarte Córdoba y D. Eustaquio Fernández Miranda, Profesores de Preparación Mecánica y Metalurgia en general en dicha Escuela, y D. Manuel Querejeta y Goena, Profesor de Electrotecnia de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos. Madrid, 30 de septiembre de 1931.—*Alvaro de Albornoz.*

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Orden confirmando el nombramiento de Ingeniero auxiliar, afecto al Instituto Geológico y Minero de España, con carácter temporal, de D. José Meseguer y Pardo. ("Gaceta" del 9.)

Ilmo. Sr.: Dispuesto por Orden ministerial, fecha 8 de agosto último, de acuerdo con el Consejo de Ministros, que por el Instituto Geológico y Minero de España se revisase el nombramiento del Ingeniero auxiliar del mismo, D. José Meseguer Pardo, aquél emite el siguiente informe:

«Que D. José Meseguer Pardo fué nombrado para el

cargo de Ingeniero auxiliar del Instituto Geológico y Minero de España por Real orden de 2 de junio de 1927 a propuesta de esta Dirección, formulada el 25 de abril del mismo año, de conformidad con lo dispuesto en el artículo 86 del Reglamento del Instituto, aprobado por Real decreto de 1.º de abril de 1927 (*Gaceta* del 5).

Dicha propuesta de nombramiento fué realizada por esta Dirección en consideración a que desde el 1.º de abril de 1923, es decir, durante cuatro años, el Ingeniero Sr. Meseguer Pardo, debidamente autorizado, venía realizando en el Laboratorio de Petrografía de este Instituto estudios de microscopia mineral, tan valiosos como desinteresados, además de demostrar sus conocimientos y aptitud para la Geología, con las siguientes publicaciones en el *Boletín del Centro*:

Estudio de los yacimientos de azufre de las provincias de Murcia y Albacete,

Determinación de la edad de la tierra por la teoría de la radioactividad,

La petrografía sideral,

Esta Dirección cree asimismo debe expresar a V. I. que el Sr. Meseguer viene desarrollando, desde la posesión de su cargo, efectuado en 7 de junio de 1927, una labor intensa y meritoria de la que puede formarse juicio por los trabajos realizados, cuyo detalle se conserva en este Instituto, y entre los cuales deben incluirse:

Trazado y Memorias explicativas de diversas hojas del nuevo mapa geológico a la escala de 1:50.000, y rectificación del mapa a 1:400.000, en varias provincias de Andalucía.

Estudios hidrogeológicos para el establecimiento de perímetros de protección de manantiales mineromedicinales y alumbramiento de aguas subterráneas en diferentes términos municipales.

Informe en el sumario sobre el hallazgo de restos humanos en la calle de Cea Bermúdez, de esta capital.

Investigaciones y conferencias prácticas de petrografía microscópica sobre diversas rocas eruptivas de la Península.

Trabajos de recolección, clasificación de minerales y formación de colecciones de los mismos.

Estudios bibliográficos, redacción del Catálogo de las publicaciones del Instituto y organización del Índice de la Biblioteca.

Por último, es autor de los siguientes trabajos que han aparecido en el *Boletín Oficial de Minas y Metalurgia*:

«La prospección subterránea por los métodos geofísicos».

«La radioscopía de los combustibles sólidos».

«El titanio, metalogenia, aplicaciones y yacimientos españoles».

Considerando que la Dirección del Instituto Geológico y Minero de España estima conveniente la permanencia con carácter temporal en el mismo, como Ingeniero auxiliar, de D. José Meseguer Pardo, cuya eficaz labor resulta de manifiesta utilidad en los servicios a que por su especialización se encuentra afecto,

Este Ministerio ha tenido a bien confirmar el nombramiento de Ingeniero auxiliar afecto al referido Instituto Geológico y Minero de España, con carácter temporal, de D. José Meseguer y Pardo.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y demás efectos. Madrid, 6 de octubre de 1931.—*Alvaro de Albornoz*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Personal.

Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero en la Escuela Práctica de Obreros mineros, Fundidores y Maquinistas, de Linares. ("Gaceta" del 10.)

Vacante una plaza de Ingeniero en la Escuela Práctica de Obreros mineros, Fundidores y Maquinistas, de Linares,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provisión de la misma entre Ingenieros del citado Cuerpo, Jefes o subalternos en servicio activo, de conformidad con lo dispuesto en la Orden ministerial de 23 del pasado mes de agosto (*Gaceta* del 26).

Los aspirantes a la referida vacante lo solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general durante el plazo de veinte días hábiles, a contar de la fecha de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y expirando el mismo a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 7 de octubre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero subalterno del Cuerpo de Minas en el Distrito minero de Zaragoza. ("Gaceta" del 10.)

Vacante una plaza de Ingeniero subalterno del Cuerpo de Minas en el Distrito minero de Zaragoza,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provisión de la misma entre Ingenieros del citado Cuerpo y categoría en servicio activo, de acuerdo con lo que dispone la

Orden ministerial de 23 del pasado mes de agosto (*Gaceta* del 26).

Los aspirantes a la referida vacante lo solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general durante el plazo de veinte días hábiles, a contar de la fecha de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y expirando el mismo a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 30 de septiembre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

ESCUELA ESPECIAL DE INGENIEROS DE MINAS

Anunciando concurso para la provisión de una plaza de Profesor auxiliar. ("Gaceta" del 10.)

Habiendo de quedar vacante el 30 del corriente mes en esta Escuela una plaza de Profesor auxiliar por pase a supernumerario del que la desempeñaba actualmente, se anuncia concurso para la provisión de la misma entre Ingenieros Jefes y subalternos pertenecientes al Cuerpo de Minas, ya estén en servicio activo o en situación de supernumerario, de acuerdo con lo que dispone el artículo 70 del Reglamento vigente.

Las solicitudes, dirigidas al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, se presentarán en la Secretaría de la misma los días laborables de diez a doce de la mañana, acompañando los documentos y justificantes de los distintos méritos que puedan alegar.

El plazo de admisión de las solicitudes será de treinta días naturales, a contar del siguiente al de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*.

Madrid, 26 de septiembre de 1931.—El Director, *Francisco Gómez Rojas*.

DIRECCIÓN GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Fijando los precios de venta de la tonelada de aglomerados sobre vagón fábrica en los puntos que se indican. ("Gaceta" del 12.)

Practicada la revisión de precios mencionada en la Real orden de 25 de junio de 1926,

El Comité Ejecutivo de Combustibles, en sesión de 3 de octubre, ha acordado fijar en 54 75 pesetas el precio de venta de la tonelada de aglomerados sobre vagón fábrica para las situadas en Asturias y León; en 62 25 pesetas, bordo puerto asturiano, para las de la primera de las dos provincias citadas; en 68.25 pesetas, sobre vagón fábrica, para las de Luchana y Zorroza; en 81,25 pesetas, sobre vagón fábrica, para las de Barcelona, y en 80 pesetas, sobre vagón fábrica, para las de Tarragona y Valencia.

Estos precios serán aplicables a partir de la fecha siguiente a la de su publicación en la *Gaceta de Madrid*.

Madrid, a 5 de octubre de 1931.—El Director general, *Félix Gordón Ordás*.

Decreto declarando reservada definitivamente a favor del Estado la parte de la zona potásica de la provincia de Navarra por él investigada y comprendida dentro de la demarcación que se inserta. ("Gaceta" del 15.)

Las investigaciones y reconocimientos realizados por cuenta del Estado en parte de la zona potásica de la provincia de Navarra, reservada provisionalmente a su favor, han puesto de manifiesto la existencia de tramos explotables de notable riqueza, a cortas profundidades y en un yacimiento regular, cuya continuidad puede determinarse por la homogeneidad geológica de la formación estudiada

dentro de límites precisos. Tales circunstancias de riqueza, facilidad de explotación y regularidad dan individualidad a esta parte de la cuenca y justifican su segregación de la zona aun no estudiada.

Descubierto, pues, el criadero potásico y siendo indudable que al interés del Estado conviene colocar cuanto antes en condiciones de ponerlo en valor mediante el sistema que en definitiva se reconozca como más ventajoso entre los que establece el artículo 4.º de los adicionales de la ley de Sales potásicas de 24 de julio de 1918, procede de momento, de acuerdo con el adicional tercero de dicha Ley, caso C, y de conformidad con los dictámenes del Instituto Geológico y Minero de España y el Consejo de Minería, que, sin levantar la reserva provisional vigente del resto de la cuenca, que deberá continuar investigándose, se eleve a reserva definitiva la correspondiente al yacimiento ya reconocido, con objeto de que el Estado pueda disponer de esta riqueza con arreglo a la legislación en vigor.

Fundado en tales consideraciones, el Gobierno de la Republica, de acuerdo con el Consejo de Ministros y a propuesta del de Fomento, decreta:

Artículo 1.º Queda reservada definitivamente a favor del Estado la parte de la zona potásica de la provincia de Navarra por él investigada y comprendida dentro de la demarcación siguiente:

Se tomará como punto de partida uno situado seis metros al Este del ángulo Noroeste de la estación Biurrun-Campanas, en la línea del ferrocarril de Pamplona a Cas-tejón, y partiendo de este punto y luego sucesivamente de las estacas que se vayan determinando se medirán las distancias siguientes, según rumbos astronómicos: al Este, 1.000 metros y se fijará la primera estaca; al Norte, 10.000 metros y se colocará la segunda; al Oeste, 16.000 metros y se situará la tercera; al Sur, 12.000 metros y se pondrá la

cuarta; al Este, 15.000 metros, fijándose la quinta, y al Norte, 2 000 metros, quedando así cerrado un perímetro de 19.000 hectáreas o pertenencias mineras.

Art. 2.º Por el Ministerio de Fomento se dictarán las disposiciones complementarias al cumplimiento de este Decreto.

Dado en Madrid a catorce de octubre de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno de la República, *Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Álvaro de Albornoz y Liminiana*.

Decreto declarando con subsistencia legal, en tanto que, como consecuencia de un detenido estudio, se modifiquen o ratifiquen definitivamente los Decretos-leyes números 1.377 y 1.390, dictados en 1927 para implantar el Régimen de la Economía del Carbón y la Ordenación de Depósitos flotantes. ("Gaceta" del 15.)

Los perjuicios que notoriamente podría originar a la industria hullera la falta de protección adecuada, reclaman del Poder público la adopción de medidas que aseguren la actividad de las explotaciones y el mantenimiento del personal obrero que en ellas encuentra ocupación, evitando el paro de nuevos contingentes en momentos en que por causa de la crisis económica escasea el trabajo. Reconocida la importancia que para el desarrollo del país reviste la industria hullera incluida en el grupo de las fundamentales que por razones de solidaridad económica entre los diversos sectores integrantes de la vida nacional precisa sostener sin dismuir el ritmo de su producción, es ineludible confirmar las disposiciones dictadas en los años últimos, que sirvieron para establecer el Régimen de la Economía del Carbón y el Ordenamiento de los Depósitos flotantes de Combustibles, con sus órdenes complementarias, en tanto que un estudio más profundo de las cuestio-

nes planteadas induzca a introducir las modificaciones que la experiencia adquirida en el tiempo transcurrido aconseje implantar. No bastará para ello dejar reducidos tales preceptos a la categoría de disposiciones reglamentarias porque carecían de la suficiente eficacia para proporcionar a las explotaciones de carbón la protección necesaria y defender a las industrias consumidoras de las fluctuaciones exageradas de precios resultantes de las originadas en el mercado internacional y de los cambios de las valutas extranjeras.

En consecuencia de ello,

El Gobierno de la República, a propuesta del Ministro de Fomento, decreta:

Artículo único. Se declara con subsistencia legal en tanto que, como consecuencia de un detenido estudio, se modifiquen o ratifiquen definitivamente los Decretos-leyes números 1.377 y 1.390, dictados en 1927 para implantar el Régimen de la Economía del Carbón y la Ordenación de Depósitos flotantes de Combustibles.

Dado en Madrid a catorce de octubre de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno de la República, *Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Ministro de Fomento, *Álvaro de Albornoz y Liminiana*.

Decreto aprobando el Reglamento orgánico, que se inserta, del Cuerpo de Ayudantes de Minas. ("Gaceta" del 21.)

A propuesta del Ministro de Fomento y de acuerdo con el Consejo de Ministros,

Vengo en aprobar el Reglamento orgánico del Cuerpo de Ayudantes de Minas que a continuación se inserta.

Dado en Madrid a diez y nueve de octubre de mil novecientos treinta y uno.—El Presidente del Gobierno de la República, *Manuel Azaña*.—El Ministro de Fomento, *Álvaro de Albornoz y Liminiana*.

REGLAMENTO ORGÁNICO DEL CUERPO DE AYUDANTES DE MINAS

CAPÍTULO PRIMERO

DENOMINACIÓN Y OBJETO DEL CUERPO

Artículo 1.º El actual Cuerpo de Auxiliares facultativos de Minas se denominará en lo sucesivo como actualmente se denomina, «Cuerpo de Ayudantes de Minas», continuará siendo el de categoría técnica inmediatamente inferior al de Ingenieros de esa especialidad y tendrá igualmente por objeto ayudar a éstos en todos los servicios que, con carácter oficial, presten al Estado o a los particulares, conforme se determina en la Instrucción aprobada por Real decreto de 2 de junio de 1908.

CAPÍTULO II

ORGANIZACIÓN DEL CUERPO

Art. 2.º El Cuerpo de Ayudantes de Minas estará bajo la exclusiva dependencia del Ministerio de Fomento, en lo tocante a su organización, disciplina y gobierno, y sometido a la disciplina jerárquica de los demás funcionarios del Estado.

El Ministro de aquel Departamento, el Director general de Minas y Combustibles y el Presidente del Consejo de Minería serán sus Jefes superiores, siendo sus inmediatos Jefes los Ingenieros del Cuerpo de Minas.

Art. 3.º Constará este Cuerpo de las clases siguientes:

Ayudantes mayores de primera clase.

Idem id. de segunda id.

Idem id. de tercera id.

Idem principales de primera id.

Idem id. de segunda id.

Idem primeros.

El Gobierno fijará en las leyes de Presupuestos el número de individuos de que haya de componerse cada clase y los sueldos correspondientes.

Art. 4.º El ingreso en el Cuerpo se verificará por la clase de categoría inferior mediante oposición entre Capacitados facultativos de Minas y Fábricas Metalúrgicas, con título expedido por cualquiera de las Escuelas oficiales de la República, anunciada previamente en la *Gaceta de Madrid*, y los aspirantes ingresados figurarán en el Escalafón general por riguroso orden de antigüedad en las promociones y, dentro de éstas, por el de puntuación en los ejercicios.

Las demás condiciones para el ingreso y programa de los conocimientos que hayan de poseer los que aspiren a estos cargos se determinarán por disposiciones especiales que forzosamente habrán de renovarse, teniendo en cuenta los servicios a prestar por tales funcionarios y la índole de los trabajos periciales de la minería. Entretanto quedarán subsistentes las disposiciones que rigen sobre el particular.

Art. 5.º Los ascensos en el Cuerpo se conferirán por rigurosa antigüedad siempre que ocurra una vacante.

Art. 6.º Los Ayudantes se ajustarán en el cumplimiento de todas sus obligaciones a lo que prescriban las Leyes y Reglamentos que estén en vigor, y no se entenderán con las Autoridades sino por conducto de sus Jefes respectivos, a no ser en queja contra éstos.

CAPÍTULO III

SITUACIÓN DE LOS AYUDANTES, ESCALAFÓN Y LICENCIAS

Art. 7.º Los Ayudantes de Minas podrán hallarse en cualquiera de las situaciones siguientes:

En activo servicio, supernumerarios, excedentes, sus-

pensos de funciones por el tiempo que el Gobierno determine.

En el Escalafón general de Ayudantes, que deberá reformarse y publicarse anualmente, como el de Ingenieros de Minas, se consignará la situación en que se halle cada uno de aquéllos según la clasificación anterior.

Art. 8.º Se hallarán en activo servicio todos los Ayudantes que lo presten al Estado.

Art. 9.º Serán considerados como supernumerarios:

1.º Los Ayudantes que obtengan licencia ilimitada para pasar al servicio de Corporaciones provinciales o municipales o al de particulares.

2.º Los que por conveniencia propia o por causa de enfermedad se den de baja temporalmente en el servicio del Estado por mas tiempo del que las disposiciones que estén en vigor consientan para conservar la situación de actividad.

Art. 10. La autorización para obtener la situación de supernumerarios deberá solicitarse por los interesados y les será concedida por el Ministerio de Fomento siempre que no existan razones importantes que justifiquen la negativa, debiendo en este caso informar previamente el Consejo de Minería.

Art. 11. Los Ayudantes que sean declarados supernumerarios continuarán figurando en el Escalafón del Cuerpo en el lugar que les corresponda, pero sin ocupar número y produciendo una vacante que será inmediatamente cubierta por el que ocupe en el Escalafón el número siguiente.

Al pasar a figurar como supernumerario en el Escalafón del Cuerpo de Ayudantes dejarán de percibir el sueldo que por razón de su clase les corresponda.

La situación de supernumerario, una vez obtenida, será obligatoria durante un año por lo menos, en cuyo tiempo los individuos que se encuentren en ella no podrán ser dados de alta en el servicio.

Art. 12. Los Ayudantes supernumerarios seguirán el movimiento general del Escalafón, pero no podrán ascender a la clase de Ayudante mayor de tercera sin haber servido al Estado dentro del Cuerpo, durante dos años por lo menos, en las clases de Ayudantes principales o primeros, ni a la de Ayudante mayor de primera sin haber servido dentro del Cuerpo, durante dos años por lo menos, en las clases de Ayudante mayor de tercera o segunda.

Art. 13. Los Ayudantes supernumerarios tendrán derecho a volver al servicio activo del Cuerpo y a ocupar en el Escalafón del mismo el puesto que les corresponda; pero será preciso para ello que lo soliciten antes de que ocurra la vacante que hayan de ocupar.

Cuando dos o más Ayudantes supernumerarios de igual clase soliciten darse de alta en el servicio del Estado, el orden de preferencia para su colocación será el de prioridad en sus respectivas peticiones, y en el caso de que lo soliciten con la misma fecha, será preferido el más antiguo en el Escalafón.

Art. 14. Cuando la declaración de supernumerario no se hubiere hecho por razón de enfermedad, podrá el Ministerio de Fomento llamar al servicio del Estado, si las necesidades de éste lo exigen, a los Ayudantes que hayan obtenido dicha declaración. Este llamamiento se hará en cada caso por el orden riguroso de antigüedad que tengan en dicha situación, pudiendo admitirse las substituciones voluntarias dentro de cada clase.

En el caso de que algún Ayudante supernumerario no acuda al llamamiento dentro de los plazos reglamentarios de posesión, se entenderá que hace renuncia de su destino y se le dará de baja definitivamente en el Escalafón del Cuerpo, con pérdida de todos sus derechos.

Art. 15. Se conceptuarán como excedentes los Ayudantes que estando en servicio activo acepten el nombramiento de cualquier cargo declarado incompatible con el

ejercicio de la profesión oficial, siempre que dicho cargo sea de la Administración pública o electivo para formar parte de Corporaciones del Estado, Provincias o Municipios, en cuyo caso dejarán de percibir cuantos sueldos y emolumentos les correspondan como Ayudantes de Minas del Estado y producirán vacante en su Escalafón. Una vez desaparecida la incompatibilidad y solicitado el reingreso en el servicio activo, tendrán derecho preferente a ocupar la primera vacante de su clase que se produzca.

Art. 16. La suspensión de funciones por el tiempo que el Ministerio de Fomento señale constituirá una corrección disciplinaria del orden administrativo. El Ayudante a quien se le aplique no podrá, mientras dure aquélla, desempeñar servicio alguno ni cobrar sueldo ni emolumentos del Estado.

Art. 17. Los Ayudantes no podrán salir del punto de su residencia para asuntos particulares sin obtener previamente licencia del Ministro o del Director general de Minas y Combustibles.

En casos de urgencia, los Jefes de las Dependencias podrán, sin embargo, conceder ocho días de permiso a los Ayudantes que estén a sus órdenes, dando inmediatamente conocimiento al Director general, quien podrá prorrogarlos. Siempre que algún Ayudante solicite cualquier licencia del Ministro o de la Dirección general, deberá dirigir la correspondiente instancia por conducto de su Jefe inmediato, quien la cursará con su informe.

La concesión de licencias se sujetará a las disposiciones de carácter general que rijan sobre el particular.

CAPÍTULO IV

SALIDA DE LOS AYUDANTES DEL CUERPO

Art. 18. Los Ayudantes de Minas dejarán de pertenecer al Cuerpo: 1.º Por renuncia. 2.º Por jubilación. 3.º Por expulsión.

Art. 19. Los Ayudantes de Minas de cualquier clase podrán renunciar sus empleos; pero los que usaren de este derecho tendrán que continuar sirviendo el cargo que desempeñen hasta que les sea comunicada oficialmente la admisión de la renuncia. Cuando así no lo hicieren se entenderá que abandonan su destino, y en ese caso, además de quedar sujetos a las prescripciones que sobre el particular establezca el Código penal, serán dados de baja en el Cuerpo y perderán todos los derechos que en el mismo hubieran adquirido. Se entenderá también que abandona su destino el Ayudante que no se presentare en él dentro de los plazos en que deba hacerlo, ya por terminación de licencia, por toma de posesión o por traslado.

Si el abandono de destino reconociera por causa la falta de salud u otra no imputable a la voluntad del interesado, podrá éste ser rehabilitado a su instancia.

Art. 20. Si la renuncia se fundase en falta de salud y ésta se justificase debidamente, los Ayudantes conservarán los derechos a la jubilación que hubiesen adquirido en el Cuerpo, siempre que así se declare por el Gobierno al admitir la renuncia.

Art. 21. No se admitirán renunciaciones de las comisiones, destinos o cargo que se confieran a los Ayudantes de Minas y sean propios de su cometido. Las que se presenten serán reputadas como renuncia al empleo en el Cuerpo, siéndoles en tal caso aplicables las prescripciones de los dos artículos anteriores.

Art. 22. Los Ayudantes de Minas podrán ser jubilados a su instancia o por acuerdo del Gobierno, con arreglo a las disposiciones que rijan sobre la materia, cuando su estado de salud no les permita desempeñar el servicio de modo conveniente.

Art. 23. La expulsión del Cuerpo se llevará a cabo por resolución del Ministro de Fomento, después de la formación de expediente en forma reglamentaria.

CAPÍTULO V

DERECHOS Y OBLIGACIONES DE LOS AYUDANTES

Art. 24. Los Ayudantes de Minas, en sus diversas clases y categorías y sean cuales fueren los centros, establecimientos, organismos o dependencias en que presten sus servicios oficiales, adscritos o no al Ministerio de Fomento, disfrutarán los sueldos y sobresueldos que para cada caso establezcan los presupuestos respectivos.

Igualmente tendrán derecho a percibir las dietas y gratificaciones que les correspondan según las disposiciones vigentes, así como el abono de los gastos de traslación cuando ésta no se haya solicitado por el interesado y sea consecuencia de alguna falta cometida en el servicio.

Art. 25. Los Ayudantes se presentarán en el punto a que hayan sido destinados en los plazos señalados en las disposiciones de carácter general que rijan sobre la materia.

Art. 26. Los Ayudantes no podrán ser separados del Cuerpo ni privados de los derechos adquiridos en él sino por las causas y en la forma que establecen los artículos 18, 19, 21, 22, 23 y 32 de este Reglamento.

Tampoco podrán ser substituídos en sus funciones por personal que no pertenezca a su Cuerpo o que no se haya declarado apto para ingresar en él, previas las oposiciones reglamentarias, y caso de que no hubiere Ayudantes disponibles y fuere de absoluta y perentoria necesidad su concurso, el Director general, a petición razonada y justificada del Jefe de la dependencia de que se trate, y oyendo a la Sociedad de Ayudantes de Minas legalmente constituida, resolverá de momento lo que estime más conveniente y tendrá en cuenta esa falta de Ayudantes para subsanarla en el primer presupuesto que se formule y convocatoria que se anuncie.

Art. 27. Los Ayudantes de inferior categoría guarda-

rán siempre consideración a los de las superiores, y dentro de una misma se tendrá la debida deferencia con los más antiguos en el Escalafón.

En el uniforme reglamentario, que tienen derecho a usar, figurarán asimismo los distintivos que a cada categoría correspondan, conforme al modelo aprobado por la Superioridad.

CAPÍTULO VI

SERVICIOS PARTICULARES

Art. 28. Los Ayudantes en activo en la plantilla del Ministerio de Fomento no podrán dirigir las labores de ninguna mina ni ocuparse de ningún trabajo minero al servicio de Empresas particulares.

También les estará prohibido facilitar copias de planos, informes o cualesquiera clase de antecedentes que tengan en su poder.

Art. 29. Atendiendo al carácter exclusivamente docente o científico de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, Escuelas de Capataces facultativos e Instituto Geológico y Minero de España, se exceptúan de la prohibición indicada en el párrafo primero del artículo anterior a los Ayudantes que presten servicios en los indicados Centros; pero en cada caso deberán ser autorizados por la Dirección general, previo informe favorable del Director del Centro a que pertenezca y oyendo al Consejo de Minería con objeto de que en ningún momento pueda concederse esa autorización en perjuicio del servicio del Estado.

CAPÍTULO VII

PREMIOS

Art. 30. Los Ayudantes que por sus buenos servicios o sobresalientes méritos se hubieren hecho dignos de alguna recompensa, podrán ser premiados por el Gobierno:

Primero. Con manifestación laudatoria de su conducta y servicios, por medio de Orden, que se hará constar en el expediente personal y se publicará en la *Gaceta de Madrid*.

Segundo. Con distinciones honoríficas.

Las recompensas antes mencionadas se otorgarán previo informe del Consejo de Minería y de la Asociación de Ayudantes de Minas.

CAPÍTULO VIII

DISCIPLINA INTERNA DEL CUERPO

Art. 31. Las faltas en el ejercicio de sus funciones, cometidas por los Ayudantes, se clasificarán o corregirán en el orden administrativo, según su gravedad, por la Ley y Reglamento de Funcionarios civiles de 1918.

CAPÍTULO IX

TRIBUNALES DE HONOR

Art. 32. Las faltas de decoro personal en la conducta privada de los Ayudantes de Minas, cuando afecten al prestigio y buen nombre del Cuerpo, se juzgarán por un Tribunal de honor, debiéndose después comunicar los fallos de éste al Director general de Minas y Combustibles con la propuesta de la sanción acordada para que pueda ésta hacerse efectiva sin necesidad de formar expediente gubernativo.

La constitución de los Tribunales de honor para Ayudantes de Minas, así como su régimen y funcionamiento, estarán sujetos a reglas análogas a las establecidas para los Ingenieros del mismo Ramo.

DISPOSICION FINAL

Art. 33. Queda derogada la parte del Reglamento orgánico de 1.º de febrero de 1865, vigente hasta la fecha, en virtud de lo preceptuado en la quinta disposición transitoria y en la final del 30 de abril de 1886, y cuantas disposiciones posteriores se opongán a lo preceptuado en este Reglamento.

ARTÍCULO ADICIONAL

Los Ayudantes de Minas de cualquier dependencia del Estado serán oídos por sus Jefes en todas aquellas resoluciones o modificaciones que afecten a la economía, régimen y marcha interior y particular de la misma.

Madrid, 19 de octubre de 1931.—Aprobado por el Presidente del Gobierno de la República, *Álvaro de Albornoz y Liminiana*.

Orden disponiendo que durante el mes de noviembre próximo rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo los mismos precios vigentes en el mes de octubre actual. ("Gaceta" del 31.)

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de noviembre rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo efectuada por dicho organismo los mismos precios vigentes en el mes de octubre actual, o sean los establecidos en 29 del pasado septiembre (*Gaceta* del 30 del mismo mes).

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 30 de octubre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

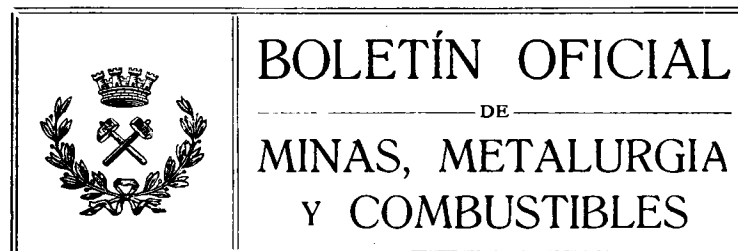
Señor Director general de Minas y Combustibles.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayo y caracterización de los aceites y grasas industriales</i> , por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villegas (continuación)..... | 835 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de septiembre de 1931..... | 858 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a septiembre de 1931..... | 861 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a septiembre de 1931..... | 861 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de septiembre de 1931..... | 862 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 865 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de octubre de 1931..... | 867 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de Fomento. —Decreto relativo a los Sindicatos de Almacenistas e Importadores de Carbón... | 871 |
| Orden confirmando los nombramientos de los señores que se mencionan, Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas..... | 881 |
| Orden confirmando el nombramiento de Ingeniero auxiliar, afecto al Instituto Geológico y Minero de España, con carácter temporal, de D. José Meseguer y Pardo..... | 883 |

| | <u>Páginas</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Personal.—Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero en la Escuela Práctica de Obreros mineros, Fundidores y Maquinistas, de Linares..... | 886 |
| Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero subalterno del Cuerpo de Minas en el Distrito minero de Zaragoza..... | 886 |
| Escuela Especial de Ingenieros de Minas.—Anunciando concurso para la provisión de una plaza de Profesor auxiliar..... | 887 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.—Fijando los precios de venta de la tonelada de aglomerados sobre vagón fábrica en los puntos que se indican. | 888 |
| Decreto declarando reservada definitivamente a favor del Estado la parte de la zona potásica de la provincia de Navarra por él investigada y comprendida dentro de la demarcación que se inserta..... | 888 |
| Decreto declarando con subsistencia legal, en tanto que, como consecuencia de un detenido estudio, se modifiquen o ratifiquen definitivamente los Decretos-leyes números 1.377 y 1.390, dictados en 1927 para implantar el Régimen de la Economía del Carbón y la Ordenación de Depósitos flotantes..... | 890 |
| Decreto aprobando el Reglamento orgánico, que se inserta, del Cuerpo de Ayudantes de Minas..... | 891 |
| Orden disponiendo que durante el mes de noviembre próximo rijan para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo los mismos precios vigentes en el mes de octubre actual... | 901 |

Boletín Oficial de Minas, Metalurgia y Combustibles



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE

ENSAYO Y CARACTERIZACION DE ACEITES Y GRASAS INDUSTRIALES

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. LUIS TORÓN VILLEGAS

(Conclusión)

Como el tubo se habrá calibrado, de una vez para todas, con agua a 0 grados, dividiendo el tiempo empleado por el aceite por el empleado por el agua o *constante de calibración del tubo*, hallaremos la viscosidad específica con relación al agua a 0 grados y multiplicando el valor así hallado por 0,01797 (viscosidad absoluta del agua a 0 grados) obtendremos la viscosidad absoluta del aceite ensayado.

La I. P. T. recomienda, para la determinación de la viscosidad de diversos derivados del petróleo, el empleo de un aparato similar a éste y en el cual se emplean unos tubos en U de los que damos unos croquis en la figura 99.

b) *Determinación de la viscosidad industrial.*—Como los viscosímetros absolutos son delicados, como instrumentos de vidrio, de manipulación lenta y engorrosa y de calibrado molesto, en los usos industriales se emplean casi exclusivamente los viscosímetros metálicos industriales,

con los cuales se halla una cifra, que a veces es la relación entre el tiempo de salida, por un orificio de fondo, del aceite ensayado y el tiempo empleado por el mismo volumen de agua, ambos a la misma temperatura, que suele ser la de 20 grados y a veces sólo es el primer tiempo. Claro está

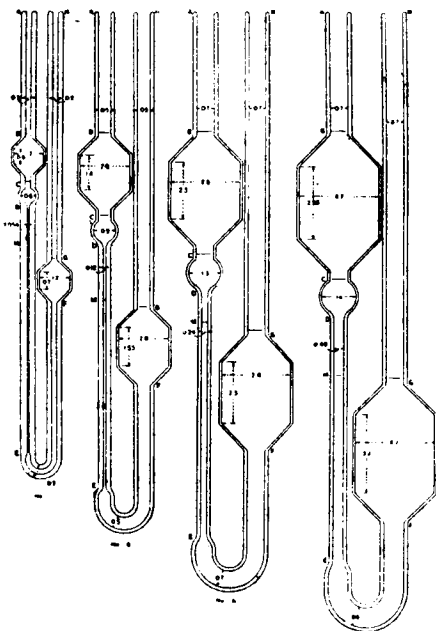


Figura 99.—Tubos de la I. P. T.

que por este método no se determina la viscosidad absoluta ni la relativa, sino solamente una cifra que permite establecer una comparación entre diversos aceites, máxime teniendo en cuenta que el tubo de salida no es, como en los viscosímetros absolutos, un capilar, y aun cuando lo sea, su longitud es tan reducida que se aleja mucho de la relación que, entre el diámetro y el largo de un capilar, debe existir para que sea aplicable la fórmula de Poiseuille antes dada. Por ello, las indicaciones de estos viscosímetros no se pueden relacionar de manera alguna con las de los viscosímetros absolutos, como se observa en la siguiente tabla, en la que se dan las indicaciones Engler (grados Engler) y los valores de las viscosidades absoluta y específica de varios aceites:

que por este método no se determina la viscosidad absoluta ni la relativa, sino solamente una cifra que permite establecer una comparación entre diversos aceites, máxime teniendo en cuenta que el tubo de salida no es, como en los viscosímetros absolutos, un capilar, y aun cuando lo sea, su longitud es tan reducida que se aleja mucho de la relación que, entre el diámetro y el largo de un capilar, debe existir para que sea aplicable la

| Número del aceite | Grados Engler | Viscosidades absolutas | Viscosidades específicas (Agua a 20°) |
|-------------------|---------------|------------------------|---------------------------------------|
| 1 | 1,26 | 0,0359 | 3,58 |
| 2 | 16,4 | 1,131 | 112,7 |
| 3 | 19,7 | 1,347 | 134,1 |
| 4 | 41,1 | 2,86 | 285 |
| 5 | 53,6 | 3,76 | 375 |

Los viscosímetros industriales son muy numerosos, pero de ellos los más empleados son los siguientes:

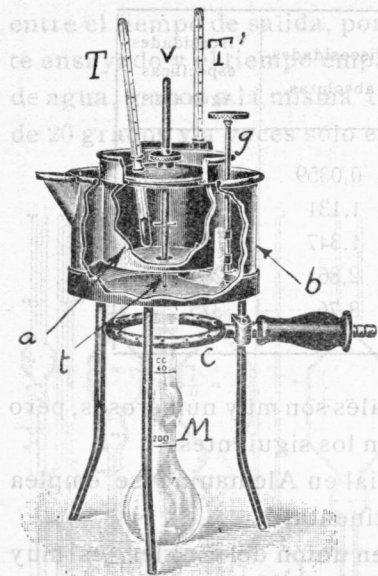
El de Engler, que es el oficial en Alemania y se emplea mucho en toda la Europa continental.

El Lamansky-Nobel, que, en unión del Engler, es muy empleado en Rusia.

El Redwood, que es el patrón en Inglaterra.

El Saybolt, que es el oficial americano.

1.º *Viscosímetro Engler.*—Consiste este aparato (figura 100), del que hay numerosos tipos y de los cuales sólo describimos el tipo-patrón alemán, en un recipiente *a*, dorado interiormente, colocado en el interior de un baño-maria *b* y que en su fondo lleva un pequeño tubo de salida de platino *t*, que se cierra mediante una varilla afilada de madera *v*. El baño-maría se calienta mediante un mechero circular *c*, llevando un termómetro *T'* y un pequeño agitador *g*; el depósito interno, que es el destinado a contener el aceite, lleva tres puntas que sirven para enrasar con ellas el nivel del aceite, marcando así el volumen de 200 centímetros cúbicos, y se halla cubierto por una tapa, que tiene un orificio central, para dejar paso a la varilla obturadora, y otro excéntrico, en el que se coloca un termómetro, destinado a dar la temperatura del aceite, para lo cual su depósito estará sumergido en éste. El aceite, que sale del



aparato durante el ensayo, se recoge en un matraz de forma especial M, que tiene dos marcas, indicadoras de los volúmenes de 100 y 200 centímetros cúbicos.

Las dimensiones oficiales alemanas de este aparato son las siguientes, con las tolerancias que se indican:

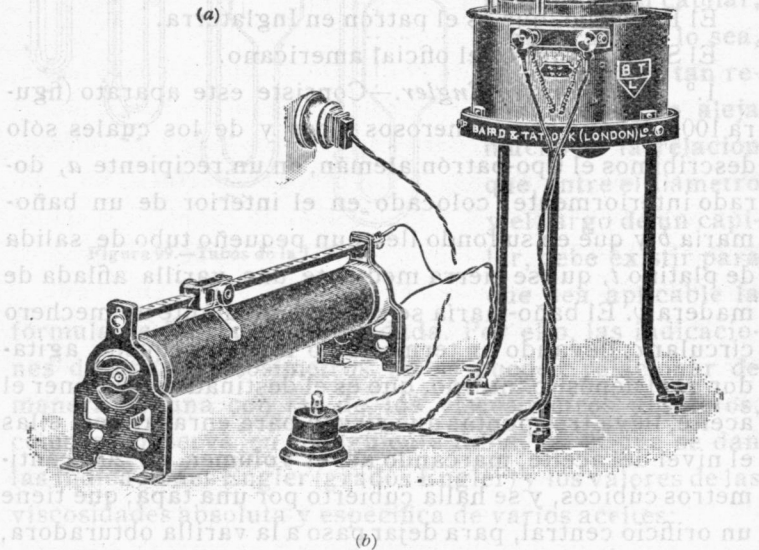


Figura 100.—Viscosímetro de Engler.

(a) Con caldeo por gas. — (b) Con caldeo eléctrico.

Para el depósito a:

| | |
|------------------------------------------------------------------------|------------------|
| Diámetro interno..... | 106 m/m ± 1 m/m |
| Altura de la parte cilíndrica bajo la marca de nivel..... | 25 m/m ± 1 m/m |
| Altura de las marcas sobre el extremo inferior del tubo des alida..... | 52 m/m ± 0,5 m/m |

Para el tubo de salida en platino t:

| | |
|------------------------------------------|--------------------|
| Largo..... | 20 m/m ± 0,1 m/m |
| Diámetro interno (extremo superior) | 2,9 m/m ± 0,02 m/m |
| Idem íd (extremo inferior)..... | 2,8 m/m ± 0,02 m/m |

Para determinar con este aparato la viscosidad de un aceite, es preciso conocer antes la constante de calibración del aparato, que debe determinarse de una vez para todas cada seis meses; para ello se lava cuidadosamente el interior del depósito de aceite, con éter, primero; con alcohol, después, y finalmente, con agua destilada, después de lo cual y estando el aparato bien horizontal, se llena el matraz de agua destilada a 20 grados y se vierte en el depósito de aceite, después de haber cerrado el tubo de salida por una varilla de madera que no se haya puesto nunca en contacto con aceite; por medio del baño-maría, se hace que la temperatura del agua sea la de 20 grados y manejando con cuidado la varilla de madera, se hace que el agua llene el tubo de salida del depósito, de tal modo que en su extremo quede una pequeña gota. Logrado esto, se hace que el nivel del agua en el depósito interno coincida con las puntas, para lo cual se saca la sobrante con una pipeta y, cuando la temperatura sea de 20 grados, se levanta la varilla y se deja salir el agua, recogiénola en el matraz y anotando los tiempos que tarde en llegar el nivel a las marcas de 100 y 200 centímetros cúbicos; se repetirá esta operación hasta que se tengan tres valores seguidos que no se diferencien entre sí en más de 0,5 segundos, después de lo cual se vuelve a lavar el aparato y se repite la operación, hasta ob e-

ner otros tres valores; el promedio de los seis valores así hallados constituirá la constante buscada, que en un aparato bien construido se hallará entre los cincuenta y los cincuenta y dos segundos.

Conocida, de una vez para todas, la constante, se operará de la misma manera con el aceite, determinando el tiempo que tarda en llegar el nivel del aceite a las marcas de 100 y 200 centímetros cúbicos, repitiendo la operación y tomando el promedio de ambas. La relación entre este tiempo y la constante de agua, constituye la viscosidad expresada en *grados Engler*. Se realizarán determinaciones diversas a temperaturas de 20, 50, 100 grados, etc., y todos los tiempos hallados, divididos siempre por la misma constante de agua, darán las viscosidades a las diversas temperaturas.

Cuando se trata de aceites muy viscosos, la determinación de la viscosidad es muy lenta, por el largo periodo de tiempo que emplea el aceite en salir del depósito; para evitar esto, Ubbelohde ha propuesto emplear un viscosímetro Engler, en el fondo de cuyo depósito de aceite va una rosca, en la que se coloca un depósito de una capacidad igual al décimo del depósito ordinario y que, estando desprovisto de fondo, emplea el mismo que el depósito ordinario. Según las investigaciones del Physikalisch-Technischen-Reichsanstalt, las indicaciones obtenidas con este aparato son perfectamente acordables con las dadas por el aparato patrón, con tal que se determine bien la constante de agua, que dicho organismo por otra parte imprime en cada aparato.

2.º *Viscosímetro Lamansky-Nobel*.—Este aparato presenta la particularidad de que la salida de un volumen determinado de aceite se realiza bajo presión constante. Consiste, como se ve en la figura 101, en un vaso A destinado a contener el aceite y que en su fondo está cerrado por un tapón metálico D, en el que está practicado el orificio de

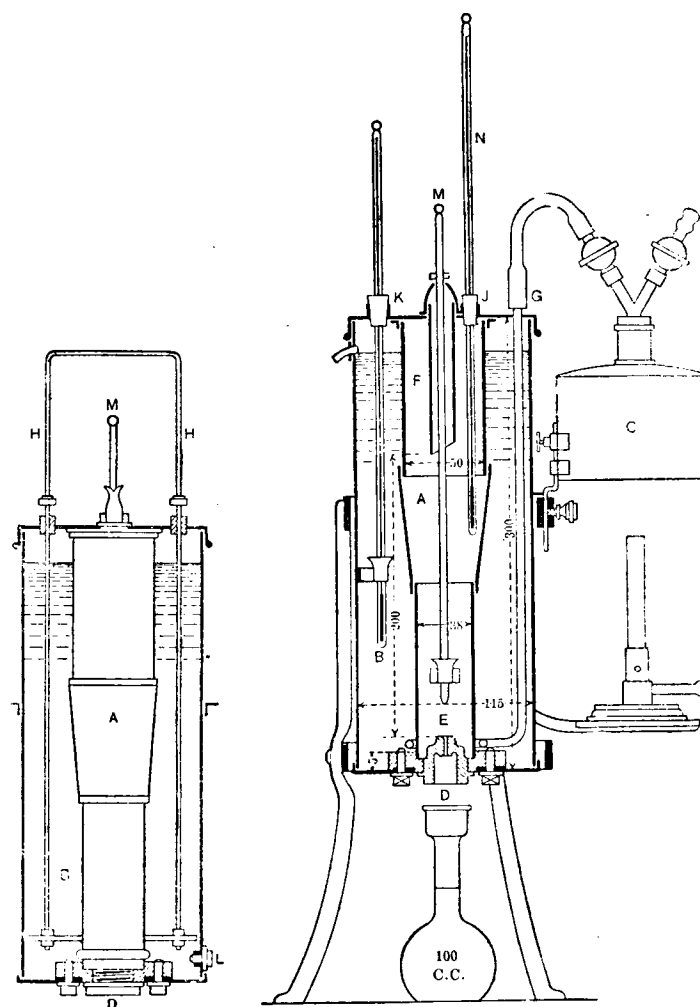


Figura 101.—Viscosímetro Lamansky-Nobel.

salida E, que puede ser cerrado por medio de una varilla metálica M, provista en su extremo inferior de una punta de madera; este depósito y el aceite que contiene están calentados por un baño-maría, cuya agua se calienta por los vapores acuosos que la atraviesan, procedentes de la pe-

queña caldera C, calentada a su vez por un mechero y a temperatura de aquél se da uniformidad merced a un agitador H.

Para operar con este aparato, se lo llena de aceite por el orificio que sirve para colocar el termómetro y que está practicado en la cubierta y, una vez que se ha conseguido la temperatura del ensayo, se levanta la varilla M y se deja salir el aceite bajo presión constante, para lo cual en el interior del depósito hay un tubo de Mariotte, de una longitud de 10 centímetros, cuyo extremo inferior está sumergido en el aceite y permite la llegada de aire a la cámara situada sobre el aceite, siempre a una altura de 200 milímetros por encima del orificio de salida.

La determinación de la viscosidad se realiza de igual manera que en el caso del viscosímetro Engler, pero operando generalmente a 50 grados.

Este viscosímetro presenta algunas desventajas, entre las cuales la principal, además de la dificultad de realizar la limpieza interna, está la que reside en la necesidad de emplear un volumen de aceite de 400 centímetros cúbicos, lo que en muchos casos presenta el inconveniente de que las muestras de aceite no son suficientes. Sin embargo, el realizarse la salida a presión constante, presenta la ventaja de que no es preciso recoger la totalidad de 100 centímetros cúbicos de aceite, sino que con recoger sólo 25 y multiplicar por cuatro el tiempo empleado, se tendrá el tiempo que hubieran empleado los 100 centímetros cúbicos, lo que no puede hacerse en los otros aparatos.

3.º *Viscosímetros Redwood.*—Los aparatos Redwood son los empleados como patrones en Inglaterra, siendo los recomendados por la I. P. T. El Redwood número 1 se emplea para aceites cuyo tiempo de salida del aparato es inferior a dos mil segundos y el número 2 para aceites más viscosos. Tratándose de aceites cuyo período de salida sea in-

ferior a treinta segundos, el aparato no debe ser empleado. Empleando estos aparato la I. P. T. recomienda hacer las determinaciones a alguna o a todas las temperaturas siguientes: 70° F (21°,1 C), 100° F (37°,8 C), 140° F (60° C), 200° F (93°,3) y 250° F (121°,1 C).

El *viscosímetro núm. 1* (figs. 102, 103, 104) consiste en un depósito para el aceite A, de bronce, cuyo fondo, unido

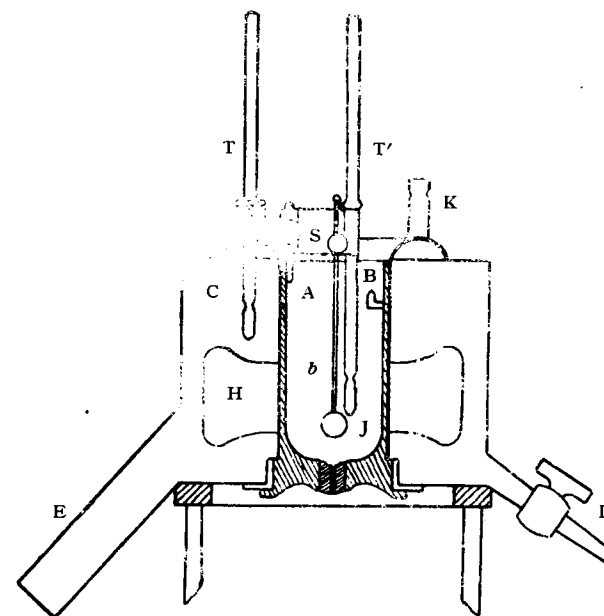


Figura 102.—Viscosímetro Redwood núm. 1.

a las paredes laterales por una curva, es de bastante espesor, llevando en su centro un orificio en el cual va colocado un tubo de ágata. Este depósito va rodeado por un cilindro metálico sin fondo, provisto de unas paletas H y que puede moverse a frotamiento suave sobre el depósito en cuestión; en su parte superior este cilindro lleva un reborde ancho, en el cual va colocado un termómetro T y en el que hay también un pequeño manillar K, que sirve para imprimirle

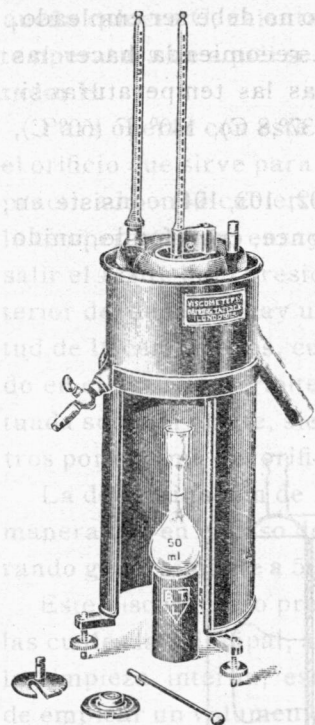


Figura 103.—Viscosímetro Redwood caldeado por gas.

el movimiento de rotación. El depósito A lleva en su interior una punta de alambre B, que indica el nivel hasta el cual se ha de llenar el aparato y en su borde superior lleva sujeta una pieza S que sostiene un termómetro T', cuya bola está introducida en el aceite. El tubo de ágata J se cierra mediante una bola de acero, suspendida de una varilla b que, cuando se levanta para dejar salir el aceite, se suspende de la ya citada pieza S.

Todo este conjunto se halla dentro de un depósito C, que actúa de baño-maría, provisto de un desagüe D y de un tubo lateral E, que sirve para aplicar en él la llama de un mechero y calentar el conjunto del agua.

El aceite que sale por el tubo J se recoge en un matraz aforado a 50 mililitros y, con el fin de evitar el caldeo de este matraz por radiación del mechero, el aparato está provisto de una pantalla cilíndrica, según se ve en la figura 103.

En otros tipos de este aparato el caldeo es eléctrico, adoptando la disposición que se observa en la figura 104, pero afectando la modificación sólo al aspecto externo.

Las dimensiones del aparato patrón de la I. P. T. son las siguientes, con las tolerancias que se indican:

| | |
|----------------------------------------------------------------------------|-----------------|
| Diámetro interno del depósito de aceite.. | 46,5 ± 0,5 mm. |
| Distancia vertical del borde a la parte superior del tubo de salida | 96,0 ± 1,0 mm. |
| Alto de la porción cilíndrica del depósito. | 86,0 ± 1,0 mm. |
| Alto del punto de nivel sobre el extremo superior del tubo de salida | 82,5 ± 2,0 mm. |
| Largo interno del tubo de salida | 10,0 ± 0,05 mm. |
| Diámetro mínimo interno de éste | 1,620 mm. |

El viscosímetro núm. 2 está construido de manera que el tiempo de salida de 50 mililitros de aceite es aproximadamente un décimo del empleado en el aparato núm. 1.

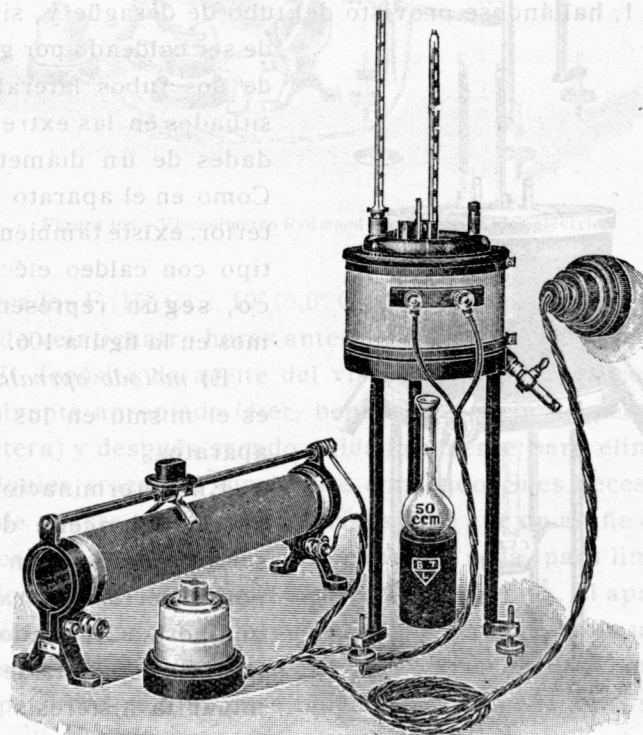


Figura 104.—Viscosímetro Redwood con caldeo eléctrico.

Su forma es aproximadamente la misma que la del aparato anterior, como se aprecia en las figuras 105 y 106, variando sólo las dimensiones, excepto las del depósito de aceite que son las mismas que las del aparato núm. 1; las variaciones más importantes del aparato que nos ocupa son las del tubo de salida, cuyas dimensiones son las siguientes:

- Largo interno del tubo de salida..... 50,0 ± 0,2 mm.
- Diámetro externo del mismo..... 10,0 mm. aproximadamente.
- Diámetro mínimo interno..... 3,8 mm.

El baño maría es bastante mayor que el del aparato número 1, hallándose provisto del tubo de desagüe y, si ha de ser caldeado por gas, de dos tubos laterales, situados en las extremidades de un diámetro. Como en el aparato anterior, existe también un tipo con caldeo eléctrico, según representamos en la figura 106.

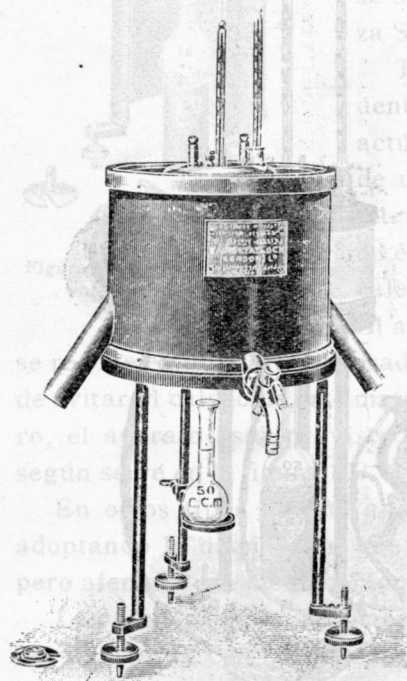


Figura 105.—Viscosímetro Redwood núm. 2 calentado por gas.

El método operatorio es el mismo en los dos aparatos.

En determinaciones patrón, el aceite debe ser calentado en un depósito cerrado durante una hora a 212 grados F (100° C), con el fin de eliminar la histeresis térmica, enfriándolo después y manteniéndolo a

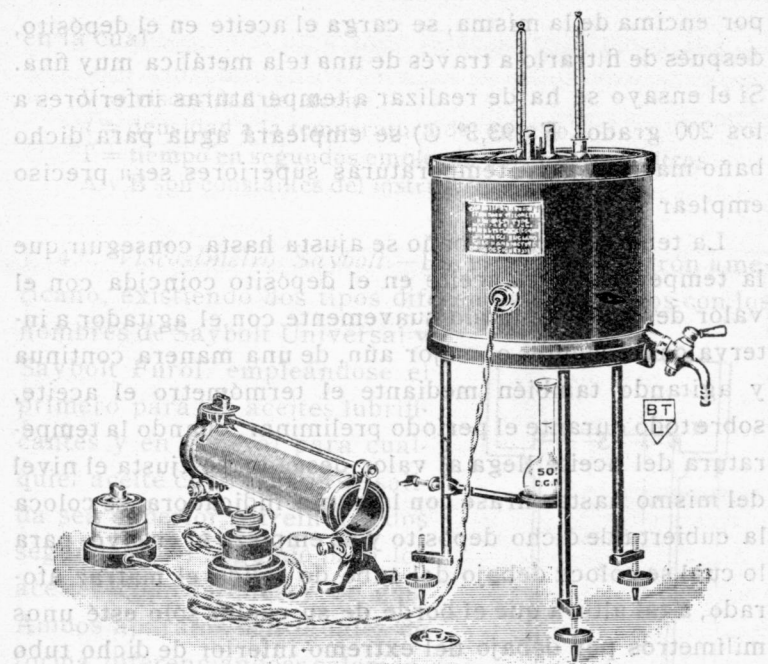


Figura 106.—Viscosímetro Redwood núm. 2 con caldeo eléctrico.

60 grados F (15° C) ± 10° (5,0° C) durante un período mínimo de veinticuatro horas antes de realizar el ensayo.

El depósito de aceite del viscosímetro se lava con un disolvente apropiado (éter, benceno, esencia de petróleo, etcétera) y después secado cuidadosamente para eliminar cualquier traza del disolvente empleado. Si es necesario, puede usarse cualquier material suave que no arañe el interior del depósito, tal como papel de seda, para limpiar cualquier manchita que el disolvente no quitase. El aparato se nivela entonces y, después de haber calentado en un recipiente aparte el aceite que se ha de ensayar, hasta que su temperatura se aproxime mucho a aquella a la cual se ha de realizar el ensayo, calentando mientras tanto el agua del baño-maría hasta una temperatura de varios grados

por encima de la misma, se carga el aceite en el depósito, después de filtrarlo a través de una tela metálica muy fina. Si el ensayo se ha de realizar a temperaturas inferiores a los 200 grados F (93,3° C) se empleará agua para dicho baño-maría y para temperaturas superiores será preciso emplear aceite.

La temperatura del baño se ajusta hasta conseguir que la temperatura del aceite en el depósito coincida con el valor deseado, agitando suavemente con el agitador a intervalos frecuentes o, mejor aún, de una manera continua y agitando también mediante el termómetro el aceite, sobre todo durante el período preliminar; cuando la temperatura del aceite llega al valor deseado, se ajusta el nivel del mismo hasta enrase con la punta indicadora, se coloca la cubierta de dicho depósito y se empieza el ensayo, para lo cual se coloca debajo del tubo de salida el matraz aforado, a tal altura que el borde de su cuello sólo esté unos milímetros por debajo del extremo inferior de dicho tubo de salida; en ensayos realizados a temperaturas superiores a 70 grados F (21,1° C), el matraz está contenido dentro de una cápsula y rodeado de algodón de madera o de otro material aislador, para evitar un enfriamiento indebido durante la determinación.

Se levantará entonces la válvula-bola, accionando en el mismo momento la palanquilla de un cuentasegundos, que se detiene en el preciso momento en que el aceite llega a la marca de aforo del matraz. El ensayo se considerará inútil si la temperatura del aceite ha variado durante él en más de medio grado, para temperaturas inferiores a 150 grados F (65,6° C) o más de dos grados para temperaturas superiores a la que acabamos de indicar.

Para calcular la viscosidad en *poises* (unidades C. G. S.) se empleará la fórmula

$$\frac{V}{d} = A T - \frac{B}{T},$$

en la cual

V = viscosidad del aceite.

d = densidad a la temperatura del ensayo.

T = tiempo en segundos empleado por los 50 mililitros.

A y B son constantes del instrumento.

4.º *Viscosímetro Saybolt.*—Es el aparato patrón americano, existiendo dos tipos diferentes designados con los nombres de Saybolt Universal y Saybolt Furol, empleándose el primero para los aceites lubricantes y en general para cualquier aceite cuyo tiempo de salida sea superior a treinta y dos segundos y el segundo para los aceites combustibles y de gas. Ambos aparatos son iguales de forma, diferenciándose solamente en las dimensiones.

Consisten estos viscosímetros en un tubo o depósito de aceite A (fig. 107), prolongado en su parte inferior por una pieza del mismo metal de que está hecho el tubo, que produce un estrechamiento y de cuyo fondo arranca el tubo de salida, que es de metal muy resistente a la corrosión y que desemboca inferiormente en una especie de cámara de aire, cerrada por un corcho C, que impide la salida del aceite por el tubo mientras no se retire. Por la parte superior el tubo A está rodeado por un anillo de derrame B, al cual caerá el aceite si, al calentarse, su nivel sube por encima de la línea

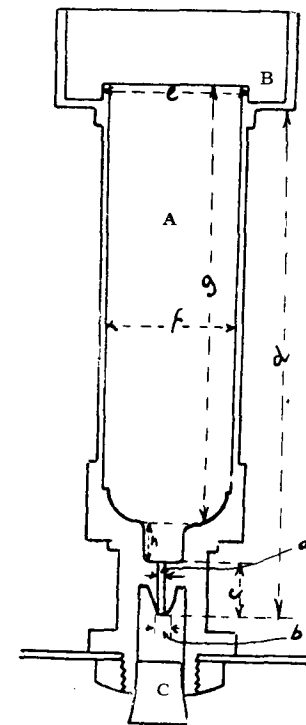


Figura 107.—Tubo del viscosímetro Saybolt.

fija que constituye el nivel constante para todos los ensayos; de este anillo se saca el aceite sobrante con una pipeta.

Las dimensiones oficiales de este tubo o depósito y de sus accesorios son las siguientes:

| COTAS | SAYBOLT UNIVERSAL | | | SAYBOLT FUROL | | |
|--------|-------------------|---------|---------|---------------|---------|---------|
| | Mínimo. | Normal. | Máximo. | Mínimo. | Normal. | Máximo. |
| a..... | 0,1750 | 0,1765 | 0,1780 | 0,313 | 0,315 | 0,317 |
| b..... | 0,28 | 0,30 | 0,32 | 0,40 | 0,43 | 0,46 |
| c..... | 1,215 | 1,225 | 1,235 | 1,215 | 1,225 | 1,235 |
| d..... | 12,40 | 12,50 | 12,60 | 12,40 | 12,50 | 12,60 |
| e..... | | | 3,30 | | | 3,30 |
| f..... | 2,955 | 2,975 | 2,995 | 2,955 | 2,975 | 2,995 |
| g..... | 8,8 | | | 8,8 | | |
| h..... | 0,9 | | | 0,9 | | |

Este cuerpo del viscosímetro se halla, como en todos los aparatos de esta índole, dentro de un depósito concéntrico, que actúa de baño-maría y que en los tipos más modernos presenta una serie de accesorios para su mejor utilización, como se ve en la figura 108. Además del tubo de aceite A, está provisto el aparato de una resistencia eléctrica b, encerrada en un tubo c situado en el interior del baño-maría; de un tubo en U, d, que puede ser recorrido por agua caliente o fría o por vapor, si se prefiere este modo de caldeo; de un mechero anular g para caldear por gas; de dos agitadores de abanico f accionados desde el exterior por los manillares m y, finalmente, de los dos termómetros: T, sumergida su bola en el aceite, y T', cuya bola está sumergida en el agua del baño-maría.

El matraz destinado a recoger el aceite, que sale durante el ensayo por el tubo de salida, está aforado con una marca a los 60 mililitros.

El método operatorio en este aparato es análogo al descrito ya varias veces al tratar de los otros tipos de viscosímetros. El valor hallado consiste en el número de segundos transcurridos mientras se llenan de aceite los 60 mililitros del matraz, expresándose como *segundos Saybolt Universal* o *segundos Saybolt Furol*. Las determinaciones se realizan a diversas temperaturas, siendo las más empleadas para el Saybolt Universal las de 100 grados F (37,8° C), 130 grados F (54,4° C) y 210 grados F (98,9° C), mientras que en el Saybolt Furol las determinaciones se deben hacer siempre a 122 grados F (50° C).

5. Emulsificación y demulsificación.

Muchos aceites presentan una tendencia a formar emulsiones, cuando se los agita con agua en condiciones especiales y, mientras unas veces dicha emulsión se deshace fácilmente, en otras es muy difícil su destrucción. En los aceites lubricantes esta propiedad puede influir de manera diferente, según el uso a que se destinen, y así, mientras en el engrase de órganos en los que no se emplea la lubricación forzada se prefieren en general los aceites que emulsifican con el agua, en aquellos casos en que la lubricación es forzada, es esencial el empleo

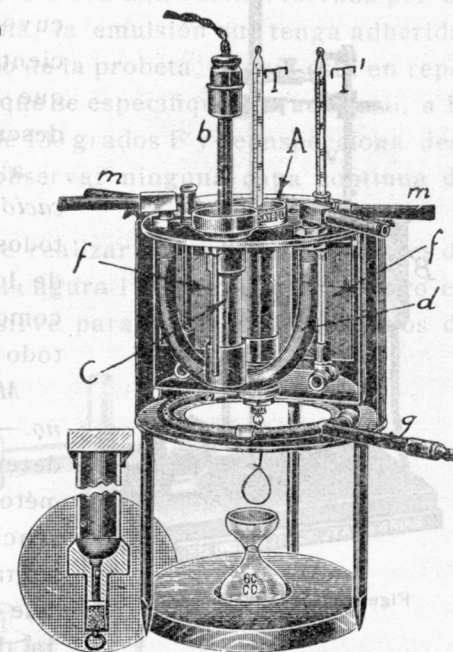


Figura 108.—Viscosímetro Saybolt.

de aceites no emulsificables, puesto que una emulsión permanente no se deshace fácilmente en los filtros ni en las cámaras de reposo. Por estas razones es de mucho interés determinar la aptitud de un aceite a formar emulsiones y la mayor o menor resistencia de las mismas a deshacerse una vez formadas. Esto da lugar a dos ensayos diferentes, designados con los nombres de *ensayo de emulsificación* y *ensayo de demulsificación*,

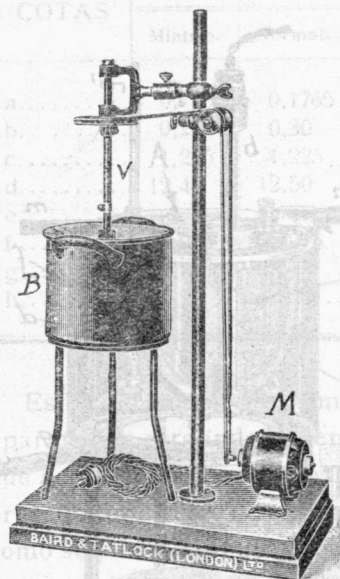


Figura 109. — Aparato de emulsificación.

cuyos nombres son lo suficientemente claros para que sea preciso una mayor descripción.

a) *Ensayo de emulsificación.*—Varios son los métodos empleados para ello, de los que describiremos como más empleado el método patrón americano.

Método patrón americano.—Se emplea para esta determinación, según el método oficial 320,101, un sencillo aparato que representamos en la figura 109 y que consiste en una probeta, de un diámetro de 1" y

1/16 a 1" y 1/8, graduada en centímetros cúbicos y de una capacidad de 100 centímetros cúbicos, que se introduce en un baño-maría, B, y en la cual se puede hacer entrar una pequeña paleta de cobre, de 120 milímetros de largo y de 19 a 21 milímetros de ancho, que, soldada a la extremidad de una varilla V, recibe por el intermedio de una correa un movimiento rápido de giro, de un motorcito eléctrico M.

Para realizar el ensayo se opera como sigue: Se cargan en una de las probetas 40 centímetros cúbicos del aceite y

otro tantos del líquido con el que se quiera emulsificar, calentando el conjunto en el baño-maría a 130° F (54°,4 C), después de lo cual se hace descender la paleta hasta que quede a ocho milímetros del fondo de la probeta y se pone en movimiento a una velocidad de 1.500 revoluciones por minuto durante cinco minutos, al cabo de los cuales se detiene, se la sube hasta que salga por completo de la probeta, se recoge con el dedo o con una varilla, forrada por un trozo de tubo de goma, la emulsión que tenga adherida, haciéndola caer dentro de la probeta, se deja ésta en reposo, durante el tiempo que se especifique en cada caso, a la misma temperatura de 130 grados F y se inspecciona después, no debiéndose observar ninguna capa continua de emulsión.

Cuando se trata de realizar numerosos ensayos, es de utilidad el aparato de la figura 110, que, siendo análogo en principio al descrito, sirve para realizar seis ensayos de

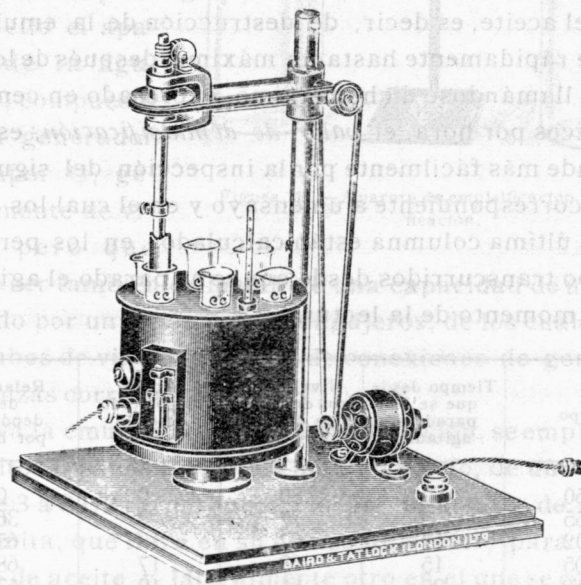


Figura 110. — Aparato de emulsificación séxtuple.

manera consecutiva, estando el baño maría construido de tal modo que, por su giro, se van colocando sucesivamente las probetas debajo de la paleta agitadora.

b) *Ensayo de demulsificación.*—Los métodos más recomendables para realizarlo son el americano y el de la I. P. T. que es un perfeccionamiento del de Conradson.

1.º *Método americano.*—Empleando el mismo aparato que en la determinación anterior, se cargan en la probeta 27 centímetros cúbicos del aceite a ensayar y 53 de agua destilada, calentándolo a 130 grados, agitándolo con la paleta durante cinco minutos, de la misma manera que para determinar la emulsificación, y arreglándose después de manera que la temperatura se mantenga constante a 130 grados F.

Se leerá cada minuto la posición de la línea de separación de la capa de aceite y de la capa emulsificada, haciendo la primera lectura al minuto de haber realizado la parada de la paleta. Con aceites normales, la marcha del depósito del aceite, es decir, de destrucción de la emulsión, asciende rápidamente hasta un máximo, después de lo cual decrece, llamándose dicho máximo, expresado en centímetros cúbicos por hora, el *valor de demulsificación*; esto se comprende más fácilmente por la inspección del siguiente cuadro, correspondiente a un ensayo y en el cual los valores de la última columna están calculados en los períodos de tiempo transcurridos desde que se ha parado el agitador hasta el momento de la lectura:

| Tiempo | Tiempo desde que se ha parado el agitador | Nivel de la capa de separación de emulsión y aceite | Aceite depositado desde la parada | Relación de depósito por hora |
|--------|-------------------------------------------|-----------------------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| 9,50 | 0 | 80 | 0 | 0 |
| 9,55 | 5 | 77 | 3 | 36 |
| 10,02 | 12 | 67 | 13 | 65 |
| 10,05 | 15 | 63 | 17 | 68 |
| 10,10 | 20 | 61 | 19 | 57 |

En este caso la demulsibilidad es 68, que es el valor máximo hallado en la última columna. Si al cabo de una hora no se hubiese alcanzado aún el valor máximo en cuestión, se suspende el ensayo y se toma como valor de la demulsificación el número de centímetros cúbicos depositados en una hora.

2.º *Método de la I. P. T.*—Este método, que tiene la designación L. O. 16 y que es el mismo de la A. S. T. M., D 157-28, consiste, en líneas generales, en producir la emulsificación del aceite

por la inyección en él del vapor de agua y observar después la marcha seguida en la demulsificación, cuando se deja el recipiente en reposo; se emplea para ello el aparato de la figura 111, compuesto de un generador de vapor G, generalmente de vidrio, pero que puede ser también de metal, de una capacidad de un litro y cerrado por un tapón con tres agujeros, de los cuales salen tres tubos de vidrio provistos de conexiones de goma, con sus pinzas correspondientes.

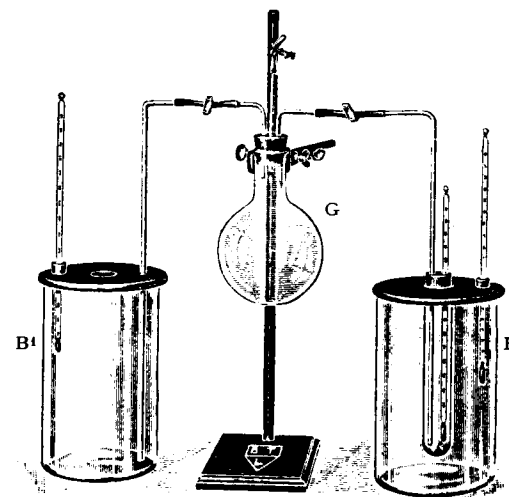


Figura 111.—Aparato de emulsificación y demulsificación.

Para la emulsificación y demulsificación, se emplean dos depósitos o baños B y B', de metal o vidrio, de una capacidad de 3 a 3 1/2 litros, cubiertos por una tapa de metal o de ebónita, que lleva en su centro un orificio para el recipiente de aceite y lateralmente otro en el que se coloca un termómetro.

El aceite se coloca en un tubo que tenga 25 milímetros de diámetro y 200 de alto, graduado en mililitros de 0 a 50 y de tal modo que las graduaciones de cada cinco mililitros rodeen todo el tubo; éste se halla cerrado por un tapón de goma, en el cual va un termómetro, que llega hasta muy cerca del fondo y que tiene además otro orificio por el que entra, un poco flojo, un tubo de vidrio comunicado con uno de los que salen de la caldera y cuya punta está cortada en bisel, formando un ángulo de 30 grados con el eje.

La cubierta del baño B tiene un tercer orificio, por el que penetra hasta su fondo otro tubo de vidrio, comunicado con la caldera, con el fin de inyectar vapor a esta agua, elevándola a la temperatura deseada.

Para producir vapor en la caldera C, se puede emplear un mechero de gas o una placa eléctrica de caldeo.

Para realizar la determinación se opera como sigue:

a) *Preparación.*—El aparato debe ser acoplado en la forma indicada en la figura, llenando hasta la mitad de agua el generador G, cargando con tres litros de agua los baños y subiendo la temperatura del agua del baño de emulsificación B, para que no sea inferior a 67° F (19°,4 C) ni mayor de 78° F (25°,6 C) y que en el baño de separación B' suba la temperatura a 200° F (93°,3 C). Después de tener la seguridad de que, tanto el tubo de ensayo como el termómetro y el tubo de llegada del vapor, están *químicamente limpios*, se cargan en dicho tubo de ensayo 20 mililitros del aceite a ensayar, medidos a la temperatura del laboratorio, y se lleva dicho tubo al baño de emulsificación B, introduciendo en él el tubo de llegada de vapor, que se conectará al generador de vapor.

b) *Emulsificación.*—Después de haber purgado el tubo de llegada del vapor, hasta que desaparezca cualquier porción condensada, se hace que el extremo de este tubo, cortado en bisel, toque al fondo del tubo del aceite y se

empieza a admitir vapor a través de éste, regulándolo, mediante la pinza intercalada en el tubo de vapor, para que la temperatura en el aceite se mantenga entre 190 y 195° F (87°,8 y 90°,6 C); esta regulación exigirá no sólo manipular en la pinza citada, sino también en la del tubo central del generador, que permite la salida del vapor al exterior. La inyección de vapor se continuará hasta que la mezcla de aceite y vapor, condensada en el tubo de aceite, alcance un volumen de 40 mililitros (con una tolerancia en más o en menos de tres mililitros. El tiempo necesario para esta operación será de cuatro a seis y medio minutos, según la calidad del aceite, la altitud del lugar, etcétera. Si se condensase agua en proporción mayor de 20 mililitros en menos de cuatro minutos, esto indicará que el vapor está demasiado húmedo y que se debe repetir el ensayo.

c) *Separación.*—Lograda la emulsificación, se retira el tubo de llegada de vapor y el tubo de aceite se trasladará rápidamente al baño B' de separación, en el cual se someterá a la temperatura ya indicada de 200° F (93°,3 C); es muy importante mantener esta temperatura con una tolerancia única en más, de 2 a 3° F (1°,2 - 1°,3 C). En el momento en que se retira el tubo de vapor del aceite, se pondrá en marcha un cuentasegundos y cada treinta segundos se observará el contenido del tubo de aceite, anotando el volumen de la capa de aceite separada; para ello se sacará rápidamente dicho tubo del baño B, para leer la graduación y volverlo a colocar en dicho baño, operación que no requiere más que cinco segundos. Esta operación se repite de manera continua, hasta que se hayan separado 20 mililitros del aceite y, en aquellos casos en que al cabo de veinte minutos no se haya separado dicho volumen, el ensayo se da de todas maneras por terminado.

d) *Interpretación.*—Para interpretar los resultados, se supone que la relación de separación es directamente pro-

porcional a la resistencia del aceite ensayado a la emulsificación. Con el fin de establecer bases de comparación, se asignará un valor definido de uno a un aceite que, bajo las condiciones del ensayo, se separa completamente de la emulsión en un minuto; esto es, equivalente a una relación de separación de 0,33 mililitros por segundo.

e) *Expresión de los resultados.*—El tiempo necesario para la separación completa de los 20 mililitros de aceite debe anotarse como el *Número de demulsificación.*—*Método I. P. T.*

6. **Punto de enturbiamiento (Cloud point).**—La determinación de esta constante se realizará como hemos descrito en otro lugar al tratar de los aceites de alumbrado.

7. **Punto de cuajado (Setting point).**—El objeto de este ensayo es indicar la temperatura a la cual un aceite deja de

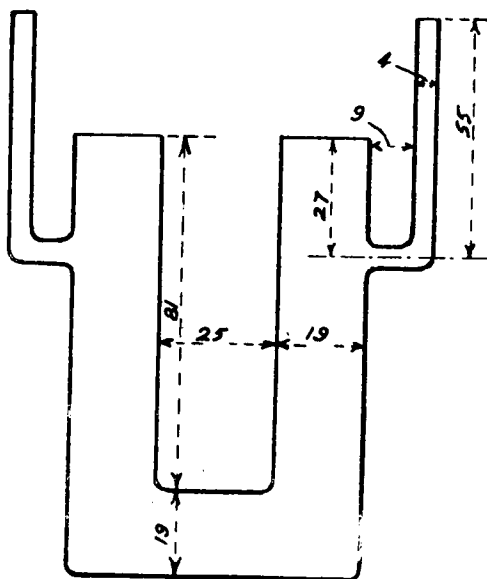


Figura 112.—Tubo en U para determinar el punto de cuajado.

fluir, cuando está sometido a una pequeña presión y bajo condiciones determinadas, en las que se elimina lo más posible cualquier alteración mecánica. El método empleado para esta determinación es el establecido por la I. P. T. con la indicación L. O. 11 a.

a) *Aparato empleado.*—Para esta determinación se

emplea un tubo en U, hecho de un vidrio de espesor de milímetro a milímetro y medio y de la forma y dimensiones indica las en la figura 112. Este tubo se suspenderá o apoyará en una posición vertical en un baño de aire M (fig. 113) consistente en una caja de metal de 4'' de largo, 4'' de ancho y 63'' de alto, provista de una tapa apropiada; este baño de aire es suficiente para colocar en él varios tubos en U.

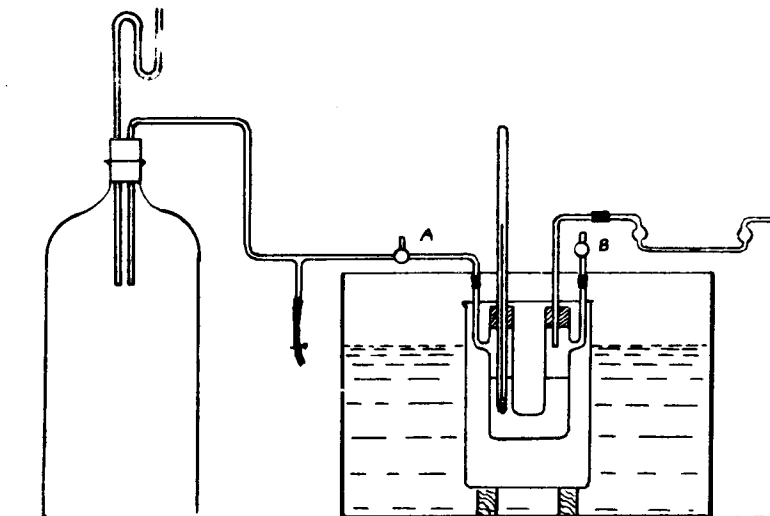


Figura 113.—Conjunto del aparato para determinar el punto de cuajado.

Uno de los extremos del tubo en U está cerrado por un tapón que lleva un termómetro, de tal modo que el centro de la bola de éste se halle a 2,5 centímetros sobre el fondo del tubo. El otro extremo de este tubo está cerrado por un tapón de goma que lleva un tubo indicador, cuya porción horizontal tendrá un diámetro interno de dos mililitros y que lleva dentro una gota de agua coloreada que desempeña el papel de índice.

Al tubo lateral del extremo del tubo en U que lleva el termómetro se acopla una llave de dos vías A, mediante la cual dicho extremo se puede comunicar, bien con el ma-

nantial de presión, bien con la atmósfera; en cuanto al tubo lateral del otro extremo, está unido a una llave B, por medio de la cual se puede conectar con la atmósfera.

La presión en el aparato se produce inyectando aire en un gran frasco provisto de un manómetro y que permite obtener la presión que se quiera.

El baño metálico de aire debe ser sumergido en un gran baño que contenga la mezcla frigorífica apropiada.

b) *Método operatorio.*—Después de haber calentado previamente la muestra a 212 grados F (100° C), para eliminar los efectos de la histéresis térmica, se lo deja enfriar a una temperatura de 15 grados F (8,4° C) superior al punto de cuajado supuesto, después de lo cual se carga con él el tubo en U, provisto previamente de su termómetro hasta un alto de cinco centímetros sobre el fondo, siendo conveniente que este nivel esté marcado de una manera permanente en el tubo.

El aparato se acopla en seguida y el baño externo se carga con una mezcla frigorífica apropiada; para aceites que tengan un punto superior a 40 grados F (4,4° C) lo más conveniente es hielo machacado o una mezcla de hielo y agua; para aceites cuyo punto esté entre 40 grados F (4,4° C) y —15 grados F (—26° C) se empleará una mezcla de hielo con sal o con cloruro cálcico cristalizado y, finalmente, para puntos inferiores a —15 grados F (—26° C) se empleará alcohol enfriado por ácido carbónico sólido. (En este caso conviene poner la mezcla directamente en contacto con el tubo en U.)

La temperatura en el baño externo se ajusta de manera que, cuando la del aceite se halle a 10 grados F (6°,6 C) sobre su punto de cuajado, esta temperatura vaya bajando a una marcha uniforme de un grado F (0,6° C) por minuto, lo que se mantiene hasta alcanzar el punto de cuajado buscado.

Estando cargado el depósito de aire, el ensayo se realiza



cerrando la llave B y abriendo la llave A para conectar el tubo en U con el depósito de aire. La gota de agua coloreada del tubo indicador mostrará cualquier movimiento que experimente el aceite bajo la acción de la presión; mientras el aceite es relativamente fluido es conveniente aplicar la presión sólo momentáneamente para evitar un movimiento excesivo del aceite y después de cada aplicación se abrirán las llaves A y B para restablecer la presión atmosférica en cada uno de los lados del tubo en U.

Las aplicaciones de presión se repetirán con intervalos de un minuto y, a medida que se va aproximando el punto buscado, se observará que el movimiento de la gota indicadora se va haciendo más lento hasta que se llegue a una temperatura en la cual se observe un ligerísimo movimiento inicial, seguido de una parada durante diez segundos; esta temperatura será el punto de cuajado buscado.

Un método análogo a éste es el seguido para el estudio de la fluidez de los aceites minerales, cuando se los somete al frío, en los Ferrocarriles prusianos y en el Materialprüfungsamt.

Para ello se dispone el aceite en un tubo en U, de ramas desiguales y graduadas, haciendo actuar una presión de 50 milímetros de agua sobre la rama más larga y observando la diferencia del nivel que se establece en las dos ramas, a medida que se va haciendo descender la temperatura del aceite, por su inmersión en una mezcla frigorífica.

8. **Coefficiente de expansión.**—La determinación del coeficiente de expansión de un aceite de engrase se realiza siguiendo métodos análogos a los que hemos descrito al tratar del petróleo bruto.

9. **Volatilidad.**—Los aceites minerales de engrase se volatilizan solamente a temperaturas elevadas. Antigua-

mente se creía que el único medio de apreciar la volatilidad de un aceite era la determinación del punto relámpago, empleando para ello, según las circunstancias, aparatos cerrados o abiertos; siguiendo este método se juzgaba acerca de la calidad de un aceite de engrase y principalmente de un aceite de cilindros, por la mayor o menor altura del punto relámpago, lo que desgraciadamente sólo proporcionaba una idea aproximada de la volatilidad del aceite.

Aparte del punto relámpago, el punto de inflamación proporciona un medio de caracterizar mejor la volatilidad.

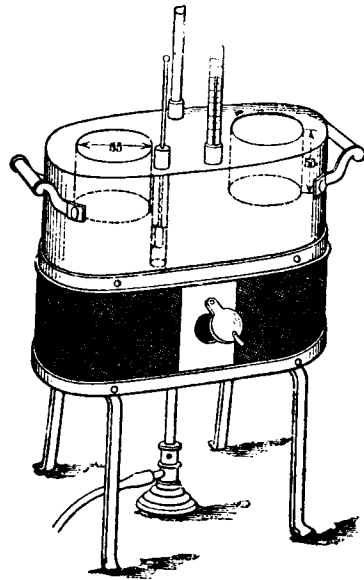


Figura 114.—Aparato de Holde.

Este ensayo se considera por algunos como el mejor ensayo de volatilidad de un aceite de engrase y más eficaz que el punto relámpago.

Para la determinación de volatilidad se pueden seguir diversos métodos, entre los cuales citaremos los siguientes:

a) *Método de Holde.*—

El aparato empleado consiste en un baño de caldeo (fig. 114) en el cual se colocan uno o varios depósitos, similares al depósito interno del aparato Pensky. El

baño de caldeo, según la temperatura que se desee, puede llenarse con líquidos de punto de ebullición apropiado; esta temperatura debe ser algo más alta que la del aceite a ensayar, puesto que el depósito interno no alcanza nunca la temperatura del baño de caldeo.

Para calentar este baño se puede emplear un mechero,

rodeado, según se ve en la figura, por una tela metálica de seguridad con el fin de evitar el peligro de inflamación del aceite; en este caso el mechero se enciende por la pequeña abertura que se ve en el frente del dibujo. En lugar de un mechero de gas puede emplearse el caldeo por una resistencia eléctrica.

En los depósitos superiores se vierte una pequeña cantidad de glicerina, si se han de realizar ensayos a temperatura inferior de los 200 grados, o aceite de cilindros de punto alto de ebullición y punto relámpago superior a los 300 grados, para en-ayos a estas temperaturas; el objeto de estos aceites es favorecer la transmisión de calor del baño de caldeo al depósito interno que contiene el aceite, en el cual se carga éste hasta que alcance el nivel marcado del aparato (3,5 milímetros). Un termómetro se introduce en la copa interna, para determinar la temperatura de la muestra del aceite.

El depósito de aceite, con éste y el termómetro, se pesa antes del ensayo y después de un caldeo de varias horas se vuelve a pesar, determinando por la diferencia de peso la proporción de aceite volatilizada.

b) *Método de Camermán y Nicolás, perfeccionado por Kammerer.*—En este método se hace pasar vapor, sobrecalentado a 300 grados, por un depósito cilíndrico, en el cual cae gota a gota el aceite a ensayar, que se recoge en la parte inferior; el aparato empleado (fig. 115) consiste en lo siguiente:

El vapor producido en A se sobrecalienta en B hasta los 300 grados, observándose esta temperatura en un termómetro T colocado en el trayecto que ha de recorrer el vapor; éste llega al depósito de vidrio D, protegido por una envuelta de amianto y en el cual cae, gota a gota, por C el aceite, que procede de G y que es forzado a ello por presión de mercurio; el aceite y el vapor se mezclan por su paso a través de una tela metálica fina. El aceite

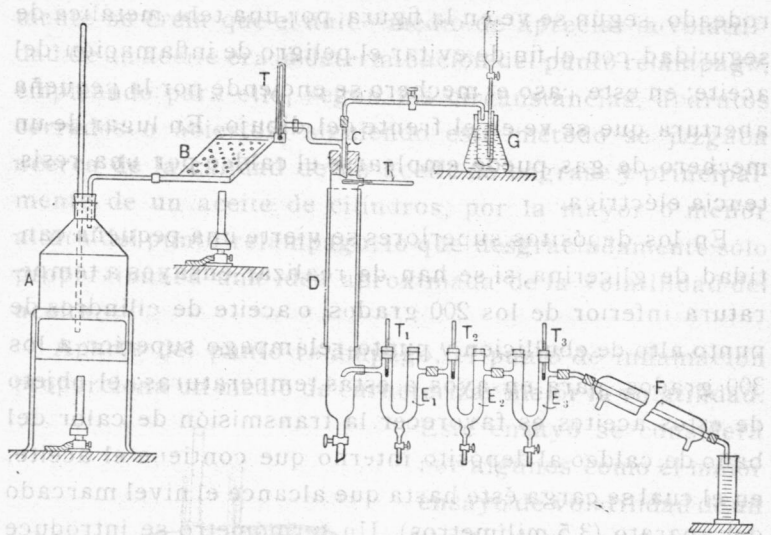


Figura 115.—Aparato de Kammerer.

que haya sido arrastrado por el vapor se recoge en los tubos E_1 , E_2 y E_3 y la última porción condensada en el refrigerante F . Durante el ensayo, que dura una hora, se evaporan un kilogramo de agua y 10 centímetros cúbicos de aceite.

Reuniendo y midiendo la cantidad de aceite recogida en los diversos aparatos y la que se recoge en la llave del tubo D se obtendrá, por comparación entre ambos, la porción de aceite volatilizada.

c) *Método de Archbutt.*—Este investigador emplea para determinar la volatilidad de un aceite el aparato que representamos en la figura 116 y que consiste en un baño de aceite A , calentado por un mechero rampa M y en el cual hay un tubo T , que atraviesa de un extremo a otro, que por uno de sus lados tiene un pequeño tapón que permite introducir en el interior del tubo una manecilla y que por su otro extremo está conectado con un tubo de pequeño diámetro al cual se aplica un dispositivo de succión. El

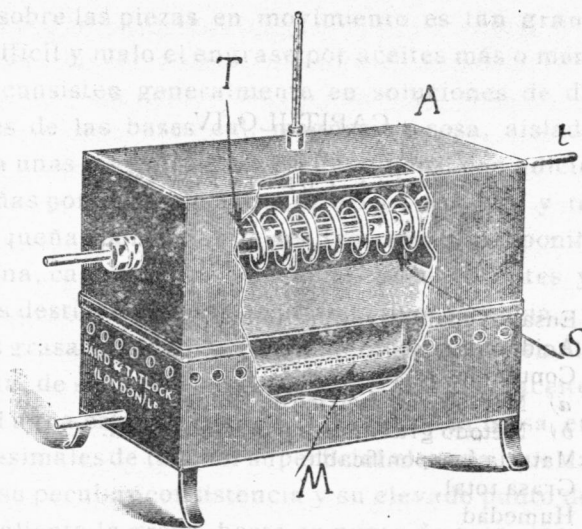


Figura 116.—Aparato de Archbutt.

aire que ha de recorrer el tubo entra según un tubo t y recorre después un serpentín S , que rodea en casi toda su longitud el tubo T , al cual se injerta cerca del tapón de entrada; completa el aparato un termómetro, cuya bola está sumergida en el aceite del baño.

Para determinar la volatilidad del aceite a ensayar se carga un peso determinado de éste en una pequeña navicilla, que se introduce en el tubo antes citado, después de tener el baño de aceite a la temperatura deseada; se establece la succión de aire a través del aparato y se mantiene constante, así como la temperatura, durante todo el ensayo, que durará de una a dos horas; transcurridas éstas se retira la navicilla, se deja enfriar en un desecador y se pesa, determinando por la pérdida de peso la proporción de aceite que se ha volatilizado.

CAPITULO IV

GRASAS CONSISTENTES

A. Ensayos químicos

1. Ensayos cualitativos preliminares.
2. Acido graso libre.
3. Contenido en jabones.
 - a) Método volumétrico de Holde.
 - b) Método gravimétrico de Marcusson.
4. Materia insaponificable.
5. Grasa total.
6. Humedad.
7. Proporción de glicerina.
8. Cal libre.
9. Materias extrañas.
10. Procedimiento sistemático de análisis.
 - a) Determinación de las cenizas.
 - b) Examen cualitativo de las mismas.
 - c) Examen cuantitativo.
 - d) Determinación de las cargas, jabón, grasas, aceite de petróleo y materia insaponificable.
 - e) Determinación del álcali libre y del ácido libre.
 - f) Determinación del agua.

B. Ensayos físicos.

11. Apariencia externa.
12. Punto gota.
13. Consistencia.
 - a) Método de Kissling.
 - b) Método oficial americano.

* * *

Las grasas lubricantes, empleadas, por razones de economía en muchos casos y en puntos de difícil acceso en los que, por ello, conviene realizar el engrase por períodos espaciados, así como en lugares en los que la carga que

actúa sobre las piezas en movimiento es tan grande que hace difícil y malo el engrase por aceites más o menos viscosos, consisten generalmente en soluciones de diversos jabones de las bases cal, magnesia o sosa, aisladas o en mezcla unas con otras, en aceite mineral con adiciones de pequeñas porciones de agua (de 0,5 a 7 por 100) y también con pequeñas porciones de aceites grasos insaponificados, glicerina, cal, materias colorantes y desodorantes y sustancias destinadas a enmascarar la fluorescencia.

Las grasas pueden ser consideradas como emulsiones, en agua, de soluciones coloidales de jabón, en aceite mineral. El agua está distribuída, a través de la masa, en gotas infinitesimales de tensión superficial elevada, que dan a la grasa su peculiar consistencia y su elevado punto de gota. Si se calienta la grasa, hasta su punto de gota, las gotitas de agua se desintegrarán, la naturaleza de la grasa desaparece y ésta se vuelve transparente, pudiéndose separar aceite.

Aparte de estas grasas de consistencia pastosa, hay otras de consistencia análoga a la de la mantequilla o al sebo, que consisten en jabones alcalinos y sustancias completamente saponificables, grasas que se emulsionan fácilmente con agua; de este tipo son las grasas para cables, las empleadas en las cadenas de las grúas, las destinadas al engrase de partes sometidas a un calor elevado, tales como los cilindros de laminadores, etc.

El análisis de las grasas comprende, como el de los aceites, determinaciones físicas y determinaciones químicas.

A. ENSAYOS QUIMICOS

1. **Ensayos cualitativos preliminares.**—Se ensayará si la grasa se disuelve por completo en nafta o en éter, lo que sucederá raras veces, o si no deja ceniza, calcinada en capsula de platino. Si la grasa se disuelve por completo en naf-

ta se someterá la disolución al ensayo completo a que se somete un aceite; si, como es el caso corriente, la grasa sólo se disuelve parcialmente en nafta, una muestra se tratará, en un matraz provisto de un refrigerante a reflujo, con 90 volúmenes de nafta y 10 de alcohol absoluto, dejando después reposar durante algún tiempo y filtrándolo en caliente. La materia grasa, los jabones y el aceite mineral se disolverán, mientras que la cal libre, el carbonato cálcico y las adiciones, tales como barita, tierra de diatomeas, grafito, etc., se hallarán en el residuo, pudiendo ser examinadas según el método del análisis mineral ordinario.

2. Acido graso libre.—Este ensayo generalmente es innecesario, puesto que las grasas no contienen, en la mayoría de los casos, un exceso de ácido graso libre, sino que este ácido lo contienen saponificado. Si es preciso realizar la determinación, se puede seguir el método de Marcusson, que es como sigue:

Se calientan 10 gramos de grasa, durante un corto tiempo, bajo un condensador a reflujo, con una mezcla neutralizada de 90 volúmenes de nafta y 10 volúmenes de alcohol absoluto. Las grasas que no han sido cargadas artificialmente, se disuelven completamente o casi completamente; la materia no disuelta se recoge por filtración, lavándola después. El filtrado se titula, después de haberle añadido 30 centímetros cúbicos de alcohol de 50 por 100, con una solución alcohólica decinormal de sosa, en presencia de la fenolftaleína, hasta que la capa alcohólica inferior permanezca coloreada.

3. Contenido en jabones.—Varios son los métodos que se pueden seguir para esta determinación, entre los cuales describiremos los siguientes:

a) *Método volumétrico de Holde.*—En un matraz de 300 centímetros cúbicos, provisto de un refrigerante a reflujo,

se hierven 10 gramos de la grasa, 50 centímetros cúbicos de nafta y de 10 a 15 de ácido clorhídrico diluido; el líquido se lava, en un embudo de decantación, con nafta y las capas ácidas se separan, guardándolas separadamente para determinar en ellas las bases de los jabones, según el método cualitativo ordinario del análisis mineral. A veces el ácido clorhídrico aparece coloreado en rojo, por la materia colorante añadida a la grasa; en esos casos se seguirá lavando ésta con porciones sucesivas de ácido, hasta que el líquido sea totalmente incoloro. Con grasas no coloreadas, bastan generalmente dos extracciones de la solución en nafta con el ácido clorhídrico.

El ácido mineral se elimina por tratamiento con solución de sal de Gláuber y la solución en nafta se lava dos veces con agua destilada y se titula con solución decinormal de sosa, después de haberle añadido 20 centímetros cúbicos de alcohol neutralizado y unas gotas de fenolftaleína. El valor ácido hallado representa la suma de los ácidos grasos, libres y combinados como jabones y, por tanto, restando de este valor el hallado anteriormente de ácidos grasos libres, se obtendrán los existentes formando jabones. Si se quiere conocer la proporción de éstos, será preciso conocer el peso molecular de los ácidos y la naturaleza del radical ácido.

Para determinar el peso molecular, la solución en nafta, titulada según acabamos de explicar, se diluye con agua hasta que sea 50 por 100 alcohólica, teniendo en cuenta los 20 centímetros cúbicos de alcohol añadidos. Para evitar emulsiones, es conveniente añadir algunos centímetros cúbicos de una solución concentrada acuosa de KOH y la misma proporción de alcohol absoluto. Siguiendo la práctica de Spitz y Honing, la solución en nafta se agita varias veces con alcohol al 50 por 100, separando las capas acuosas inferiores. De la solución alcohólica de jabones, purificada por repetidos lavados con nafta hirviente, se obtienen los

ácidos de la manera siguiente: Se evapora el alcohol hasta que desaparezca su olor característico; el residuo, disuelto en una pequeña porción de agua, se trata con ácido sulfúrico diluido, en exceso, en presencia de éter de petróleo, en un embudo de decantación, separando la capa ácida inferior y lavando la solución etérea de los ácidos, primero con solución concentrada de sal de Gláuber y repetidas veces con agua, hasta que el agua de lavado no dé reacción ácida con el naranja de metilo. El éter de petróleo se seca durante un corto tiempo, con cloruro cálcico, se filtra y se destila, recogiendo el residuo, que serán los ácidos grasos, los que son secados durante cinco minutos a 105 grados. De ellos se toma de medio a un gramo, disolviéndole en alcohol absoluto y titulándolos con potasa decinormal; el peso molecular se deducirá del valor ácido hallado, según la siguiente fórmula:

$$M = \frac{56110}{\text{Valor ácido}}$$

De este peso molecular se deducirá el contenido en jabones, de la manera de todos conocida, según la naturaleza de las bases obtenidas, en la investigación de las mismas operando sobre la solución acuosa primeramente separada.

b) *Método gravimétrico de Marcusson.*—Este método está basado en la débil solubilidad de los jabones en la acetona y en la gran solubilidad en la misma de los aceites minerales. Sin embargo, como algunos jabones de resina son considerablemente solubles en acetona y los aceites minerales viscosos, así como la grasa de lana, no son completamente solubles, este método debe ser empleado con cuidado. Para aplicarlo se opera como sigue:

Una cantidad pesada de grasa se extrae, en un aparato de Soxhlet con acetona, que contenga cloruro cálcico granular, que se une al agua y disminuye la solubilidad de los jabones. La porción insoluble, que puede contener aun

aceite mineral, se extrae con una mezcla de tres partes de acetona y una parte de nafta ligera. El residuo contendrá los jabones y los cuerpos inorgánicos (cal, materiales de carga, grafito, etc.) y de él se separa el jabón por solución en una mezcla de nafta y alcohol, en las proporciones 8 : 2, secándolo después y pesándolo.

4. **Materia insaponificable.**—De la solución en nafta, obtenida aplicando el método de Holde que acabamos de explicar y libre de jabón, se obtiene un residuo, que será la grasa neutra más el aceite mineral, mediante una destilación que elimina el disolvente; después de lo cual el residuo se seca y pesa. Determinando el valor de saponificación de este residuo, se determinará la proporción de grasas saponificables.

5. **Grasa total.**—Diez gramos de la muestra, se hierven en un matraz provisto de refrigerante a reflujo, con 100 centímetros cúbicos de éter y un exceso (10 centímetros cúbicos) de HCl diluido, hasta disolución clara; se deja después en reposo en un embudo de decantación y se separa por completo la capa ácida, lavando los extractos etéreos combinados con una solución de sal de Gláuber y después dos veces con agua destilada, para eliminar el ácido mineral. El éter se evapora después y el residuo, secado a 105 grados, constituirá la totalidad de la grasa (aceite mineral, grasa neutra y ácidos grasos libres de los jabones).

6. **Humedad.**—La determinación de la humedad que contiene una grasa es muy interesante, porque permite averiguar si contiene una adición de agua emulsionada. Esta determinación se realiza según los métodos generales ya explicados.

7. **Proporción de glicerina.**—Las grasas contienen sólo accidentalmente este cuerpo y además en proporciones pe-

queñas, que se han formado durante la saponificación de la grasa añadida; por ello su determinación sólo se realiza en casos excepcionales. Cualitativamente se la determina según el método de Mandel y Bischem, por oxidación con hipoclorito, que la hace pasar a glicerosa y reacción de esta última con la orcina.

Para determinarla cuantitativamente, se aplica el método de la acetina, en el cual se usa el líquido ácido obtenido por descomposición de 10 gramos de grasa con nafta y HCl.

8. Cal libre.—En las grasas se encuentran pequeñas cantidades de cal libre, procedentes de la preparación de aquélla. Un ensayo preliminar, para averiguar su existencia, se realiza agitando varios gramos de la grasa con alcohol al 40 por 100 que contenga fenolftaleína; si se produce una coloración roja, indicará la presencia del hidróxido cálcico, ya que rara vez existen los de los metales alcalinos.

Para hacer la determinación se toman 10 gramos de la muestra, que se calientan durante quince minutos en un matraz provisto de refrigerante a reflujo, con 50 centímetros cúbicos de nafta y cinco de alcohol.

La materia no disuelta se recoge en un filtro, lavándola con nafta-alcohol, en un embudo con camisa de agua caliente. En el residuo, libre de grasa y de jabón por el tratamiento indicado, se determinará el hidróxido cálcico por el procedimiento ordinario.

9. Materias extrañas.—La grasa, como ya se ha dicho, puede contener materias extrañas, que se le añaden para aumentar su peso y entre las cuales hemos de citar el yeso, la barita, el almidón, talco, grafito y negro de humo. Todos estos materiales quedan en el residuo insoluble, obtenido en el procedimiento anterior, y en el cual se identificarán por los métodos ordinarios del análisis mineral.

10. Procedimiento sistemático de análisis de una grasa.—La A. S. T. M. ha establecido un método sistemático de análisis de grasas, que vamos a exponer íntegro por ser el método oficial americano.

a) *Muestra.*—El volumen de la muestra para la determinación de los jabones debe ser de 8 a 30 gramos, dependiendo de la consistencia de la grasa, ya que ésta está determinada principalmente por el porcentaje de jabón presente.

El peso de las muestras se aproximará a lo más a 0,1 gramo.

b) *Disolventes empleados.*—El éter de petróleo utilizado destilará todo a una temperatura máxima de 200 grados F (93° 3 C) y 125 centímetros cúbicos del mismo no deberán consumir más de 0,2 centímetros cúbicos de solución seminormal de KOH.

El alcohol se preparará partiendo del alcohol comercial de 95 por 100, destilándolo sobre Na OH, diluyéndolo al 50 ó 70 por 100 por volumen con agua destilada y neutralizándolo exactamente con sosa o potasa, en presencia de fenolftaleína.

La solución de fenolftaleína debe prepararse disolviendo un gramo de la misma en 50 centímetros cúbicos de alcohol redestilado, añadiendo un volumen igual de agua y neutralizando con hidróxido sódico o potásico.

Cuando se indique *HCl concentrado*, se deberá emplear la calidad comercialmente pura del mismo y cuando se indique HCl al 10 por 100, este porcentaje será en peso del HCl absoluto, con una variación permisible en más o menos de 0,5 por 100.

MARCHA GENERAL

a) *Determinación de las cenizas.*—Para esta determinación se pueden seguir dos métodos.

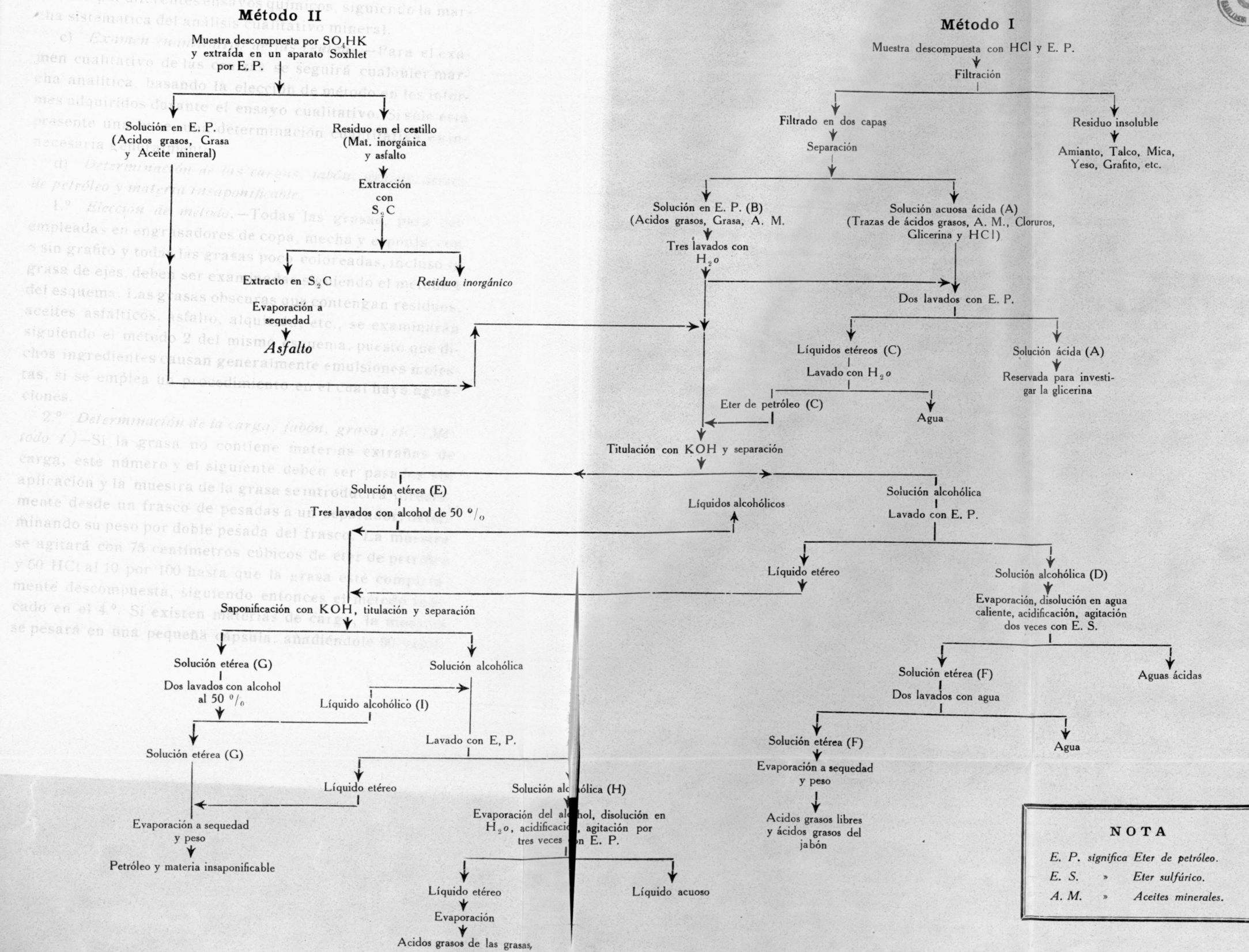
Un método consiste en tomar dos a cinco gramos de la

grasa en un crisol de porcelana tarado, pesando el conjunto y aproximando al decigramo. Si se supiese que en la grasa no existen jabones de plomo o de cinc, se podrá emplear un crisol de platino, que es más conveniente. La materia combustible se quemará lentamente y el residuo se incinerará, hasta que quede libre de materia carbonosa. El crisol y su contenido, después de fríos en un desecador, se pesan para determinar por diferencia el peso de cenizas. Otro método consiste en quemar la muestra como en el método anterior, hasta obtener unas cenizas libres de carbón. El crisol y su contenido se enfriarán, se disolverán las porciones solubles en un poco de agua, se añadirá un ligero exceso de ácido sulfúrico diluido, haciéndolo caer cuidadosamente desde una pipeta sobre un pequeño vidrio de reloj que cubra el crisol. Éste y su contenido se calientan después al baño maría, hasta que cesa la efervescencia, lavando después el vidrio de reloj con agua, que se hace caer en el crisol. La solución se ensayará con unas gotas de naranja de metilo, debiendo colorearse por existir ácido libre. El contenido de crisol se evaporará a sequedad y el residuo será calcinado al rojo oscuro, añadiéndole unos cristales de carbonato amónico seco, para neutralizar el exceso de anhídrido sulfúrico. Después de enfriado se pesa y el resultado se anota como «porcentaje de cenizas expresadas como sulfato».

Este método da resultados más concordantes que el primero, pero requiere más tiempo y manipulación.

b) *Examen cualitativo de las cenizas.*—Una ceniza fácilmente fusible y que se disuelva completamente en agua, dando una solución fuertemente alcalina, indica una grasa que contenga sodio, potasio o ambos. Una ceniza blanca, fusible, prácticamente insoluble en agua, pero a la cual da una reacción alcalina, puede indicar calcio, con o sin magnesio, o aluminio. Cinc está indicado por el color amarilló de las cenizas, mientras están calientes y plomo

ESQUEMA DEL ANALISIS SISTEMATICO DE LAS GRASAS



por la presencia de glóbulos metálicos, o por el color amarillo de las cenizas frías.

Las cenizas se deben disolver en ácido nítrico o clorhídrico diluídos y la presencia de las diversas bases se confirmará por diferentes ensayos químicos, siguiendo la marcha sistemática del análisis cualitativo mineral.

c) *Examen cuantitativo de las cenizas.*—Para el examen cualitativo de las cenizas se seguirá cualquier marcha analítica, basando la elección de método en los informes adquiridos durante el ensayo cualitativo. Si sólo está presente una base, una determinación cuantitativa es innecesaria generalmente.

d) *Determinación de las cargas, jabón, grasas, aceite de petróleo y materia insaponificable.*

1.º *Elección de método.*—Todas las grasas, para ser empleadas en engrasadores de copa, mecha y esponja, con o sin grafito y todas las grasas poco coloreadas, incluso la grasa de ejes, deben ser examinadas siguiendo el método 1 del esquema. Las grasas oscuras que contengan residuos, aceites asfálticos, asfalto, alquitrán, etc., se examinarán siguiendo el método 2 del mismo esquema, puesto que dichos ingredientes causan generalmente emulsiones molestas, si se emplea un procedimiento en el cual haya agitaciones.

2.º *Determinación de la carga, jabón, grasa, etc. (Método 1.)*—Si la grasa no contiene materias extrañas de carga, este número y el siguiente deben ser pasados sin aplicación y la muestra de la grasa se introducirá directamente desde un frasco de pesadas a un separador, determinando su peso por doble pesada del frasco. La muestra se agitará con 75 centímetros cúbicos de éter de petróleo y 50 HCl al 10 por 100 hasta que la grasa esté completamente descompuesta, siguiendo entonces el método indicado en el 4.º. Si existen materias de carga, la muestra se pesará en una pequeña cápsula, añadiéndole 50 centi-

metros cúbicos de HCl al 10 por 100, calentando la cápsula al baño-maría y agitando el contenido hasta que todos los grumos de jabón hayan desaparecido y la capa superior del líquido sea clara. Si existe materia mineral no disuelta, o cualquier otra carga, ambas capas se filtrarán a través de un crisol de Gooch, lavando la cápsula y el crisol, primero con agua y éter de petróleo y finalmente con alcohol concentrado, recogiendo estos últimos líquidos separadamente. El crisol y su contenido se secarán a 120 grados C, pesándolo después y el resultado se anotará como «porcentaje de materia insoluble» (grafito, mica, talco, amianto, yeso, pulpa de madera, etc.).

3.º Si existe yeso como materia de carga, los resultados obtenidos en la determinación que acabamos de describir serán más bajos que la realidad, a causa de la solubilidad del sulfato cálcico en HCl. Una muestra de cinco gramos de grasa se pesará en una pequeña cápsula, descomponiéndola con 50 centímetros cúbicos de éter de petróleo y 25 de HCl concentrado, calentando al baño-maría hasta disolución total del yeso. El contenido de la cápsula se dejará enfriar y se transvasará a un embudo de separación, lavando la cápsula con agua y una pequeña porción de éter de petróleo y llevando las soluciones a separación perfecta por el reposo. La capa inferior se recogerá en una cápsula y el éter de petróleo, que queda en el separador, se lavará dos veces con 20 centímetros cúbicos de HCl al 10 por 100, agregando los líquidos del lavado a la solución ácida recogida antes en la cápsula. La solución en HCl de la cápsula se evaporará en el baño-maría, casi hasta sequedad, diluyéndola después a 150 centímetros cúbicos con agua, calentándola hasta ebullición y tratándola con 10 centímetros cúbicos de solución al 10 por 100 de cloruro de bario. El sulfato bórico así formado se recogerá en un filtro, se calcinará según el método ordinario y del peso obtenido se deducirá el

porcentaje de sulfato cálcico, refiriéndolo a la fórmula $\text{SO}_4 \text{Ca} \cdot 2\text{H}_2 \text{O}$.

4.º *Determinación del jabón.*—En la solución resultante de la descomposición de la grasa, si ésta estaba libre de cargas, o en el filtrado combinado y los líquidos de lavado de la determinación de las cargas (4.º), excepto el alcohol del que se prescinde, se cargarán en un separador, dejándolos en reposo hasta clarificación, recogiendo la capa acuosa A, que contiene todas las bases, así como la glicerina, en otro separador. La capa de éter de petróleo B, se lavará por tres veces con 25 centímetros cúbicos de agua, para eliminar el HCl y los líquidos del lavado se agregarán a A. La solución B se recogerá en un separador de 250 centímetros cúbicos. La solución acuosa A se lavará dos veces con 20 centímetros cúbicos de éter de petróleo C, con lo cual A está dispuesta para la investigación de la glicerina (véase 5.º). La solución C se lavará con 15 centímetros cúbicos de agua, que se tira y después se agrega C a B. Si B y C son relativamente poco coloreados, una determinación aproximada de los ácidos grasos libres y de los ácidos grasos del jabón se podrá realizar ahora, por simple titulación de la solución en el separador, con solución seminormal de potasa alcohólica, empleando fenolftaleína como indicador y usando 200 como el valor medio de neutralización de los ácidos grasos. (Es decir, que un gramo de ácidos grasos requiere 200 miligramos de KOH para su neutralización.) Si las soluciones B y C son de color obscuro, se añadirán a ellas unas gotas de fenolftaleína y cantidad suficiente de solución seminormal alcohólica de potasa, para que la capa alcohólica sea distintamente alcalina, después de una agitación vigorosa. Si las soluciones han sido tituladas, se agregará un ligero exceso de álcali antes de realizar la separación. Las dos soluciones se dejan reposar para obtener una separación neta y la capa alcohólica inferior D se recoge en otro separador. La capa

superior de éter de petróleo E se lavará tres veces con 30, 25 y 20 centímetros cúbicos, respectivamente, de alcohol al 50 por 100 neutro, añadiendo estos lavados a D; esta solución debe ser lavada con 25 centímetros cúbicos de éter de petróleo, después de lo cual D se recoge en una cápsula y el éter de petróleo se añade a él. La solución D se evaporará hasta pequeño volumen para eliminar el alcohol y el residuo de jabón potásico se lavará, en un separador, con agua caliente, acidificada con HCl y agitada dos veces con 50 y 25 centímetros cúbicos, respectivamente, de éter sulfúrico F. La solución F se recogerá en otro separador y se lavará por dos veces con 20 centímetros cúbicos de agua cada vez, agua que se tira, después de lo cual la solución F se transvasa a una cápsula tarada y se evapora a sequedad al baño maría, agitándola con una pequeña corriente de aire para remover todas las trazas de éter de petróleo. El residuo, consistente en los ácidos grasos libres y en los ácidos grasos del jabón, se calentará durante un corto tiempo al baño maría, añadiéndole y evaporando después cinco centímetros cúbicos de alcohol absoluto, para remover las últimas trazas de agua y pesando. El valor exacto de neutralización debe ser determinado sobre una muestra, tan grande como sea posible, de estos ácidos grasos. Del contenido total de los ácidos así obtenidos se restará el ácido libre, si existe, y el resto será calculado en porcentaje de jabón, usando el análisis de las cenizas como una guía para la distribución de las bases, si hay más de una presente.

5.º *Investigación de la glicerina.*—En el caso que se quiera deducir del conjunto de grasas o de los ácidos grasos cómo se ha hecho una grasa, la solución A se neutralizará con carbonato sódico seco, añadiéndolo en suficiente exceso para precipitar el calcio u otros metales. La masa se evaporará a sequedad, el residuo se extraerá varias veces con alcohol concentrado, los extractos alcohólicos

combinados se filtran y el alcohol se evapora. El residuo contendrá la mayor parte de la glicerina y una pequeña porción de cloruro sódico. La presencia o ausencia de la glicerina en el residuo se confirmará por ensayos cualitativos apropiados.

6.º *Determinación de la materia grasa.*—La solución de éter de petróleo E, que contendrá grasa libre, aceite de petróleo y materia insaponificable, se concentrará a un volumen de alrededor de 125 centímetros cúbicos, en un matraz Erlenmeyer de 300 centímetros cúbicos, añadiéndole 10 centímetros cúbicos de solución seminormal alcohólica de potasa y 50 centímetros cúbicos de alcohol concentrado neutro, hirviendo el conjunto, sobre una placa caliente, durante hora y media, provisto el matraz de un refrigerante a reflujo. El álcali no combinado se titulará con solución seminormal de ácido clorhídrico y de la cantidad de dicho álcali consumido se calculará el porcentaje de grasa libre, empleando 195 como el valor medio de saponificación.

La solución G titulada se colocará en un separador, recogiendo en otro separador la capa inferior alcohólica H y las trazas que aún queden de jabón serán eliminadas, como se ha dicho en el 4.º para las soluciones B y C, lavando solamente dos veces con 30 y 20 centímetros cúbicos respectivamente de alcohol al 50 por 100. Las soluciones H e I deben ser combinadas, una vez lavadas con una pequeña porción de éter de petróleo, que se agrega a la solución G; las H e I serán evaporadas primero a pequeño volumen determinando en ellas después el ácido graso, aislado como se ha descrito en el citado 4.º para la solución D. El porcentaje de grasa debe ser comprobado por peso y titulación de ácido graso libre.

7.º *Determinación del aceite de petróleo.*—La solución G en éter de petróleo contendrá todos los aceites (hidrocarburos) y la materia insaponificable y se evaporará a sequedad en una cápsula, tarada según hemos descri-

to en el 4.º para F, pesando el residuo y anotando el resultado como «aceite de petróleo más materia saponificable».

Una determinación aproximada de la viscosidad del aceite mineral se puede hacer empleando una pipeta de dos o cinco centímetros cúbicos, que haya sido comprobada con aceites de viscosidades conocidas. Si se desea una caracterización completa de los productos de petróleo, se tomará una nueva muestra de grasa, de 150 a 200 gramos, la que se descompondrá según el método ya descrito, excepto en las operaciones cuantitativas, que deben ser omitidas, así como el aislamiento de los ácidos grasos y libres.

Si la grasa contiene aceite de resina, cera, espermaceti y otros materiales que contengan una cantidad considerable de materias insaponificables, los aceites minerales aislados de la disolución G contendrán la materia insaponificable y las constantes halladas diferirán de las de los productos de petróleo empleados en la fabricación de las grasas. En muchos casos no es posible una separación completa, excepto en manos de operadores muy experimentados, que puedan establecer métodos especiales que sigan las condiciones de cada caso.

8.º *Determinación de las cargas, jabón, grasa, etc. (Método II).*—Si se trata de grasas de color obscuro, la muestra se pesará en una cápsula plana de tres pulgadas, añadiéndole 10 gramos de sulfato ácido de potasio y otros 10 gramos de arena limpia, seca y calcinada. La cápsula y su contenido se calentarán al baño-maría con agitación frecuente, hasta expulsión completa del agua (generalmente basta con dos horas de caldeo).

Después del enfriamiento y de haber roto los grumos con un pequeño agitador, la mezcla se trasladará con todo cuidado, para evitar pérdidas, al cestillo de un aparato de extracción, empleando un poco de éter de petróleo, para

lavar las últimas trazas y arrastrarlas al cestillo, el cual se colocará en un aparato de Soxhlet. El cestillo se extraerá con éter de petróleo; el extracto se concentrará, si es necesario, y los ácidos grasos libres y los procedentes del jabón se titularán con potasa alcohólica seminormal, como en las soluciones B y C del 4.º. A partir de este punto, el procedimiento a seguir es exactamente el mismo que el seguido en el método anterior.

9.º *Determinación del asfalto y de la materia alquitranácea.*—El cestillo de la extracción anterior se extraerá una segunda vez con sulfuro de carbono, evaporando el extracto a sequedad, calentándolo durante una hora a 120 grados y pesando; los resultados se anotarán como «materia asfáltica y alquitranácea». El residuo del cestillo se tirará.

e) *Determinación del álcali libre y del ácido libre.*—Se pesan 10 a 30 gramos de grasa, en una pequeña cápsula, disolviéndola tan completamente como sea posible, en 75 centímetros cúbicos de éter de petróleo con agitación mediante una espátula; la mezcla se lavará, en un matraz Erlenmeyer de 250 centímetros cúbicos, con una pequeña porción de éter de petróleo, lavando la cápsula con 50 centímetros cúbicos de alcohol al 50 por 100, llevando este alcohol al matraz, agregando al conjunto unas gotas de fenolftaleína y agitando vigorosamente. Si la capa alcohólica, después de un reposo de algunos minutos, es de color rojo, se añadirán 10 centímetros cúbicos de HCl seminormal, se hierve la solución, sobre una placa caliente, durante diez minutos, para expulsar el ácido carbónico, y el exceso de ácido se titula con potasa alcohólica seminormal. La alcalinidad libre se calculará, expresada en hidróxido de la base predominante.

Si cal, o cualquier otra forma de carbonato alcalino-térreo, o carbonato de plomo, se hallan presentes como cargas, se descubrirán por la efervescencia al añadir HCl.

Como la cantidad de tales carbonatos es a veces considerable, el volumen de HCl seminormal añadido se debe aumentar suficientemente para disolver todos los carbonatos y dejar un ligero exceso de ácido. La solución se hervirá durante dos minutos y el ácido en exceso se titulará con potasa alcohólica seminormal, calculando del ácido consumido su equivalente en carbonato, prescindiendo de otras formas de alcalinidad que puedan estar presentes.

Si la capa alcohólica original no está coloreada, se titulará cuidadosamente en frío con potasa alcohólica seminormal, agitando bien después de cada adición y expresando la acidez como ácido oleico.

Si existen jabones de hierro, cinc, aluminio u otros metales pesados, la determinación del ácido libre no es posible, puesto que estos jabones reaccionan con la potasa. Hasta el presente, no se han establecido métodos para realizar directamente esta determinación.

f) *Determinación del agua* —La cantidad del agua se determinará según el método patrón, cuya designación es D 95, de la A. S. T. M.

B. ENSAYOS FISICOS.

Los ensayos físicos a realizar en una grasa son los siguientes:

11. **Apariencia externa.** —Esta es de bastante importancia; la grasa deberá estar bien mezclada y ser de composición uniforme, sin que se encuentren partículas granulosas de jabón o de cal. Adiciones tales como aceite de resina, aceite de alquitrán, nitrobenzol, etc., pueden ser descubiertas por sus olores. Un color amarillo, pardo o rojo, debe ser preferido.

12. **Punto gota.** —Las grasas al calentarse, pueden en muchos casos, en lugar de fundirse, separarse en aceite

mineral y jabón; para tales materiales es corriente determinar la temperatura a la cual una porción de la muestra llega a gotear de la bola de un termómetro, alrededor de la cual se ha colocado. Para este ensayo puede emplearse el método de Ubbelohde, que es como sigue:

Un termómetro de forma especial *a* (figura 117) está rodeado por un anillo de metal *b*, que tiene una pequeña abertura *c*; en el fondo de *b* hay una capsulita de vidrio *e*, abierta en su fondo, que se carga con el material a examinar. La muestra se aprieta bien, para evitar la existencia de burbujas de aire y después de esto se inserta *e* en *b*, hasta tropezar con las puntas *d*, quitando con un cuchillo el exceso de material que salga por el orificio de *e*. El aparato se coloca en un tapón de corcho, que a su vez se aplica en el extremo abierto de un tubo de ensayo y se calienta al baño maría, cuidando que la temperatura se eleve un grado por minuto; si se trata de grasas de punto de fusión elevado se emplea un baño de parafina. La temperatura a la cual aparece materia en el orificio es el *punto de fluidez* y aquella a la cual cae la primera gota el *punto gota* buscado.

Este punto depende de la cantidad de jabón y aceite contenidos en la grasa, de la cantidad de agua, de la temperatura y duración del caldeo para disolver el jabón en el aceite, del grado de contacto del agua y de la solución de jabón en aceite, de la viscosidad del aceite empleado y de la grasa empleada para hacer el jabón.

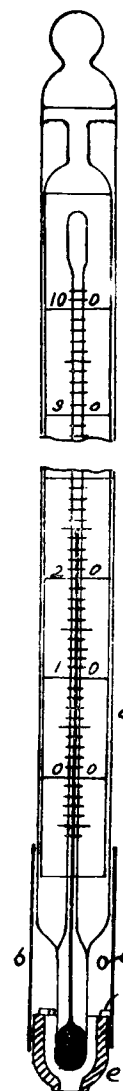


Figura 117.
Aparato para determinar el punto-gota.

13. **Consistencia de las grasas.**—Para determinar la consistencia de una grasa se pueden seguir diversos métodos, entre los cuales describiremos los más empleados, que son los siguientes:

a) *Método de Kissling.*—Este método es el aplicado en Alemania para determinar la consistencia de las grasas y según él se determina el tiempo que emplea una aguja especial para penetrar en la grasa una cierta longitud. El aparato empleado (fig. 118) consiste en una varilla de aluminio A, de 300 milímetros de largo total y un diámetro de nueve milímetros, que tiene un extremo apuntado en una longitud de 55 milímetros y que lleva en su extremo superior un platillo circular *ab*, con un punto de referencia *s* de 10 milímetros de largo; sobre este platillo hay una varilla *t* de 40 milímetros de largo, destinada a guiar los pesos que se coloquen en el platillo y que pueden ser de 25, 50, 100 y 200 gramos; la distancia entre el extremo inferior de *s* y el anillo guía *r* es de 100 milímetros. La grasa a ensayar se carga en un vaso C, hasta un alto de 125 milímetros, a 20 grados y se hace descender la aguja, hasta que la punta quede en contacto con la superficie de la grasa, anotando el tiempo que tarde dicha punta en penetrar en la grasa, hasta que *s* se ponga en contacto con *r*, deteniendo así el descenso. La carga en el platillo se escoge de manera que el tiempo empleado por la aguja en descender no sea menor de veinte segundos ni mayor de ciento. El cálculo de la consistencia se realiza empíricamente, sumando dos canti-

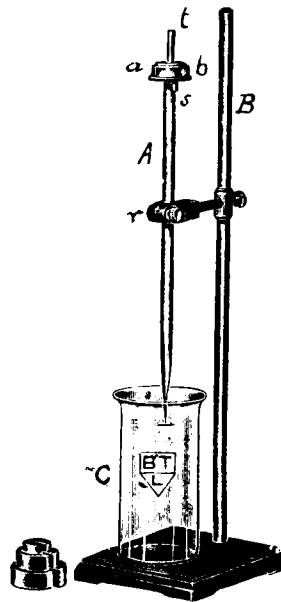


Figura 118.—Penetrómetro Kissling.

dades, una de las cuales es una fracción del peso de la varilla más la carga, y la otra una fracción del tiempo empleado en la penetración, expresada en segundos. Kissling ha clasificado las grasas examinadas en nueve clases de consistencia, el cálculo de las cuales se realiza de acuerdo con la tabla que damos a continuación. La fórmula de Kissling es la siguiente:

$$K = \frac{b + s}{10}$$

en la cual:

K es la consistencia de la grasa ensayada,
b es la mitad del peso total de varilla y carga y

$$s = \frac{t}{d} \text{ en donde:}$$

t es el tiempo en segundos,
d un divisor dado por la tabla:

| Grado de consistencia | I | II | III | IV | V | VI | VII | VIII | IX |
|----------------------------------|---------------|-----|-----|------|-------|-------|-------|-------|--------------|
| Peso de varilla (grs.)... | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| Peso añadido..... | 3 | 25 | 50 | 100 | 150 | 200 | 250 | 300 | 350 |
| Peso total (<i>p</i>)..... | 50 | 75 | 100 | 150 | 200 | 250 | 300 | 350 | 400 |
| <i>b p</i> /2..... | 25 | 38 | 50 | 75 | 100 | 125 | 150 | 175 | 200 |
| <i>d</i> | 20 | 10 | 5 | 4 | 3 | 2 | 1,5 | 1 | 1 |
| Consistencia observa- da..... | menos de 3 | 3-5 | 4-7 | 7-10 | 10-13 | 13-17 | 17-22 | 22-28 | más de 28 |

b) *Método oficial americano.*—Se emplea en este método un aparato llamado *penetrómetro*, empleado también para determinar la resistencia a la penetración de los asfaltos y otros materiales bituminosos y que representamos en la figura 119, pero no con la aguja que se ve en la misma, que es la empleada en los ensayos de asfalto, sino con el cono representado en el ángulo superior derecha de la misma figura. El principio de este aparato es análogo al de

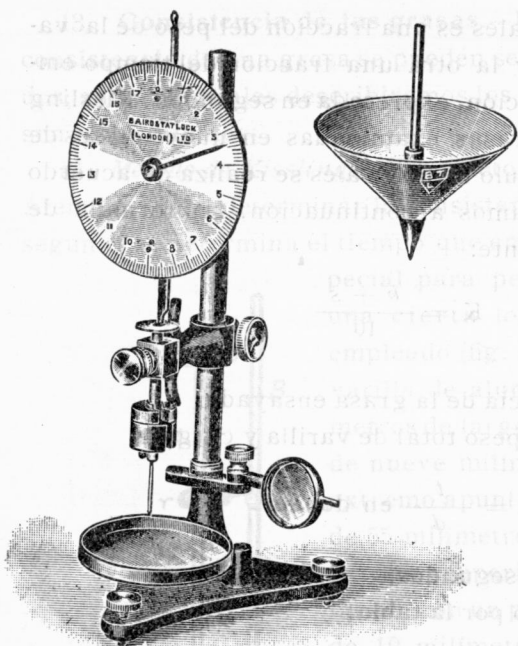


Figura 119.—Penetrómetro A. S. T. M.

Kissling, salvo que la varilla portaaguja está relacionada con una esfera graduada, que indica la marcha que sigue dicha varilla al ir penetrando en la grasa; las divisiones de esta esfera son décimas de milímetro. Para realizar el ensayo se procede de manera distinta, según que se

trate de grasas no trabajadas o de grasas trabajadas.

Si se trata de grasas no trabajadas, la muestra de éstas deberá consistir en una lata de las de tamaño pequeño de la misma, pues si se tratase de un gran depósito, del cual hubiera que tomar la muestra, ésta se debería considerar ya como grasa trabajada; por ello es recomendable realizar el ensayo con latas de las de libra de grasa. Esta muestra se llevará a una temperatura que sólo se diferencie un grado F de la temperatura escogida como más conveniente, que es la de 77° F (25° C). La superficie de la grasa se debe cortar y nivelar con un cortaplumas, cuidando de no trabajar la superficie de la misma. El recipiente de ésta se llevará al platillo del penetrómetro, ajustando entonces la posición de la varilla de éste, de manera que la punta del cono aflore la superficie de la grasa; se dejará entonces bruscamente la varilla en libertad, accionando sobre el

taco que la sostiene y se van anotando los tiempos a que corresponden diversas posiciones de la aguja indicadora de la esfera antes citada, que expresa los décimos de milímetros penetrados por el cono en la grasa; el período de observación será de cinco segundos. Este ensayo se repetirá cinco veces, tomando el promedio de los resultados de todos como *penetración media*, a condición de que la máxima diferencia entre unos resultados y otros sea de 3 por 100.

En el caso de grasas trabajadas, el método operatorio es el mismo, salvo que la grasa debe trabajarse antes del ensayo, valiéndose del aparato de la figura 120, que consiste como se ve en un cilindro de hierro, en el cual se carga la grasa y en cuyo interior se hace circular, de abajo arriba y viceversa una placa de un diámetro ligeramente inferior al interior de dicho cilindro y provista de una serie numerosísima de agujeros, de un cuarto de pulgada de diámetro y que se mueve mediante una especie de asa fuerte; la grasa se somete al trabajo que representan 60 carreras dobles de la placa en cuestión y una vez esto realizado se procede al ensayo de penetración.

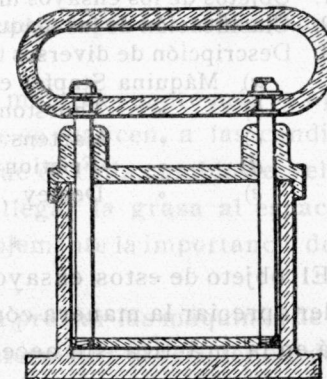


Figura 120.—Aparato para trabajar las grasas.

CAPITULO V

ENSAYO INDUSTRIAL DE LOS LUBRIFICANTES

1. Objetos de los ensayos mecánicos.
2. Clasificación de las máquinas de ensayo.
3. Descripción de diversos tipos.
 - a) Máquina Stapfer e Ingham.
 - b) » Thurston.
 - c) » Martens.
 - d) » «Friction» de Thomas.
 - e) » Deeley.

* * *

El objeto de estos ensayos mecánicos no es otro que poder apreciar la manera cómo un lubricante se comportará en la práctica, sin necesidad de esperar a ver estos resultados en el momento de la aplicación. Estos ensayos tenían una importancia grandísima en tiempos pasados, pudiendo decirse que constituían la parte más importante del examen de recepción de un lubricante. Actualmente las cosas han cambiado mucho y el desarrollo del empleo de aceites minerales y la abundancia de los fraudes, han hecho preciso un desarrollo considerable de los métodos de laboratorio, para el examen de lubricantes, métodos que han llegado a un perfeccionamiento tal, que han hecho posible la determinación exacta, e incluso la medida absoluta, de la mayor parte de las propiedades de los lubricantes, hasta el punto de permitir un conocimiento mucho más completo que el que se obtenía con los métodos de ensayo mecánico. Consecuencia de ello es que estos últimos métodos han caído un poco en desgracia, sobre todo en lo que se refiere al estudio completo de un lubricante; sin embargo, no hay que olvidar que el verdadero valor lubricante de aceites y grasas sólo se puede conseguir mediante ensayos

de frotamiento, que lleven a la desaparición total de la capa lubricante.

1. **Objetos de los ensayos mecánicos.**—Dos pueden ser los objetos de estos ensayos: uno de ellos es la determinación de la resistencia de frotamiento, opuesta al libre movimiento por los ejes engrasados de maneras diferentes, y el otro la determinación del cuerpo y consistencia de los lubricantes.

Estos ensayos serán tanto mejores cuanto más se aproximen las condiciones en que se realicen, a las condiciones del trabajo práctico, ya que de cada cambio de velocidad, de carga, o del modo de llegar la grasa al espacio a engrasar, depende considerablemente la importancia de las pérdidas por frotamiento.

Otros servicios que pueden prestar las máquinas de ensayo mecánico, son los de determinar la resistencia de un aceite a la acción de los agentes exteriores, observando en ellas las variaciones que experimenta el frotamiento, cuando se deja al aceite expuesto al aire, durante diversos períodos de tiempo.

2. **Clasificación de las máquinas de ensayo de los aceites.**—Como los objetos que se pueden perseguir, en el ensayo mecánico de un lubricante, son muy variados, los tipos de máquinas empleadas para realizar estos ensayos son también muy numerosos, hasta el punto de que no podríamos, so pena de alargar exageradamente este capítulo, proceder a la descripción de todas ellas; tenemos por ello que limitarnos a indicar los objetos principales que se persiguen con su empleo y a describir brevemente algunos de los tipos más empleados.

Las determinaciones que se suelen realizar en los ensayos mecánicos son principalmente las siguientes:

- 1.^a El valor lubricante comparativo de los aceites.

2.^a Los frotamientos debidos a la viscosidad.

3.^a Los efectos de los diversos modos de aplicación del engrase.

4.^a La acción de los diversos metales que se hallen en contacto.

5.^a La acción, sobre el frotamiento, de la temperatura.

6.^a Los efectos producidos por las diferentes cargas.

7.^a Los efectos producidos por las diversas velocidades.

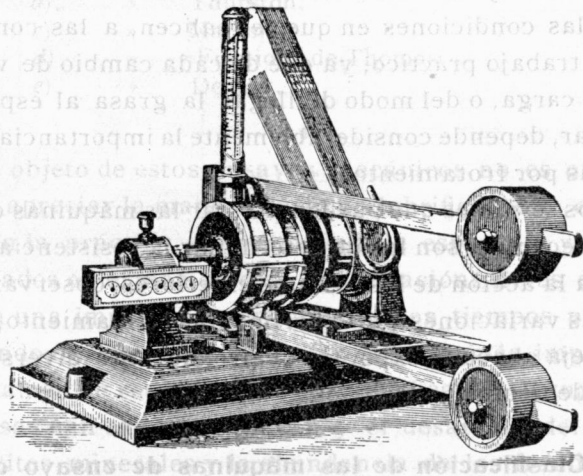


Figura 121.—Máquina Stapfer y Ingham.

3. Descripción de diversos tipos de máquinas.—Entre los numerosísimos tipos de máquinas existentes, para realizar el ensayo mecánico, citaremos las más importantes y sobre todo las más empleadas, que son las siguientes:

a) *Máquina Stapfer e Ingham.*—Esta máquina (fig. 121) consiste en una placa de apoyo, con dos cojinetes que soportan un eje de longitud reducida, sobre el cual se apoya un cojinete, constituido por dos mitades semicilíndricas, cada una de las cuales está apoyada contra el eje por una palanca cargada con un contrapeso móvil que, según su

posición, determinará una presión, más o menos grande y perfectamente determinable, sobre el eje en cuestión. A este eje se le hace girar a una velocidad regulable, que puede llegar hasta las 1.500 revoluciones por minuto, las cuales se apreciarán por un contador situado sobre uno de los cojinetes fijos.

El cojinete móvil lleva un termómetro, que permite apreciar las diversas temperaturas durante el ensayo.

La manera de utilizar esta máquina es la siguiente: después de bien limpias las dos mitades del cojinete, se monta la máquina, midiendo después la cantidad de aceite que se ha de emplear, anotando la temperatura que exista al principio del ensayo, la cual debe ser, si es posible, siempre la misma y se pone en marcha la máquina, anotando las temperaturas producidas y observando qué velocidad es necesaria para obtener una temperatura de 150 grados F (65° C), observando también las presiones que son precisas, la marcha seguida por la elevación de temperatura y cuantos datos sean convenientes para la mejor caracterización del aceite estudiado.

b) *Máquina de Thurston.*—Esta máquina (fig.) consiste en un árbol hueco que gira por la acción de una polea B y lleva un manguito C, cuya superficie constituye el muñón de ensayo y que se puede reemplazar fácilmente con el fin de hacer variar la naturaleza del metal. Una caja E encierra dos cojinetes D, sobre los cuales oscila un péndulo, solidario con la caja E y que está constituido por un tubo de hierro H roscado sobre E, que tiene un resorte N que aprieta sobre el tubo y sobre el cojinete superior D al apoyarse sobre el fondo I del tubo, apoyando también el cojinete inferior por su apoyo contra la arandela K, que está atornillada en la varilla M, apoyada sobre el bloque O. La regulación de la tensión del resorte se hace girando la varilla M mediante el extremo cuadrado de la misma. El frotamiento entre D y C arrastra al pé-

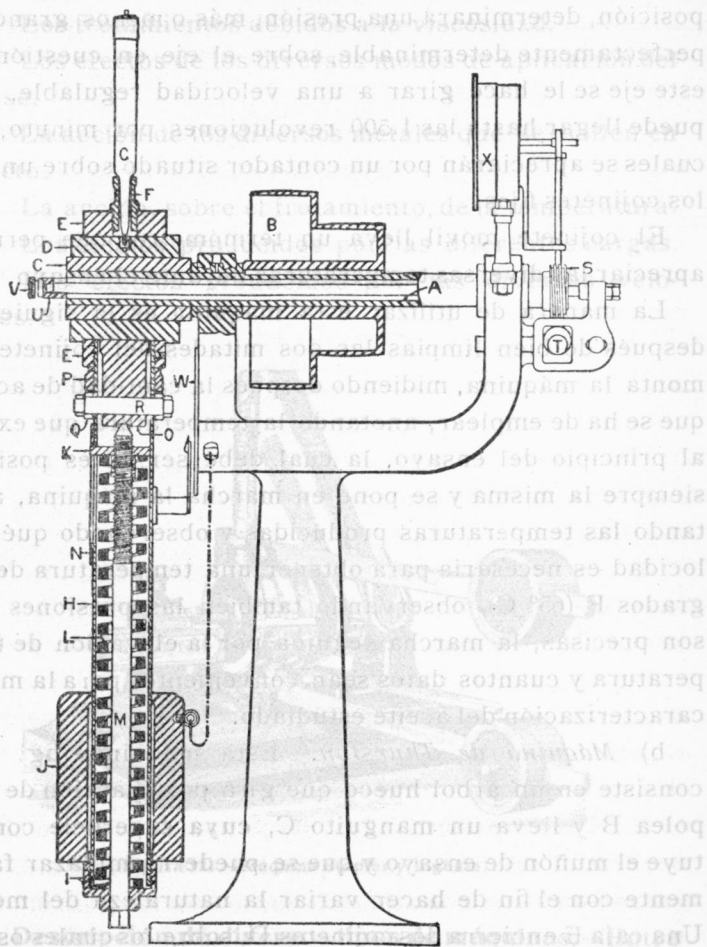


Figura 122.—Máquina Thurston (corte).

culo en la rotación de C, haciéndole tomar una inclinación proporcional a este frotamiento, la que es medida sobre un arco graduado W, cuya graduación cambia con el valor del peso J, que se puede quitar o equilibrar mediante un contrapeso situado en la parte superior de E. El engrase se hace por tapones dispuestos lateralmente a los cojinetes y en condiciones que se puedan hacer variar a voluntad.

El árbol A debe estar animado de un movimiento perfectamente uniforme producido, por ejemplo, con una dinamo, disponiéndose además de una transmisión intermedia que permita hacer marchar a velocidades grandes y pequeñas.

Existen diversos tipos de esta máquina, provistos unos de un sencillo contador de revoluciones, otros de un contador más complicado y otros, finalmente, como el representado en la figura 123, provistos de un registrador que inscribe sobre una banda de papel el número de vueltas y el frotamiento existente en cada momento. El cilindro que contiene este papel da una revolución completa por cada 100.000 del eje A.

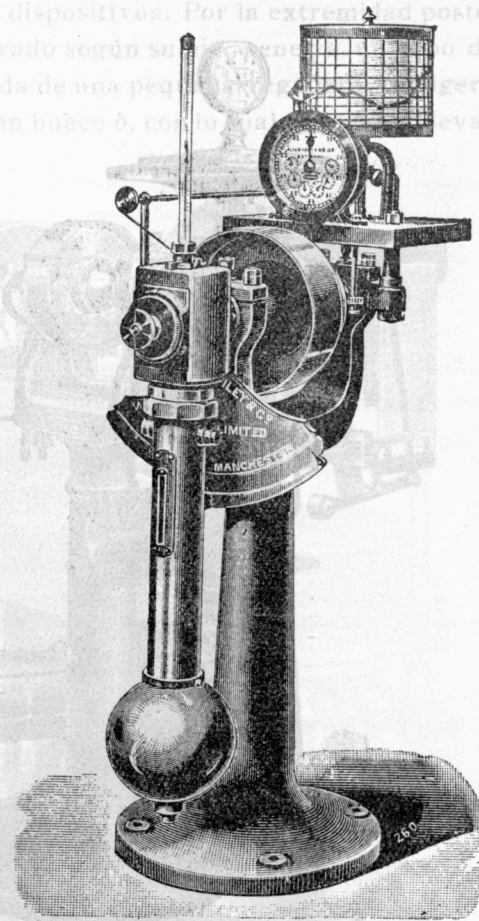


Figura 123.—Máquina Thurston (vista externa).

c) *Máquina Martens.*—Esta máquina (fig. 124), cuyo empleo en Alemania corre parejas con el de la anterior en Inglaterra y Norteamérica, es, en lo que se refiere al principio de la medida del frotamiento, una imitación de la misma.

En líneas generales, se compone de un árbol *a*, del muñón de prueba *b*, al que se comunican, por el intermedio de una correa sin fin, velocidades superficiales de 0,5 a 2

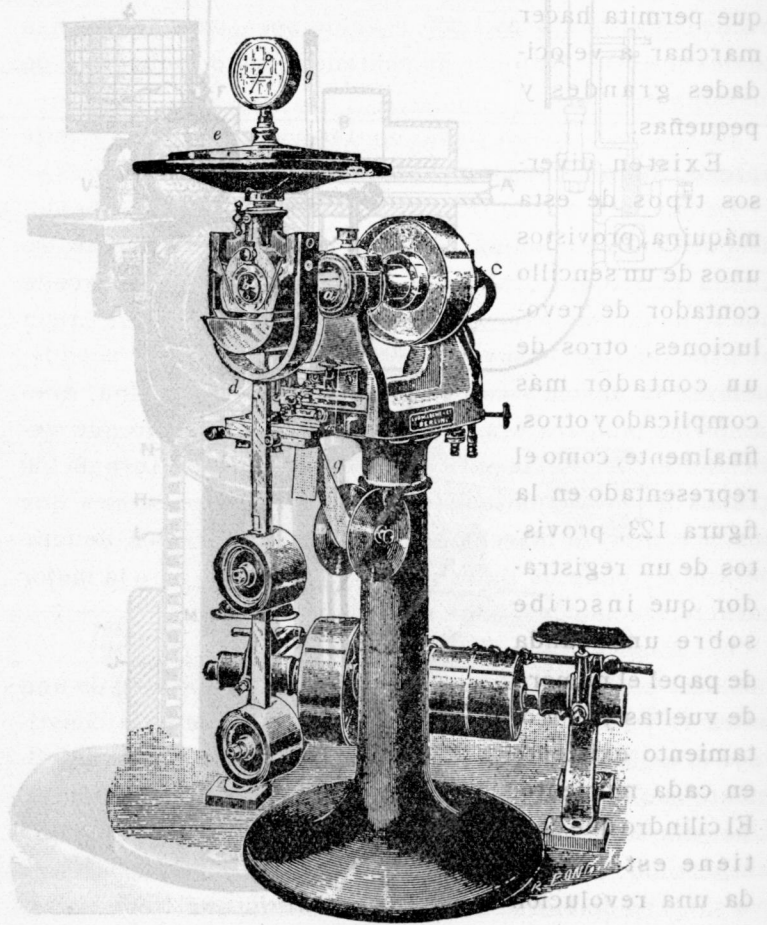


Figura 124.—Maquina Martens.

metros por segundo; del cuerpo pendular *d e*, que pivota sobre el muñón y que lleva las porciones del cojinete de ensayo, de un dispositivo de enfriamiento por agua que regula la temperatura de la capa lubricante y, en fin, de

un aparato registrador que inscribe sobre una banda de papel la amplitud de la oscilación del péndulo.

El baño a inmersión *F* produce el engrase, si bien pueden emplearse otros dispositivos. Por la extremidad posterior del árbol, perforado según su eje, penetra un tubo de agua *c* que, con ayuda de una pequeña regadera, refrigera o recalienta el muñón hueco *b*, con lo cual se pueden llevar

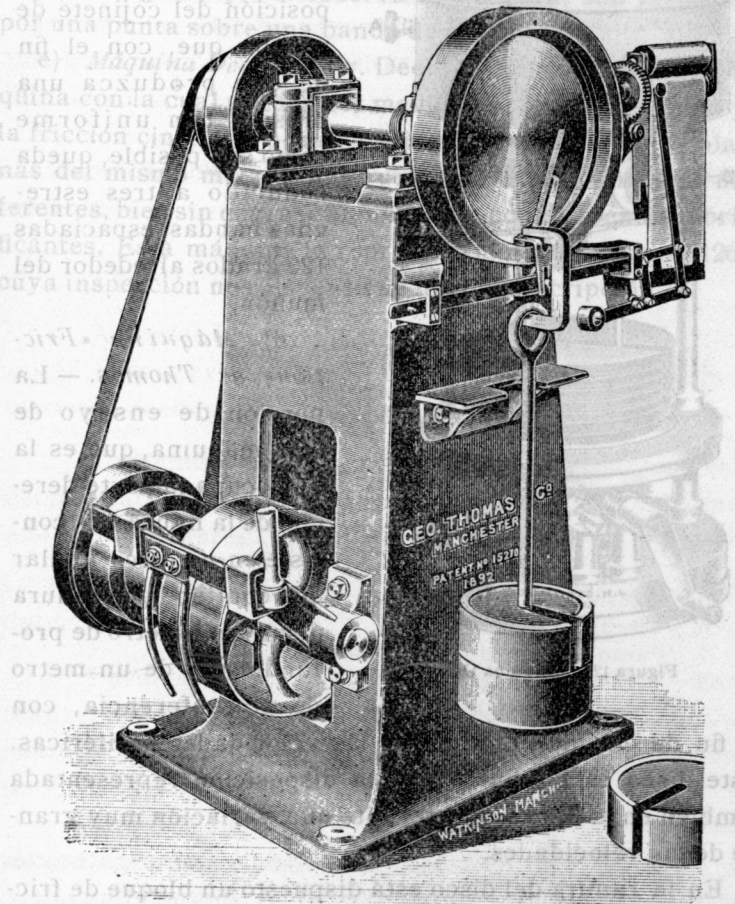


Figura 125.—Maquina «Friction» de Thomas.

a la temperatura que se quiera las porciones del cojinete de ensayo.

El coeficiente de frotamiento se mide por la amplitud de la oscilación del cuerpo pendular *d*; la presión superficial que obra sobre la capa lubricante está producida por el compresor de Napoli e y medida por el manómetro *g*.

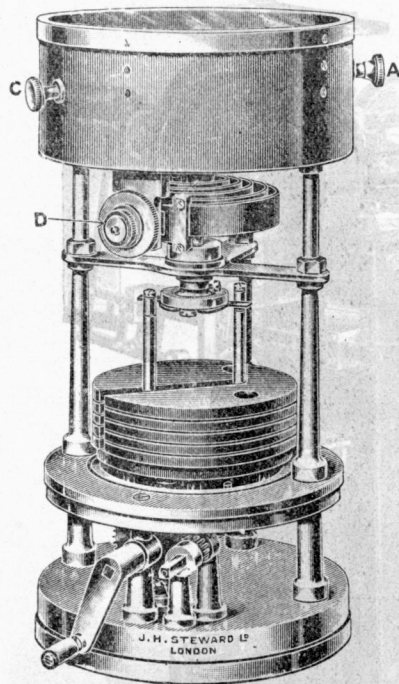


Figura 126.—Máquina Deeley.

Una particularidad de este aparato es la disposición del cojinete de prueba que, con el fin de que produzca una presión tan uniforme como sea posible, queda reducido a tres estrechas bandas, espaciadas 120 grados alrededor del muñón.

d) *Máquina «Friction» de Thomas.*—La porción de ensayo de esta máquina, que es la que ocupa la parte derecha de la figura 125, consiste en un disco anular que contiene una ranura de un centímetro de profundidad y de un metro de circunferencia, con

el fin de calcular fácilmente las velocidades periféricas. Este disco está movido por la disposición representada también en la figura que permite una variación muy grande de las velocidades.

En la ranura del disco está dispuesto un bloque de fricción, apretado contra aquél por un peso que cuelga de un gancho y cuyo valor puede variar de 10 a 100 libras. La

revolución del disco tiende a acarrear el bloque de fricción, separándolo de la línea del centro hasta que llegue a una posición donde las dos fuerzas, la de la fricción y la del contrapeso, se equilibren y lo hagan permanecer estacionario; este punto dependerá de la velocidad de giro, del peso que actúa sobre el bloque de fricción y de la calidad del lubricante. Las posiciones, amplificadas por el sencillo pantógrafo que se observa en la figura, son inscritas por una punta sobre una banda de papel.

e) *Máquina Deeley.*—Mr. Deeley ha inventado una máquina con la cual pueden ser medidas la fricción estática y la fricción cinética a poca velocidad, entre superficies planas del mismo metal o entre dos superficies de metales diferentes, bien sin engrase alguno, bien con diferentes lubricantes. Esta máquina la representamos en la figura 126, cuya inspección nos dispensa de mayor descripción.

1. Acidez.—La determinación de la acidez se realiza por el método de la destilación de la acidez. Este método se explica en el artículo de la acidez en agua.
2. Contenido en aceites.—Este método se emplea para la determinación de los aceites en los líquidos. Este método se explica en el artículo de los aceites.
3. Contenido en agua.—Se seguirá el método descrito en otro lugar.
4. Formación de depósito.—Este método se emplea para la determinación de los depósitos en los líquidos. Este método se explica en el artículo de los depósitos.

TERCEKA PARTE

PRODUCTOS NO COMPRENDIDOS EN LAS PARTES ANTERIORES

CAPÍTULO PRIMERO

ACEITES PARA TRANSFORMADORES Y OTROS APARATOS ELÉCTRICOS

a) *Ensayos químicos.*

1. Acidez.
2. Contenido en aceites de resina.
3. Contenido en agua.
4. Formación de depósito. (Sludging Value.)
 - a) Aparato empleado.
 - b) Método operatorio.

b) *Ensayos físicos.*

5. Densidad.
6. Viscosidad.
7. Punto relámpago y de inflamación.
8. Rigidez dieléctrica.
 - Aparato empleado.
 - Preparación del aparato.
 - Método operatorio.

Como es bien sabido, gran parte de los aparatos eléctricos, tales como transformadores, interruptores, etc., trabajan encerrados en cajas cubiertas llenas de aceite mineral, para evitar el calentamiento y los cortocircuitos. El

aceite se emplea por su poder aislante y su constante dieléctrica elevada.

Estos aceites, con el fin de que sean buenos aisladores, deben estar libres de agua y de ácidos minerales, esto último para que no ataquen al cobre ni a los aislantes. Por caldeo durante varias horas a 100 grados no deben mostrar descomposición ni depositar precipitado alguno sobre superficies frías, puesto que, de no ser así, las porciones asfálticas separadas se pegan a los enrollamientos y evitan su enfriamiento. Estos aceites deben presentar una gran resistencia al frío, para el caso en que sean empleados en transformadores expuestos a la intemperie.

Los ensayos a realizar en estos aceites son los siguientes:

a) ENSAYOS QUÍMICOS

1. **Acidez.**—La determinación de la acidez se realiza según hemos explicado en otro lugar de esta Memoria al tratar de aceites combustibles y lubricantes.

2. **Contenido en aceites de resina.**—Se realizará esta determinación siguiendo un método análogo al empleado en los lubricantes.

3. **Contenido en agua.**—Se seguirá el método general descrito en otro lugar.

4. **Formación de depósito (Sludging Value).**—Para realizar esta determinación tan importante, según acabamos de decir, se aplicará el método de la I. P. T. designado por T. O. 21.

a) *Aparato empleado.*—Se empleará para esa determinación un matraz de 76 milímetros de diámetro con un cuello de 70 milímetros de largo y 25 milímetros de diámetro y cuya boca se halla esmerilada, con el fin de permitir su acoplamiento con un condensador vertical, también de

vidrio, afectando el conjunto la disposición representada en la figura 127, cuyas cotas nos dispensan de mayor descripción; en el extremo superior del condensador se acopla, mediante un tapón de corcho con un agujero, una T de vidrio B (fig. 128) que lleva a su vez en uno de sus extremos un corcho que sostiene un tubo de vidrio *t* que llega hasta el fondo del matraz y que sirve para la entrada de aire; este tubo entrará axialmente dentro de un pequeño cilindro de cobre, del que hablaremos en seguida, y que se coloca en el interior del matraz.

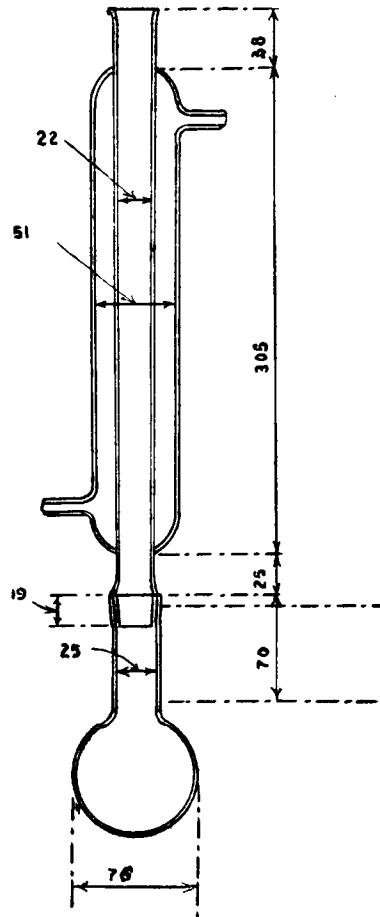


Figura 127. —Matraz para determinar el depósito de un aceite de transformador.

Para hacer dicho cilindro de cobre se tomará una hoja de cobre puro electrolítico de unas dimensiones de 2'' por 1'' ¹/₄ y un espesor de 0'' ,004, que se pulirá por medio de un pelote de algodón y polvo de carborundum muy fino; esta hoja, una vez bien pulida, se enrollará formando un cilindro de 1'' ,25 de alto y de tal modo que las dos generatrices extremas se toquen, lavándolo después en éter y secándolo al aire, después de lo cual no se cogerá más que con pinzas, con las que se le introducirá en el matraz, sobre cuyo fondo se lo colocará de pie, procurando que el tiempo

que transcurra entre su secado y su inmersión del aceite sea el menor posible.

Precisarán también tres frascos lavadores, según se representa en la figura 128, y que se cargarán: Uno con solución de sosa de 1,355. Otro con solución de nitrato argéntico al 10 por 100. El tercero con ácido sulfúrico concentrado.

que transcurra entre su secado y su inmersión del aceite sea el menor posible.

Precisarán también tres frascos lavadores, según se representa en la figura 128, y que se cargarán:

Uno con solución de sosa de 1,355.

Otro con solución de nitrato argéntico al 10 por 100.

El tercero con ácido sulfúrico concentrado.

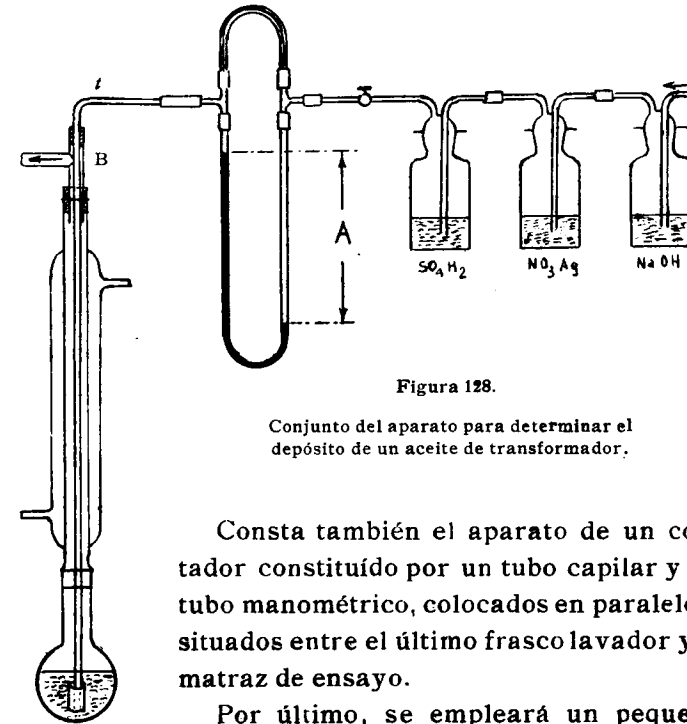


Figura 128.

Conjunto del aparato para determinar el depósito de un aceite de transformador.

Consta también el aparato de un contador constituido por un tubo capilar y un tubo manométrico, colocados en paralelo y situados entre el último frasco lavador y el matraz de ensayo.

Por último, se empleará un pequeño ventilador que fuerce al aire a pasar a través de todo el aparato, con un gasto de dos litros por hora.

Para realizar el ensayo hace falta utilizar esencia de petróleo, que deberá responder a las siguientes especificaciones:

a) Su densidad a 15 grados no será superior a 0,700.

b) Ensayada según el método G. 3 de la I. P. T., su punto inicial de ebullición no será inferior a 60 grados C;

por lo menos un 75 por 100 en volumen destilará por debajo de 100 grados C y su punto final no será superior a 120 grados C.

c) Su valor de iodo, determinado según el método de Hubl, no será superior a 0,30 por 100.

d) Ensayado por el método G. 30 de la I. P. T. el porcentaje en peso de hidrocarburos aromáticos no excederá de 2 por 100 en peso.

b) *Método operatorio.*—Se tomarán 100 gramos del aceite y se los introducirá en el matraz del aparato, bien limpio y seco, acoplando todos los elementos según se ve en la figura 128 y sumergiendo el matraz en un baño de aceite, de tal modo que toda la parte esférica del matraz esté cubierta por el aceite.

La temperatura del baño que contiene el matraz de reacción se mantendrá constante a 150 grados, durante cuarenta y cinco horas y mientras tanto se pasa a través del aparato una corriente de aire al gasto ya indicado de dos litros por hora.

Transcurridas las cuarenta y ocho horas del tratamiento, se retirará el matraz del baño y se dejará enfriar a una temperatura inferior a 100 grados, después de lo cual su contenido se traslada a un vaso, arrastrando a éste, por lavado del matraz con esencia de petróleo y la acción mecánica de un agitador, cualquier traza de depósito que haya quedado adherida a las paredes de aquélla. Se añadirá al contenido del vaso una nueva porción de esencia de petróleo, hasta que el volumen total de ésta sea de 300 mililitros; se agitará bien el conjunto y se dejará después reposar durante un período nunca inferior a diez y seis horas ni superior a veinticuatro, con el fin de que se separe el depósito formado.

El líquido claro se decantará, pasándolo a través de un filtro doble, tomando precauciones para evitar que el depósito pase durante esta operación al filtro; este depósito se

lavará dos veces por decantación, empleando cada vez 75 mililitros de la esencia de petróleo y después se lo arrastrará al filtro mediante una nueva porción de esta esencia.

El depósito recogido así en el filtro se lavará cuidadosamente con esencia de petróleo, hasta que ésta fluya libre de aceite; el volumen total de esencia de petróleo empleada en los lavados, con exclusión de la empleada originalmente para diluir el aceite, no será mayor de 300 mililitros.

El depósito se secará a 100 grados hasta peso constante, anotando después el peso final que, como corresponde a 100 gramos de aceite, indicará el porcentaje de depósito buscado.

b) ENSAYOS FÍSICOS

5. **Densidad.**—Se determinará según los métodos ordinarios.

6. **Viscosidad.**—Se aplicará el método ya descrito, empleando cualquiera de los viscosímetros a que nos hemos referido.

7. **Puntos relámpago y de inflamación.**—Estas determinaciones se harán en cualquiera de los aparatos abiertos que hemos descrito.

8. **Rigidez dieléctrica.**—Para determinarla se empleará, como más recomendable, el método T. O. 22 de la I. P. T., que es como sigue:

Aparato empleado.—Se empleará un recipiente de vidrio de paredes gruesas, de 55 milímetros de ancho por 90 de largo y 100 de alto (fig. 129), que lleva dos taladros en

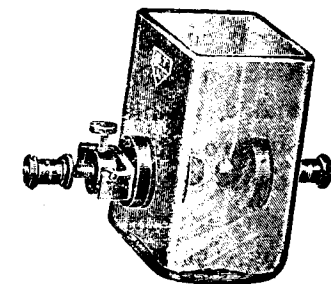


Figura 129.
Aparato para determinar la rigidez dieléctrica.

sus dos paredes largas, cuyo eje se halla a 40 milímetros del fondo y a través de los cuales se introducen dos electrodos terminados en bola, cuya separación es exactamente cuatro milímetros.

Preparación del aparato.—La célula citada se colocará sobre un disco de porcelana de bastante espesor, con el fin de que quede bien aislado durante los ensayos. Dichos depósitos y los electrodos deberán estar absolutamente limpios y secos antes de realizar el ensayo; es ventajoso realizar eléctricamente la eliminación final del polvo y de las fibras, para lo cual el depósito se llenará de aceite, aplicando a los electrodos la mitad de la tensión de ensayo con el fin de atraer a ellos todo el polvo y las fibras; los electrodos se lavarán después, vertiendo aceite limpio sobre ellos y vaciando después el depósito, operación que se realizará cuatro veces seguidas, con el fin de eliminar todo el polvo, después de lo cual el depósito quedará limpio para realizar veinte ensayos seguidos.

Método operatorio.—Antes de tomar la muestra, el barril o cualquier otro recipiente que contenga el aceite a ser ensayado se dejará en reposo durante veinticuatro horas, con el orificio en la parte superior y las muestras se tomarán del fondo y se agitarán cuidadosamente antes del ensayo; como la agitación introduce burbujas de aire que pueden bajar la tensión de ruptura del aceite, conviene, sobre todo cuando se trate de un aceite de alta rigidez dieléctrica, no aplicar el voltaje hasta que todas las burbujas de aire, visibles a simple vista, se han separado del aceite que rodea los electrodos.

El aceite empleado para este ensayo no se habrá usado antes para ningún otro; su volumen no será inferior a 300 mililitros y su temperatura se hallará entre 15 y 20 grados C.

La tensión de ensayo que se aplicará a los electrodos será alternativa, con una frecuencia comprendida entre

25 y 100 períodos; se empezará a un voltaje que aproximadamente sea un tercio del voltaje de ensayo y se irá luego aumentando gradualmente hasta que se produzca la chispa, anotando el voltaje máximo que ha soportado el aceite durante un minuto sin que haya saltado la chispa.

CAPITULO II

BETUNES Y OTROS PRODUCTOS ASFÁLTICOS

Clasificación.

a) *Ensayos químicos.*

1. Determinación del agua.
2. Idem de las cenizas.
3. Idem del azufre.
4. Idem del residuo de carbono.
5. Idem del asfalteno.
 - a) Asfalto duro.
 - b) Asfalto blando.
6. Materias insolubles en sulfuro de carbono.

b) *Ensayos físicos.*

7. Determinación de la densidad.
8. Punto relámpago.
9. Viscosidad.
10. Punto de reblandecimiento.
11. Ensayo por flotación.
12. Ensayo de penetración.
13. Ensayo de ductilidad.
14. Pérdida por caldeo.

* * *

CLASIFICACION

En este capítulo vamos a estudiar todos los productos de carácter bituminoso, o por lo menos los principales, cuyo empleo más generalizado es la pavimentación, bien sea en forma de riegos, bien fundidos con materiales iner-

tes, para formar capas continuas de recubrimiento. Hay varias clasificaciones de estos productos, entre las cuales vamos a exponer una que nos parece de las más racionales y que es la siguiente:

I.—NATURALES

1. **Asfalto o breá mineral.**—Son productos naturales, que contienen, además de los elementos asfálticos, porcentajes considerables de materias minerales extrañas y agua. De ellos constituyen buenos ejemplos los asfaltos de Trinidad, Venezuela, California, etc.

2. **Asfaltites.**—Son productos que se pueden considerar como betunes piro-asfálticos y entre los cuales citaremos la Gilsonita, Elaterita, Albertita, Impsonita y otros.

3. **Calizas y arenas asfálticas.**—Son, como lo dice su nombre, calizas o arenas impregnadas en mayor o menor proporción de betún, del que contienen al máximo 12 a 15 por 100.

II.—ARTIFICIALES

1. **Asfalto ordinario de petróleo.**—Está constituido por un residuo, obtenido por la destilación del petróleo, siendo prácticamente betún puro. Un producto análogo se obtiene por el tratamiento pirogenado de los asfaltites.

2. **Residuos oxidados y sulfurizados.**—Esencialmente son betunes puros, obtenidos por los diversos procedimientos de crujido de los petróleos.

3. **Alquitranes y productos derivados.**—Son betunes casi puros.

4. **Emulsiones.**—Como su nombre lo indica estos productos contienen materias extrañas, tales como agua y sales de los ácidos orgánicos.

a) ENSAYOS QUIMICOS.

Los principales ensayos químicos a que se someten los betunes, son los siguientes:

1. **Determinación del agua.**—Para la determinación del agua contenida en un asfalto, es de recomendar el método A 14 de la I. P. T., que es el mismo D95-28 de la A. S. T. M. y que esencialmente es el mismo que hemos descrito ya en otro lugar, aunque con algunas modificaciones.

Tratándose de los betunes asfálticos y de substancias similares, es conveniente substituir el matraz de vidrio, recomendado para estas determinaciones, por una calderita de cobre, cerrada por una tapa plana, sujeta por un arco y un tornillo y cuyas dimensiones son 6' de alto por 3",7 de diámetro, de la que sale un pequeño tubo de 1" de diámetro, que se acopla al aparato receptor del destilado, que es el mismo que el descrito anteriormente.

El mechero empleado será del tipo de anillo, dispuesto de tal manera que pueda moverse verticalmente, con el fin de iniciar el caldeo en una porción de la caldera situada por encima del nivel que en su interior alcanza el asfalto.

La figura 130 representa el conjunto del aparato.

En cuanto al método operatorio, es exactamente el mismo que hemos explicado para determinaciones análogas.

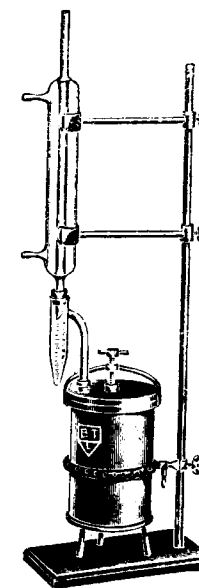


Figura 130.
Aparato para determinar el agua en un asfalto.

2. **Determinación de las cenizas.**—Se tomará una cantidad determinada de la muestra, que se carbonizará lentamente en una cápsula plana de platino, incinerando después el residuo, a temperatura tan baja como sea posible, hasta haber quemado todo el carbón.

3. **Determinación del azufre.**—Se realizará siguiendo el método, ya descrito de la bomba calorimétrica, con las precauciones y modificaciones inherentes a la naturaleza del material, cuya muestra debe ser preparada.

4. **Determinación del residuo del carbono.**—La I. P. T. recomienda el empleo del método de Conradson, ya descrito, con la excepción de que se debe emplear un gramo de substancia.

En Norteamérica se emplea otro procedimiento, según el cual la muestra de un gramo se carga en un crisol de platino, provisto de una tapa que cierre bien, el cual se coloca sobre un triángulo de nicromo o de platino y se calienta mediante un mechero Bunsen, cuyo extremo se halle a seis u ocho centímetros del fondo del crisol y cuya llama, que tendrá un alto de 20 centímetros, rodee por completo al crisol; el caldeo se mantendrá durante siete minutos, después de lo cual se deja enfriar en un desecador y se pesa una vez frío.

5. **Determinación del asfalteno.**—Los asfaltenos se pueden presentar principalmente bajo dos formas: la del *asfalteno* o asfalto duro y la de *asfalto propiamente dicho*, o asfalto blando; las determinaciones son distintas para cada uno de estos dos cuerpos.

a) Para determinar el *asfalto duro* se tomarán dos gramos de la muestra, en un matraz cónico de 200 mililitros (si se tratase de un asfalto muy pastoso es conveniente disgregarlo antes del ensayo, pero una vez pesado, con cinco mililitros de keroseno, que se habrá tratado primero con

un volumen igual de ácido sulfúrico de 98 por 100, después con álcali y finalmente con agua), los cuales se tratarán con 100 mililitros de esencia de petróleo (que no contenga más de 0,5 por 100 de hidrocarburos aromáticos y del cual destile un 90 por 100 entre los 60 y 80 grados C) hirviéndolo, provisto el matraz de un refrigerante a reflujo y dejándolo luego en reposo durante veinticuatro horas (el hervido y el reposo se deben realizar en la obscuridad).

El conjunto se filtrará después, a través de un crisol de Gooch, previamente incinerado y pesado, provisto según la manera usual de una capa de amianto. El material retenido en este filtro se lavará, en el mismo, con esencia de petróleo, hasta que el líquido de los lavados sólo presente un ligerísimo color amarillo. El crisol con su contenido se secará durante una hora, después de lo cual y una vez frío se pesará.

Del resultado obtenido se deducirá el porcentaje de materia insoluble en sulfuro de carbono, determinada según se explicará más adelante y la diferencia será el verdadero contenido en asfalto duro.

b) Para determinar el *asfalto blando* se pesa aproximadamente un gramo del betún en un frasco cónico de 200 mililitros, añadiéndole 100 mililitros de una mezcla a partes iguales de éter sulfúrico (densidad 0,720) y de alcohol de 96 por 100, calentando el conjunto bajo un condensador a reflujo, hasta que el betún se haya desintegrado y disuelto parcialmente (tratándose de betunes muy pastosos se tratarán previamente con keroseno, según hemos explicado en el caso anterior). Realizada la desintegración, el matraz y su contenido se dejan enfriar en reposo, durante un mínimo de cinco horas y después se filtrará el contenido, tan rápidamente como sea posible, a través de un filtro plegado.

El matraz y el filtro se lavarán con una mezcla de alcohol de 96 por 100 y éter en la proporción 1 : 2, hasta que 20

mililitros del filtrado, evaporados, sólo dejen trazas casi inapreciables de materia alquitranácea. El producto filtrado, que contendrá aún parafinas y resinas blandas, se disolverá, en el filtro y en el matraz a cuyas paredes habrá quedado adherido en parte, mediante bencol caliente, evaporando después esta solución en un vidrio tarado que contenga un agitador de vidrio también tarado. El residuo se hervirá con diversas porciones de 30 mililitros de alcohol absoluto, removiéndolo con el agitador hasta que los extractos obtenidos no precipiten por enfriamiento nada de parafina; el residuo se secará entonces a 100 grados y se pesará.

6. Materias insolubles en sulfuro de carbono.—Estas materias están constituidas por una parte inorgánica (materias terrosas de los pozos, porciones metálicas de los tubos de conducción, etc., etc.), por otra parte orgánica (restos orgánicos diversos) y por asfalto ligeramente soluble, así como a veces cok.

Para determinar el conjunto de todas estas materias, se tratarán de dos a cinco gramos de la muestra, en un matraz cónico, con 100 mililitros de sulfuro de carbono caliente, calentando durante algunos segundos con agitación, hasta que empiece a hervir el sulfuro de carbono. Se cierra el matraz después con un corcho flojo y se deja en reposo toda la noche. El contenido del matraz se filtra a través de un crisol de Gooch, pesado, de una capacidad de 20 mililitros, provisto de una delgada capa de amianto e incinerado previamente. La filtración se realizará lentamente al principio, a una marcha de no más de dos gotas por segundo, debiendo ser el filtrado limpio; se puede mojar la capa de amianto con un poco de sulfuro de carbono, antes de filtrar la solución en cuestión. Después de lavado el crisol con sulfuro de carbono, se secará en la estufa y se pesará, determinando así el porcentaje buscado en sulfuro de carbono.

El aparato empleado para esta determinación es el que representamos en la figura 131, en la cual, como se ve, el crisol montado sobre su tubo soporte está conectado con un matraz para filtraciones rápidas por succión.

b) ENSAYOS FISICOS

Los principales ensayos físicos a realizar con los asfaltos son los siguientes:

7. Determinación de la densidad.—Para determinar la densidad de un asfalto hay que hacer una distinción, según que se trate de materiales sólidos o de materiales pastosos.

En el primer caso se aplicará el método ordinario, empleado para todos los cuerpos sólidos, es decir, el método del frasco o el de la balanza de Mohr.

Si se trata de materiales semisólidos, la determinación se realizará siguiendo el método del frasco, pero empleando el frasco de la figura 132, debido a Hubbard y que es análogo en principio al de Lunge, empleado para el alquitrán de hulla.



Figura 131

Crisol de Gooch montado.



Figura 132.

Frasco de Hubbard.

8. Punto relámpago.—Se seguirá el método del vaso abierto, determinando al mismo tiempo el punto de inflamación. Se puede emplear cualquiera de los aparatos indicados para ello, siendo de advertir que la I. P. T. recomienda el aparato Penski-Martens sin cubierta.

9. Viscosidad.—Para realizar este ensayo se empleará cualquiera de los viscosímetros descri-

tos, al tratar de los lubricantes. Uno de los más apropiados es el Redwood, número 2, dispuesto para operar a temperaturas elevadas.

10. **Punto de reblandecimiento.**—Para determinar el punto de reblandecimiento se emplea, casi exclusivamente para todos estos productos, el método de la bola y el anillo, que vamos a describir.

Hay que tener en cuenta que el reblandecimiento de los materiales bituminosos ocurre generalmente sin que corresponda a una temperatura o momento determinados; a

medida que la temperatura aumenta, dichos productos cambian gradual e imperceptiblemente de forma, desde un producto seco o extremadamente pastoso, a un producto blando o a un líquido mucho menos viscoso; por esta razón, si se quiere que los resultados obtenidos sean comparables, es preciso emplear un procedimiento fijo arbitrario y definido con toda severidad, del cual no hay que separarse nunca.

El aparato empleado para este método es el representado en la figura 133, en el cual se ve que consiste en un anillo de bronce de 5/8" de diámetro interno y un 1/4" de altura, con un espesor de pared de 3/32"; este anillo se hallará sujeto firmemente a un alambre de bronce vertical, en la

forma que se aprecia en la figura. Precisa también una bola de acero de 3/8" de diámetro y de un peso comprendido entre 3,45 y 3,55 gramos. Por último, consta el aparato de un vaso de vidrio de un diámetro no inferior a 8,5 centímetros y de un alto mínimo de 10,5; sujeto paralelamente a la

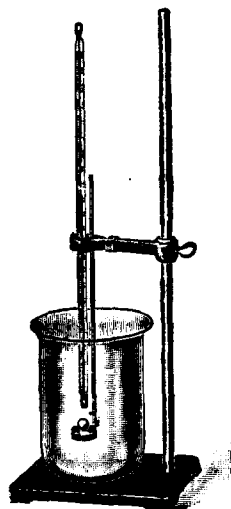


Figura 133.—Aparato sencillo para el punto de reblandecimiento.

varilla, que sostiene el anillo y de manera que la bola se halle muy próxima a este último, se coloca un termómetro, suspendido del mismo soporte que sostiene dicho anillo.

En muchas ocasiones es conveniente realizar determinaciones dobles y en ese caso se empleará un aparato similar que permita esta doble determinación, análogo al que representamos en la figura 134, cuya inspección nos dispensa de mayor descripción.

Para preparar la muestra se fundirá el betún a examinar, a una temperatura que no sea superior al punto de fusión aproximado en más de 100 grados C, removiéndolo cuidadosamente hasta obtenerlo homogéneo y libre de aire. Después se vertirá en el anillo, previamente calentado a la temperatura del material fluido y colocado sobre una placa de bronce amalgamado, para evitar la adherencia del betún fundido; lleno el anillo o los anillos, se dejarán enfriar al aire durante treinta minutos, después de lo cual se cortará cuidadosamente, con un cuchillo ligeramente calentado, todo el material sobrante.

Para realizar la determinación hay que considerar separadamente dos casos:

a) Tratándose de materiales bituminosos, cuyo punto de reblandecimiento sea a lo más de 80 grados C, el aparato se acoplará según se ha indicado, llenando el vaso de vidrio con agua destilada recién hervida y enfriada a una temperatura de 5 grados C y en cantidad tal que su nivel quede exactamente 2" por encima de la superficie superior del anillo, cuya superficie inferior se hallará

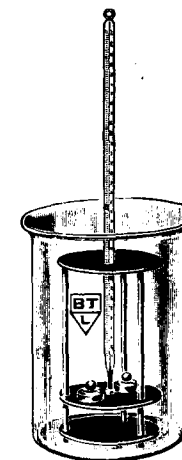


Figura 134.

Aparato doble para el punto de reblandecimiento.

exactamente a 1" por encima del fondo del vaso, o de la placa inferior de bronce si se emplea el aparato doble.

Se colocará la bola en el centro de la superficie superior del material que llena el anillo, dejándolo todo en reposo durante quince minutos, hasta el momento de aplicar el calor.

Se irá aplicando calor al conjunto, de tal manera que la temperatura del agua suba cinco grados C por minuto y la temperatura correspondiente a aquel momento en que la muestra, formando una especie de bolsa bajo la presión de bola, llega a tocar el fondo, es la que se toma como el punto de reblandecimiento buscado.

Si se trata de materiales cuyo punto de reblandecimiento supuesto sea superior a 80 grados C, se seguirá el mismo método, con la sola diferencia de emplear glicerina en lugar de agua y de partir de una temperatura de 32 grados C; además es ventajoso agitar la glicerina durante los primeros períodos de caldeo, con el fin de facilitar la repartición constante de la temperatura.

Cuando se emplea agua, es condición esencial que ésta sea recién hervida, pues de lo contrario se formarán burbujas de aire sobre las muestras, que afectarán la seguridad de los resultados.

11. Ensayo por flotación.—Este ensayo, muy utilizado en Norteamérica, exige para su realización el siguiente material:

Un plato de aluminio provisto de un agujero roscado en su centro; dos anillos cónicos de bronce, roscados para poder atornillarlos en el orificio del plato anterior; dos termómetros graduados de -10 grados C a 110 grados C; un trípode, dos recipientes de hierro, un mechero, una bureta, etc. (Fig. 135.)

Para realizar el ensayo se colocará uno de los anillos de bronce, con el extremo de menor diámetro hacia abajo,

sobre una placa de bronce amalgamado previamente; en un pequeño cazo se fundirá una cantidad del material a examinar, vertiendo después un poco de él en el collar en cuestión, de manera que forme en su parte interior interna una delgada capa de materia bituminosa, dejándolo después enfriar, quitando el sobrante de dicha materia con un cuchillo ligeramente calentado, acoplando el anillo al plato y colocándolo después en uno de los dos recipientes

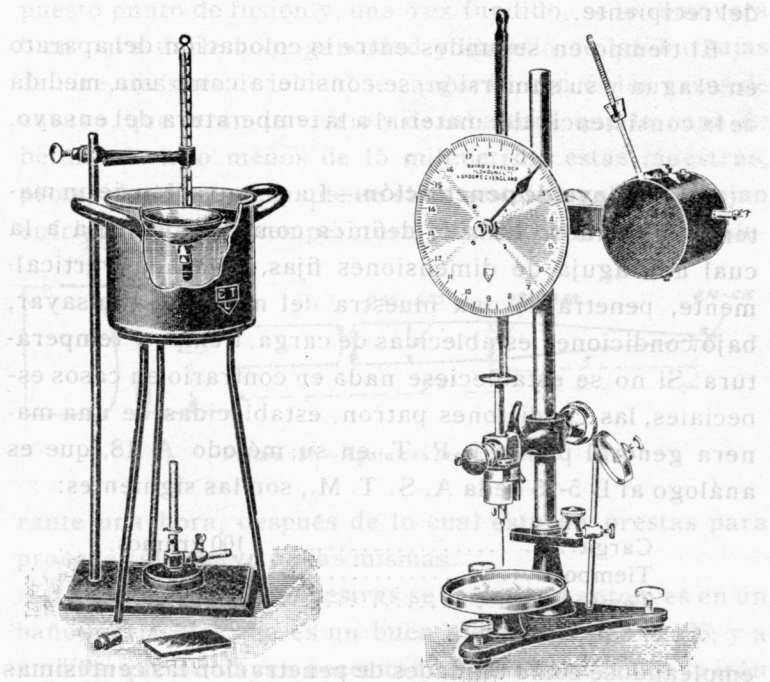


Figura 135.—Ensayo por flotación.

Figura 136.—Penetrómetro.

antes citados, que contendrá agua de hielo, en la que se lo deja durante quince minutos. Mientras tanto se llenará el otro recipiente de agua hasta los $\frac{3}{4}$ de su capacidad, colocándolo en el trípode y calentándolo a la temperatura a la cual se quiere realizar el ensayo. Transcurridos los quince minutos de sumersión del material bituminoso en el agua

de hielo, se lo llevará al baño de agua caliente, haciéndolo flotar en él, observando la temperatura y cuidando de que ésta no varíe más de 0,5 grados C en más o en menos de la temperatura elegida para el ensayo; al calentarse, el tapón de material bituminoso irá reblandeciéndose, siendo forzado por la presión del agua hacia la parte de arriba del anillo, hasta el momento en que destape éste y deje entrar el agua en el plato, que inmediatamente caerá al fondo del recipiente.

El tiempo en segundos entre la colocación del aparato en el agua y su sumersión, se considera como una medida de la consistencia del material a la temperatura del ensayo.

12. Ensayo de penetración.—La penetración de un material bituminoso ha sido definida como la distancia a la cual una aguja de dimensiones fijas, colocada verticalmente, penetra en una muestra del material a ensayar, bajo condiciones establecidas de carga, tiempo y temperatura. Si no se estableciese nada en contrario en casos especiales, las condiciones patrón, establecidas de una manera general por la I. P. T. en su método A 18, que es análogo al D 5-25 de la A. S. T. M., son las siguientes:

- Carga..... 100 gramos.
- Tiempo..... 5 segundos.
- Temperatura.. 25° C.

empleándose como unidades de penetración las centésimas de centímetro.

Para realizar el ensayo de penetración se operará como sigue:

Se dispondrá de un penetrómetro análogo en principio al que hemos descrito para determinar la consistencia de las grasas, pero provisto de un aparato para medir la duración del ensayo, que puede ser un metrónomo que bata el medio seguro y que esté dispuesto de manera que el des-

censo de la aguja se realice de manera continua sin vibración apreciable. En la figura 136 damos una vista de un aparato de esta naturaleza, construido por Baird y Tatlock, de acuerdo con las especificaciones de la I. P. T. Este aparato lleva una aguja de la forma y dimensiones indicadas en el croquis de la figura 137.

El asfalto o betún a ser ensayado se fundirá a una temperatura que no sea superior en más de 100 grados al supuesto punto de fusión y, una vez fundido, se lo removerá bien para darle homogeneidad y librarlo de las burbujas de aire, después de lo cual se cargarán con él los vasos de ensayo, que serán de vidrio y de tal altura que la capa de betún sea a lo menos de 15 milímetros; estas muestras, protegidas de manera que en ellas no caiga polvo, se dejan enfriar hasta una temperatura mínima de 15 grados C du-

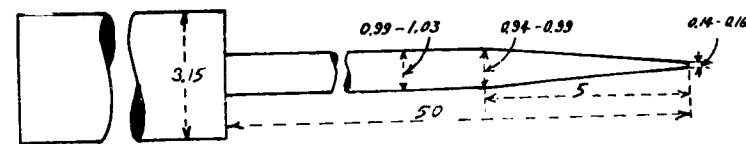


Figura 137.—Aguja del penetrómetro.

rante una hora, después de lo cual estarán listas para proceder al ensayo de las mismas.

Los vasos con las muestras se colocarán entonces en un baño-maría, del que es un buen ejemplo la figura 138, y a medida que se vayan necesitando para ensayarlos se irán extrayendo de dicho baño, pasándolos a un depósito portátil especial de una altura suficiente para que los vasos queden sumergidos totalmente en el agua que lo llena y que no toquen al fondo, por lo que llevan un falso fondo provisto de agujeros (fig. 139). En este depósito, lleno de agua de la misma del baño-maría y por tanto a igual temperatura que el mismo, se lleva el vaso con la muestra al platillo del penetrómetro, haciendo bajar la aguja de éste de

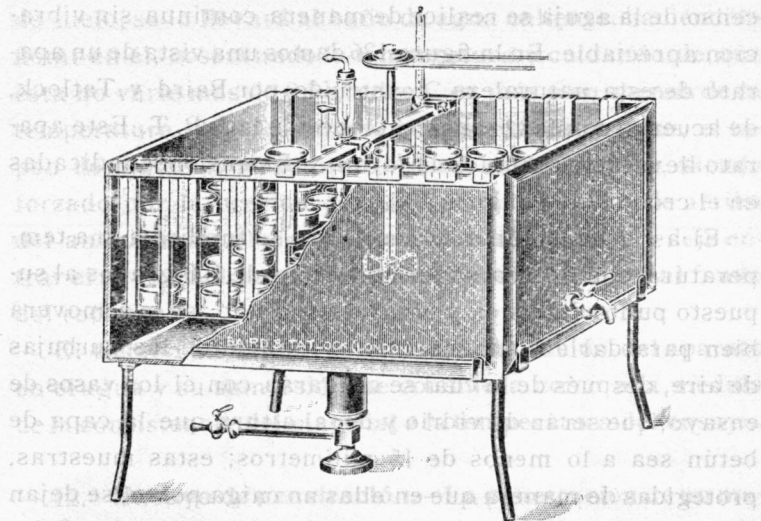


Figura 138.—Baño-maria.

manera que su extremo afilado toque a la superficie del asfalto, para lo que es buen método examinar su imagen, reflejada en la superficie brillante del mismo, y llevar a coincidencia el extremo de la aguja y el de su imagen. Logrado esto y llevada al contacto con la parte superior de la aguja, o mejor de la varilla portaaguja, la cremallera que por su descenso hace girar la aguja de la esfera indicadora, y sujeta dicha cremallera para que no ejerza peso sobre la aguja, se suelta ésta, dejándola actuar con su peso y el de la varilla durante el período de tiempo del ensayo que, según hemos dicho antes, será generalmente de cinco segundos, al cabo de los cuales se detendrá la aguja, se hará bajar la cremallera del indicador hasta que se apoye de nuevo sobre la cabeza de la varilla portaaguja y, por la diferencia de lecturas en la esfera, antes y después del ensayo, se determinará el valor de la penetración. Este ensayo se repetirá en otros dos puntos de la misma



Figura 139.

muestra, tales que no se hallen a menos de un centímetro de las paredes del vaso ni a más de la misma distancia de los otros puntos ensayados; los valores hallados no deben diferir en más de dos unidades para las penetraciones inferiores a 80 ni de 2,5 para penetraciones superiores a dicha cifra.

13. **Ensayo de ductilidad.**—Este ensayo tiene por objeto determinar la longitud que puede ser estirado un bloque de asfalto de forma especial, bajo condiciones especificadas de temperatura, sin ruptura del mismo.

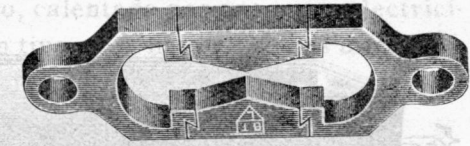


Figura 140.—Molde para el ensayo de ductilidad.

Para realizarlo se emplean unos moldes especiales para el asfalto, según se indica en la figura 140, y cuyas dimensiones principales son:

| | Centímetros. |
|----------------------------------------------------------|--------------|
| Largo interno total..... | 7,5 |
| Distancia entre los extremos de las piezas extremas..... | 3,0 |
| Hueco máximo..... | 3,0 |
| Hueco en la boca de las piezas extremas..... | 2,0 |
| Hueco mínimo..... | 1,0 |

Esta pieza, cuyas piezas laterales, en su cara interna, están amalgamadas para evitar la adherencia del asfalto, se coloca sobre una placa de cobre, también amalgamado, y se rellena con asfalto fundido a una temperatura a lo más superior en 100 grados al punto de fusión, debiéndose rellenar con cada muestra tres moldes, con el fin de poder realizar el ensayo por triplicado; después de rellenados los moldes se apretará sobre ellos, con el fin de nivelar la muestra, mediante una placa caliente de cobre amalgamado, terminando después de nivelar con un cuchillo caliente.

Las muestras así preparadas, dentro de sus moldes, se dejan enfriar durante una hora a la temperatura del ensayo. Para realizar éste se hará uso de una máquina especial del tipo de la que representamos en la figura 141, que está constituida por una caja o artesa, en la que se hace circular una corriente de agua, calentada en un depósito externo y que se pone en circulación mediante una bomba situada en la parte inferior de la caja. En ésta hay un dispositivo, merced al cual, mediante un tren de engranajes, se tiende

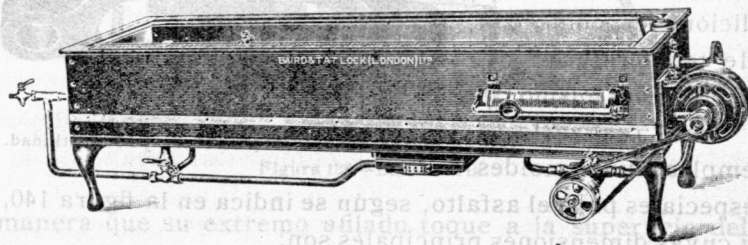


Figura 141.—Máquina para el ensayo de ductilidad.

a separar las dos porciones extremas del molde, después de haber quitado las dos porciones laterales, por la acción de un motor eléctrico. La caja en cuestión lleva en su fondo un vidrio blanco muy pulido con el objeto de evitar la ruptura del hilo de asfalto por roce contra dicho fondo. Los moldes se colocan sobre una placa, sujetando una de las piezas extremas a la parte fija y la otra a la móvil y poniendo en marcha la máquina a una velocidad de cinco centímetros por minuto, se verá a qué distancia se rompe el hilo de asfalto producido por el estiramiento de la muestra. En cada uno de los tres ensayos, realizados con otras tantas muestras del mismo asfalto, se medirá la distancia máxima de estiramiento sin ruptura y el valor máximo de los tres hallados, será el que se tomará como valor de ductilidad a la temperatura del ensayo.

14. **Pérdida por caldeo.**—Este ensayo se emplea para determinar la pérdida que experimenta un betún o asfalto por caldeo, en condiciones determinadas. Las pérdidas se refieren exclusivamente a los aceites y demás constituyentes, con excepción del agua. Si se hubiera visto que el betún contenía agua, se lo someterá primero a un procedimiento de deshidratación y, sólo cuando se haya conseguido ésta, se procederá a la determinación que nos ocupa.

Para esta determinación se empleará un horno o estufa, rectangular o cilíndrico, calentado por gas o por electricidad y del que damos un tipo en la figura 142; sus dimensiones deben ser las siguientes:

- Alto..... Por encima de 16''.
- Diámetro..... 2'' mayor que el diámetro del platillo que describiremos en seguida.

Este horno tendrá una ventilación bien establecida y estará provisto de una puerta con vidrio, que permita por su situación examinar el platillo ya aludido y el termómetro que indica la temperatura interior.

En el interior de este horno estará dispuesto un platillo perforado, de la forma que se indica en el croquis de la figura 143 y que, colocado en el centro de la altura del horno, está dispuesto de manera que puede recibir un movimiento de ro-

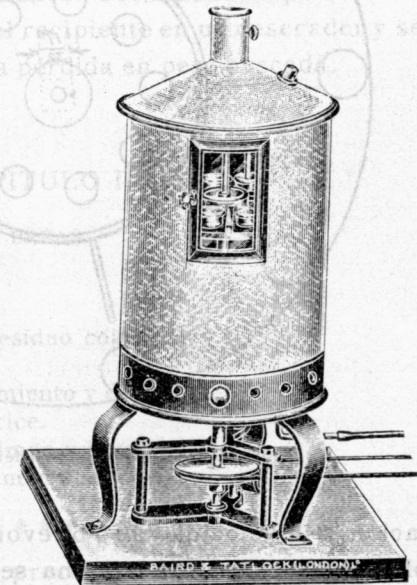


Fig. 142.—Horno para determinar las pérdidas.

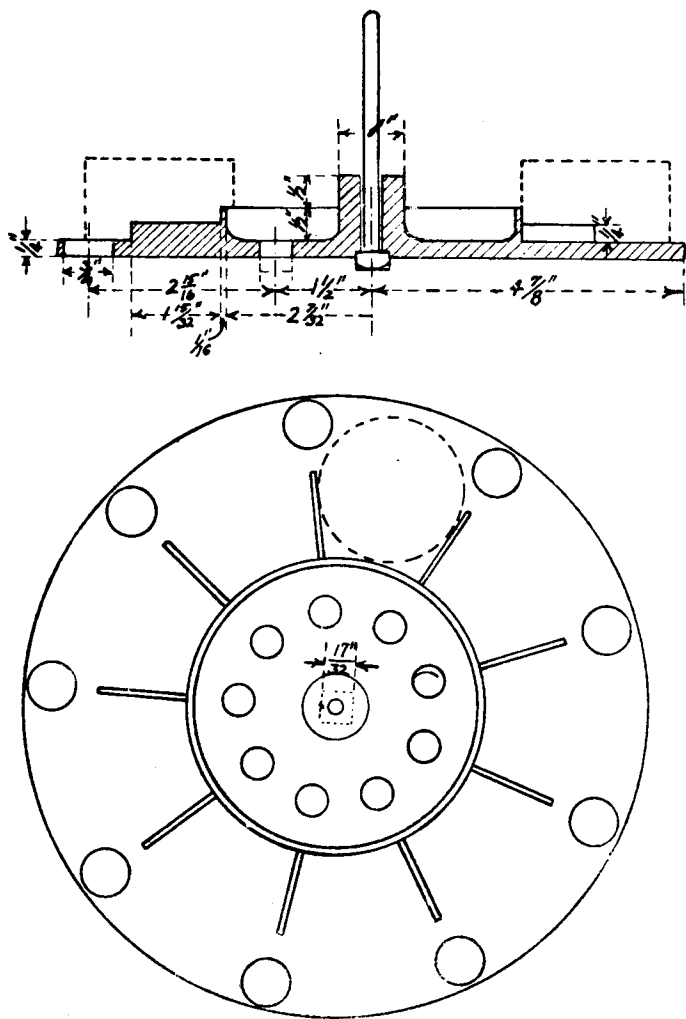


Figura 143.—Plataforma móvil del horno para pérdidas.

tación, a la velocidad de 5-6 revoluciones por minuto. Este platillo está dividido por una serie de tabiques radiales, que determinan así el espacio necesario para la colocación de los recipientes de ensayo.

El asfalto a ensayar se agitará bien, para darle homogeneidad, calentándolo si es preciso, para conseguir ésta, después de lo cual se carga en los recipientes, que serán de aluminio de forma cilíndrica, con un diámetro de 2",2 y un alto de 1",4. Cada recipiente de éstos, tarado, recibirá una carga de 50 gramos del asfalto, después de lo cual el horno se calentará a 163 grados C y en uno de los espacios del platillo en cuestión se colocará el recipiente, con la muestra ya preparada. Otro recipiente análogo se coloca en el lugar opuesto radialmente y en él se sumerge la bola del termómetro, que se colgará del eje de giro, después de lo cual se cierra el horno y se deja en marcha, a la velocidad antes indicada de 5-6 revoluciones por minuto, durante todo el ensayo que será de cinco horas, durante las cuales se mantendrá la temperatura invariable, mediante un control termostático que haga que la variación máxima sea de un grado en más o en menos. Terminado el periodo de caldeo, se dejará enfriar el recipiente en un desecador y se pesará, para determinar la pérdida en peso buscada.

CAPITULO III

BREAS.

1. Densidad.
2. Carbono libre.
3. Materias volátiles y residuo cokizado.
4. Cenizas.
5. Puntos de reblandecimiento y de fusión.
 - a) Método de Meurice.
 - b) » de Spielman y Petrie.
 - c) » de Kraemer y Sarnow.

* * *

El ensayo de las breas, procedentes de la destilación del alquitrán, obtenido en la destilación de la hulla, se debe dirigir principalmente a determinar su mayor o menor apti-

tud para la fabricación de briquetas, ya que éste es el principal empleo de las mismas.

Los ensayos a realizar serán los siguientes:

1. **Densidad.**—Se determina de modo análogo a la de cualquier substancia sólida, mediante un picnómetro y teniendo cuidado de pulverizarla muy finamente, para evitar el posible falseamiento de los resultados, producido por las cavidades llenas de aire, tan abundantes en la brea, sobre todo cuando es seca.

2. **Carbono libre.**—Su determinación se realiza por cualquiera de los métodos empleados para su determinación en el alquitrán, si bien el de Kraemer y Spilker, por disolución en la anilina, es el más empleado y más recomendable.

3. **Materias volátiles y residuo cokizado.**—Varios son los métodos empleados en esta determinación, que presenta gran importancia, pues el conocimiento de la naturaleza del residuo permite juzgar acerca de la adaptabilidad de una brea para la fabricación de aglomerados. Entre dichos métodos no hay ninguno que esté adoptado como patrón.

Según Warnes (1), que ha estudiado detalladamente el asunto, el método a su entender más recomendable es el siguiente:

Se pesan dos gramos de brea triturada, en un crisol de porcelana de cuatro centímetros de diámetro y dos centímetros de profundidad, que se coloca, cubierto con una tapa, en un horno Leune, cuya cubierta está quitada y calentado por un mechero Meker, número 2, regulado con el máximo de aire. A los cinco minutos se cubre el horno y se continúa el caldeo otros cinco minutos, al cabo de los cuales se lleva el crisol, sin tapa, a un desecador, en el que se en-

(1) *Investigations of Coal Tar, etc.*—*Trans. Jun. Gas. Assoc.*, Vol. II.

fría; después de lo cual se pesa, hallando por diferencia el contenido en volátiles y examinando el cok.

4. **Cenizas.**—Se determinan según el método empleado con los combustibles sólidos, bien en el producto original, bien en el botón de cok obtenido en la operación anterior.

5. **Puntos de reblandecimiento y de fusión.**—El conocimiento de éstos es muy importante, para determinar la característica de la brea (seca, semigrasa y grasa), que es en la mayoría de los casos la única que se da por los vendedores.

Muy numerosos son los métodos empleados para su determinación, de los cuales vamos a describir los, a nuestro entender, más seguros y menos complicados.

a) *Método de Meurice.*—Se introducen algunos trocitos de brea en un tubo de vidrio, bastante ancho y doblado en ángulo recto en su parte inferior, cuyo extremo está afilado. Se suspende verticalmente el tubo en un baño de aceite de parafina, sujetándolo con una goma a la varilla de un termómetro, cuyo depósito se halle a la altura del ángulo recto. Se calienta lentamente, agitando el aceite con un alambre recurvado y cuando la brea funda y llegue al extremo afilado, se lee la temperatura, que será el punto de fusión buscado.

b) *Método de Spielman y Petrie.*—Se preparan, por fusión y moldeo, unos pequeños bloques de brea de $30 \times 13 \times 13$ milímetros, en los cuales se inserta la ramita pequeña de un ángulo recto, formado por alambre de cobre, que se calienta para facilitar la inserción y que se hallará a 12 milímetros del extremo del bloque y equidistante de las dos caras opuestas, tal como se ve en la figura 144. Después de que pasan varias horas, para que solidifique bien la brea, se suspende, de modo que el alambre largo quede vertical, en

un vaso lleno de agua y calentado en un baño-maria, con un termómetro, colocado con la bola sumergida en el agua de aquél y a la altura de la brea. Se calienta gradualmente, haciendo que la temperatura aumente un grado por minuto y se anota ésta, en el momento en que el bloque de brea va inclinándose y llega a ocupar la posición indicada de puntos en la figura. Dicha temperatura será el punto buscado de reblandecimiento.



Figura 141.
Método de Spielman y Petrie.

En un pequeño recipiente de fondo plano, calentado en un baño de aceite, se funden 25 gramos de la brea a examinar, calentándola a 150 grados (la capa fundida de brea deberá tener unos 10 milímetros de espesor). Se toman uno o varios trozos de tubos de vidrio, de unos 10 centímetros de largo y un diámetro de 6-7 milímetros, y se los sumerge verticalmente en la brea, después de lo cual, cerrando la abertura superior con el dedo, se los irá sacando, dejándolos enfriar al aire, colocados en sentido horizontal. Una vez fríos, se quita la brea que haya quedado adherida exteriormente al tubo o tubos, en los que la capa de brea tendrá aproximadamente una altura de cinco milímetros. Se vierten sobre esta capa cinco gramos de mercurio.

c) *Método de Kraemer y Sarnow.*—Este método que es el más empleado, se aplica como sigue:

En un pequeño recipiente de fondo plano, calentado en un baño de aceite, se funden 25 gramos de la brea a examinar, calentándola a 150 grados (la capa fundida de brea deberá tener unos 10 milímetros de espesor).

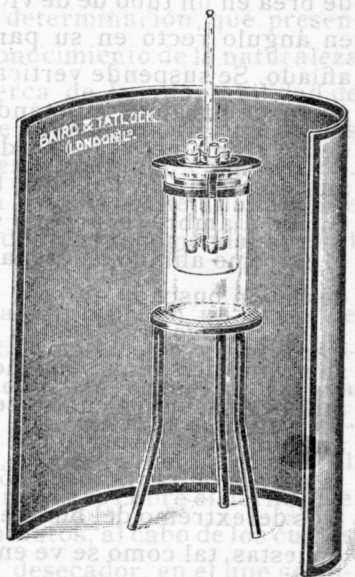


Figura 145.
Método de Kraemer y Sarnow.

rio, medidos en un pequeño tubo tarado y se suspenden el tubo o tubos así cargados en un vaso con agua, colocado en otro vaso (figura 145), también lleno de agua y que hace el papel de baño-maria; se sumerge también un termómetro, cuya bola está al nivel de la brea y se va calentando el conjunto suave y gradualmente, hasta que la brea deje caer el mercurio, en cuyo momento se lee la temperatura, que se toma como el punto de fusión buscado.

CAPÍTULO IV

PARAFINAS

a) *Ensayos químicos.*

1. Determinación de la humedad.
 2. Contenido en azufre.
 3. » en polvo.
 4. » en parafina.
- a) Método de precipitación.
b) Método industrial.
5. Cantidad de aceite exprimible.
 6. Distinción entre la parafina procedente del lignito y la procedente del petróleo.

b) *Ensayos físicos.*

7. Color.
8. Punto relámpago.
9. Punto de cuajado.
10. Punto de solidificación.

Parafina es el nombre que se da a las mezclas de hidrocarburos sólidos, obtenidas de los aceites minerales; tienen puntos de fusión comprendidos entre 28 y 72 grados. Por su refinado las parafinas proporcionan: productos semirefinados, que contienen más o menos aceite, que por ello se llama

aceite de parafina y totalmente refinados, que son incoloros, semitransparentes y casi totalmente libres de aceite.

Los ensayos a que se somete generalmente una parafina son los siguientes:

a) ENSAYOS QUIMICOS.

1. **Determinación de la humedad.**—Se pesarán 50 gramos de la muestra en una cápsula de porcelana de 90 milímetros de diámetro y 160 mililitros de capacidad, calentándola suavemente a 130 grados C y agitando de tiempo en tiempo, con el termómetro, hasta que cesen de desprenderse burbujas.

La porción adherida al termómetro se desprenderá de éste frotando suavemente contra las paredes de la cápsula, después de lo cual el conjunto se lleva a un desecador donde se enfría, pesándolo y determinando, por la diferencia de peso, la pérdida debida al agua que se ha volatilizado.

Si la proporción de humedad fuese mayor de un 1 por 100, será preciso proceder a su determinación por destilación, empleando los aparatos descritos al tratar de los aceites.

2. **Contenido en azufre.**—Algunas muestras de parafina, sobre todo si proceden de petróleo de Java, contienen una proporción apreciable de azufre, que se investiga cualitativamente calentando una porción de parafina a 170 grados y viendo si produce el ennegrecimiento de una hojita de plata o de cobre que se sumerge en ella. Si se produce este ennegrecimiento será señal de que existe azufre, que se determinará por el método de la bomba calorimétrica.

3. **Contenido en polvo.**—Para esta determinación se seguirá el método P. S. 14 a de la I. P. T., según el cual la

muestra, que puede muy bien ser el residuo pesado de la determinación de la humedad, se traslada a un filtro, donde se lava con una esencia de petróleo fácilmente volátil y que no deje residuo ninguno a los 100 grados. En el filtro quedarán el polvo y cualquier astilla de madera, procedente de los barriles; éstas se separan y el polvo, después de secado a 100 grados, se pesa y se expresa en porcentaje de la parafina.

4. **Contenido en parafina.**—El valor de una parafina es proporcional al contenido en parafina pura. En ocasiones es de interés averiguar el contenido en parafina de diversos productos y para ello pueden seguirse diversos métodos:

a) *Método de precipitación.*—La parafina, contenida en diversos productos, se determina generalmente por el método que hemos descrito en diversas ocasiones en esta MEMORIA, con las precauciones indicadas para evitar el error que se originaría por una disolución parcial de la parafina, en los líquidos de lavado.

Cuando se trate de determinar el contenido en parafina blanda de la parafina bruta o de las bujías, se seguirá el método de Holde (1), después de haber extraído el ácido esteárico por medio de un álcali, precipitando las parafinas duras por medio de alcohol de 94 por 100 en solución etérea a — 20 grados.

Para ello se tomarán dos gramos de parafina, libres de ácido esteárico, disolviéndola en 20 a 30 centímetros cúbicos de éter y precipitando la parafina a — 20 grados por adición de 30 a 40 centímetros cúbicos de alcohol. Se determinarán después las cantidades de parafina precipitada y disuelta, llegando si es preciso a la determinación de los puntos de fusión de las mismas.

(1) *Mitteilungen*, 20, 5, pág. 241.

Si la parafina blanda no contiene más de 14 por 100 de aceite, se disolverán 0,5 gramos de la substancia en 100 centímetros cúbicos de alcohol absoluto y, después de añadir 25 centímetros cúbicos de agua, se enfriará la masa a — 18 ó — 20 grados. La parafina se filtrará después, empleando el aparato que hemos descrito al tratar de los aceites, sin emplear succión y se lava después con alcohol frío, hasta que el filtrado permanece claro por la adición de agua. La parafina se secará a 35 ó 40 grados, en un secador de vacío, hasta peso constante.

b) *Método industrial.* — En las fábricas donde se emplea para el refinado de la parafina el método del *resudado*, se emplea un ensayo de laboratorio, similar a las operaciones seguidas en el proceso industrial, para determinar el valor de una parafina bruta.

Para ello se emplea una pequeña caja metálica de paredes dobles, entre las cuales, se puede introducir agua y que contiene una bandeja, sobre la cual se coloca un kilogramo aproximadamente de la parafina bruta, elevando gradualmente la temperatura del agua y la caja por medio de una pequeña llama situada inferiormente. El aceite que escurre de la parafina se va recogiendo inferiormente; se obtendrán dos fracciones, basándose en el descubrimiento práctico de que la parafina que se halla en la fracción, cuyo punto de solidificación es superior a 33 grados, no es recuperable por resudados sucesivos; se obtendrá así una fracción (fracción I) desde el principio de la operación hasta que el aceite que escorra se solidifique a 33 grados y otra (fracción II) desde dicho punto de solidificación hasta transparencia del contenido de la caja.

La fracción II se funde, se lleva a solidificación y después se vuelve a resudar, obteniendo así de nuevo una fracción I y una fracción II.

La parafina transparente que queda en la caja se agrega al producto del primer fraccionamiento. La fracción II se

resuda de nuevo, continuando este procedimiento durante tres a cinco veces o en tanto que en la fracción II haya material suficiente para el resudado. Cuando no hay más fracción II utilizable, el contenido en parafina de todas las primeras fracciones reunidas se determina por el método ordinario y lo mismo se realiza con la fracción II, últimamente obtenida.

Las cantidades de parafina halladas en ambas determinaciones compondrán la totalidad de parafina existente en el producto bruto.

5. **Cantidad de aceite exprimible.** — Una parafina es de tanto más valor cuanto más transparente se presenta, puesto que la lechosidad que presenta en muchos casos está producida por el aceite; por eso es de interés determinar esta proporción de aceite, para lo cual es difícil recomendar un método de exactitud científica, empleándose generalmente el método establecido hace años por Redwood (1) y recomendado con algunos perforamientos por la I. P. T.; este método que da la cantidad de aceite exprimible, ha sido aceptado desde hace algunos años por el comercio, siendo el empleado actualmente de manera casi exclusiva para determinaciones comerciales.

Para aplicarlo se debe emplear el material siguiente:

Una prensa hidráulica o de palanca con depósito de prensado circular y émbolo de 5" y 5/8. Tanto en el depósito de prensado como en el cuerpo del émbolo, habrá pocillos de mercurio para determinar la temperatura y además existirá un manómetro.

Discos de papel de filtro y de papel secante.

Para realizar la determinación se opera como sigue:

Se toma una muestra de 33 gramos que, después de pesada, se extiende uniformemente entre dos discos de tela,

(1) *Petroleum*, 4, pag. 1038, y *Chem. Umschau*, 16, pag. 202.

cortados al tamaño del depósito de prensado, colocando arriba y abajo de estos discos de tela un número bastante considerable de discos de papel de filtro. La torta así formada, mantenida a una temperatura de 60 grados F (15°.6 C), se lleva al depósito de la prensa que estará igualmente mantenido, así como el émbolo, a dicha temperatura y se somete a una presión de 70 kilogramos por centímetro cuadrado, aplicada durante un período de cinco minutos, después de lo cual se abre la prensa, se retira la parafina, siempre entre los dos discos de lienzo, y se pesa, después de lo cual se separan los lienzos, se raspan bien para quitar toda la parafina adherida y se pesan.

La cantidad de aceite exprimible se obtendrá sumando el aumento de peso de los lienzos y la disminución de peso del conjunto «parafina más lienzos», expresándola como un porcentaje en peso de la cantidad de parafina utilizada para la determinación.

6. Distinción entre la parafina procedente de la destilación del lignito y la procedente del petróleo. — La parafina procedente del lignito, por destilación de éste a baja temperatura, es de más valor que la parafina del petróleo, por lo cual es muy interesante, desde el punto de vista comercial, realizar la diferenciación de ambos materiales. Para esto se pueden seguir diversos métodos:

a) Graefe ensaya los productos puros, vertiendo dos centímetros cúbicos de parafina fundida en el mismo volumen de ácido sulfúrico concentrado y dejándolo en reposo, en el baño-maría, sin agitación. La parafina de petróleo permanece clara o colorea el ácido que sin embargo permanece claro; con parafina lignítica se observará un color amarillo o pardo y el ácido aparecerá turbio.

b) Se obtiene otra diferencia, según Graefe y Krey, en los índices de iodo, que para las parafinas del petróleo van

de 0,4 a 1,9 mientras que las parafinas del lignito o de pizarra tiene índices de iodo de 3,3 a 5,8.

c) En el caso de que se trate de productos brutos, o parcialmente purificados, ambos métodos son inaplicables, siendo preciso entonces aplicar el método de Marcusson y Meyerheim (1), basado en la determinación del índice de iodo del aceite que, en mayor o menor proporción, está siempre presente en la parafina.

Se tomarán 100 gramos de parafina, que se disolverán en 100 centímetros cúbicos de éter sulfúrico caliente, o mejor de cloroformo, que es mucho menos inflamable, añadiéndole el mismo volumen de alcohol de 96 por 100. Si en la parafina hubiera una proporción muy grande de aceite, sólo se tomarán 50 gramos.

La parafina, que se separará por enfriamiento, se recoge en un filtro de Buchner, eliminando el disolvente en el filtrado por destilación, disolviendo el residuo en 50 centímetros cúbicos de éter y precipitándolo con la adición de 50 centímetros cúbicos de alcohol de 96 por 100. La precipitación se favorece por enfriamiento a — 20 grados, según el método ya descrito en otro lugar, y la solución alcohol-éter, después de separada del precipitado, dejará los residuos de aceite, por destilación del disolvente; este residuo, en algunos casos, estará impurificado por cuerpos resinosos negros, para separar los cuales se disuelve la masa en nafta, se filtra y se evapora el líquido filtrado. Se determinará después el valor de iodo de este residuo que, si procede de un petróleo, estará entre 3 y 12 y, si de un lignito o un aceite de pizarra, entre 18 y 31. Tratándose de productos refinados, las diferencias citadas se encuentran también.

(1) *Zeit. f. angew. Chem.*, 23, 1057.

b) ENSAYOS FÍSICOS

7. **Color.**—La determinación del color de una parafina varia según se trate de parafina bruta o de parafina refinada.

Tratándose de parafina bruta se empleará el tintómetro Lovibond número 7, provisto de una célula de 5'', con camisa de agua para mantener fundida la parafina a ensayar. A veces, en lugar de célula con camisa se puede emplear una célula ordinaria, alrededor de la cual se enrolla, sobre dos placas de amianto, un hilo metálico que desempeña el papel de resistencia eléctrica.

La iluminación del aparato se realizará de la misma manera que la que hemos descrito al tratar de los aceites de engrase y el procedimiento operatorio será igual, sin más que operar de tal manera que la muestra a ensayar se mantenga fundida.

Si se trata de parafina refinada, se empleará el mismo aparato, pero empleando en él una célula de 18''.

8. **Punto relámpago.**—En general no se determinará este valor, pudiéndose emplear, si es precisa dicha determinación, cualquiera de los aparatos descritos al tratar de los aceites.

9. **Punto de cuajado.** (*Setting point.*)—Este punto se define como la temperatura a la cual la parafina fundida, llevada al enfriamiento bajo condiciones definidas, muestra un cambio mínimo de temperatura. (I. P. T.—Método P. S. 11 a.)

Para determinarlo se empleará el aparato que representamos en la figura 146, que consiste en un tubo de ensayo de 25 milímetros de diámetro externo y 100 milímetros de largo, marcado con una línea de nivel a los 50 milímetros del fondo. Éste se cierra con un tapón que lleva dos aberturas,

una para el termómetro y otra para un pequeño agitador de alambre; esta abertura estará forrada por un tubo de metal o vidrio que actúa como una guía para el agitador.

Este tubo, que es el que contiene la parafina, se halla colocado dentro de un baño de aire que consiste en un cilindro que tiene un diámetro de 50 milímetros y una profundidad de 102 milímetros.

Este conjunto se coloca dentro de un baño de agua de 150 milímetros de diámetro, provisto de una cubierta apropiada con las guías y topes necesarios para mantener firmemente el baño de aire en una posición vertical en el centro y de tal manera que se halle rodeado por fondo y paredes por 37 milímetros de espesor de agua. Este baño tiene en su cubierta dos orificios, uno para la salida del vapor y otro para colocar el termómetro.

Para realizar el ensayo se tomará una muestra media de la parafina, la que se fundirá al baño-maría a una temperatura que a lo más sea superior en 35 grados F (20° C) al punto aproximado de cuajado.

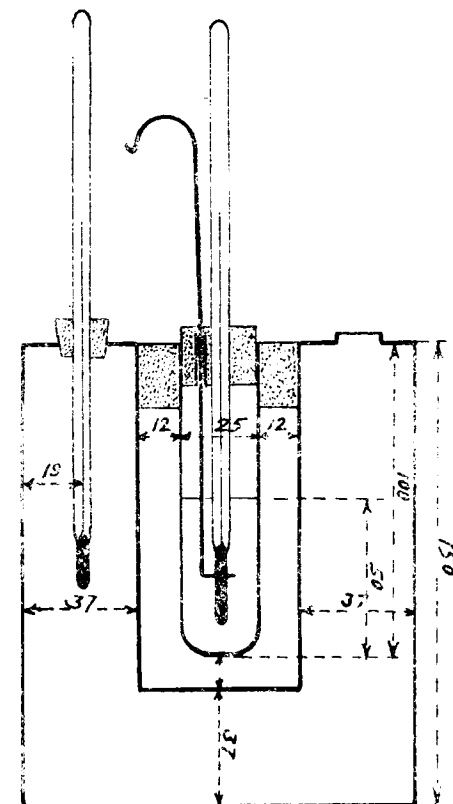


Figura 146.—Aparato para determinar el punto de cuajado de la parafina.

Se llenará con esta parafina fundida el tubo de ensayo hasta el nivel marcado, cerrándolo con el corcho de tal manera que la bola del termómetro se halle a 10 milímetros del fondo del tubo. Se colocará el baño de aire en su posición apropiada dentro del baño maría, el cual estará lleno, hasta 12 milímetros de su borde, de agua a una temperatura de 15 ó 20 grados F por debajo del punto aproximado de cuajado.

Se colocará entonces, dentro del baño de aire y en una posición central, el tubo de ensayo completo y se ajustará, si es preciso, por agitación la temperatura del baño de agua de manera que se halle no más de 30 grados F ni menos de 25 grados F por debajo de la temperatura de la muestra de parafina, cuando ésta ha sido enfriada a una temperatura de 10 grados F por encima de su punto de fusión aproximado.

Obtenidas estas condiciones se detendrá la agitación del agua del baño, pero se continuará agitando de manera continua la parafina durante el resto del ensayo, anotando las temperaturas cada treinta segundos. La temperatura de la parafina bajará gradualmente al principio, permanecerá luego casi constante y volverá después a bajar gradualmente, continuándose las observaciones del termómetro cada treinta segundos, por lo menos, hasta tres minutos después que la temperatura vuelva a bajar, después de permanecer constante. La lista de las temperaturas será inspeccionada y el promedio de las primeras cuatro lecturas que se hallen comprendidas en una variación de 0,2 grados F se considerará como el punto de cuajado no corregido. Si es preciso, esta temperatura se corregirá del error que exista en la escala termométrica y constituirá el punto de cuajado corregido.

10. **Punto de solidificación.**—Para determinar el punto de solidificación de una parafina, se podrá aplicar el método

ordinario, análogo al seguido para determinar el punto de enturbiamiento de un aceite; también se podrá usar el método comercial alemán, según el cual en una cápsula que contenga agua hasta 70 grados se funde un pedacito de parafina hasta que forme una gota de a lo más seis milímetros de diámetro, insertando un termómetro en el agua y tomando como punto de solidificación aquella temperatura a la cual se forme una capa sólida sobre la superficie de la gota de parafina; puede aplicarse también el método seguido en Galitzia o *método del termómetro girante*, según el cual se sumerge la bola redonda de un termómetro en el material fundido calentado a 60 ó 70 grados, cogiendo así sobre ella una gota de parafina, que se enfría por rotación constante del termómetro en el interior de un Erlenmeyer, inclinado para evitar las corrientes de aire; la temperatura que marque el termómetro cuando la gota se solidifica, girando juntamente con el termómetro, es la que se toma como punto de solidificación.

CUARTA PARTE

SELECCION DE METODOS DE COMPROBACION APLICABLES EN LOS DIVERSOS LABORATO- RIOS INDUSTRIALES

En todo lo expuesto anteriormente, hemos descrito los diversos métodos aplicables en cada caso a la determinación de las diversas características de un aceite o grasa industrial, pero sin pronunciarnos en la generalidad de los casos acerca del método más recomendable de todos los descritos, en el caso de tratarse de varios, ni establecer distinción alguna entre los ensayos, desde el punto de vista del empleo que se ha de dar al aceite o grasa ensayados.

Sin embargo, la realización de los ensayos de caracterización o de comprobación de tales productos, varía lógicamente según el destino del producto ensayado, ya que como se comprende sin dificultad alguna, no se han de realizar los mismos ensayos con una gasolina cuando se destine ésta a un empleo como la aviación, en el que precisa una calidad muy buena, que cuando su destino sea simplemente el accionamiento de un motor fijo; ni se ha de ensayar igualmente un keroseno destinado al alumbrado suplementario, mediante lámparas portátiles como el que se destina a las lámparas de señales de una estación ferroviaria. Igualmente un aceite de engrase se someterá a métodos de ensayo diferentes, según que se vaya a emplear en el engrase de maquinaria ligera, o al de máquinas grandes o de gran velocidad.

Por estas razones vamos a intentar establecer unos métodos seleccionados entre todos los descritos, para realizar los ensayos que nos ocupan en los diversos casos de utilización que pueden presentarse.

CAPITULO PRIMERO

ACEITES Y GRASAS EMPLEADAS EN AVIACIÓN

En aviación hay que considerar separadamente el combustible para los motores y los lubricantes para las partes en movimiento.

1.º **Ensayo de las gasolinas.**—Se comprende sin dificultad, que las gasolinas destinadas al accionamiento de los motores de los aviones e hidroaviones debe ser de condiciones excepcionales de pureza, ya que de ella depende en alto grado el funcionamiento de los motores del que está pendiente, en la generalidad de los casos, el éxito del vuelo y las vidas de cuantos en él toman parte.

Los ensayos que con una gasolina de esta naturaleza deben realizarse son, en nuestra opinión, los siguientes:

a) *Contenido en agua y sedimentos.*—Para determinar estos últimos bastará dejar una cantidad determinada de gasolina en una probeta de fondo muy cónico graduado, con el fin de favorecer el depósito cuyo volumen se lee después de algún período de tiempo. En cuanto al contenido en agua absorbida, según ya hemos dicho, en pequeña porción por la gasolina si se agita con aquélla, el método recomendable es el del sodio (Cap. II, 1.ª parte, núm. 1) que deberá dar resultado totalmente negativo.

b) *Acidez.*—Una gasolina de aviación no debe contener acidez alguna, lo que se determinará ensayando el residuo después de destilar completamente un volumen determinado de gasolina, o aplicando el método ordinario de neutralización con un álcali, según se describe en el capítulo II, 2.ª parte, número 1.

c) *Azufre.*—Este cuerpo se determinará por el método de la bomba calorimétrica (Cap. I, 2.º grupo, 1.ª parte, nú-

mero 2) o por cualquiera de los dos métodos establecidos por la I. P. T.

d) *Ensayo por destilación.*—Se deberá realizar siguiendo cualquiera de los métodos modernos descritos, sea el de Formanek, sea el del U. S. Bureau of Mines, sea finalmente el de la I. P. T. En todos los casos es conveniente que una gasolina de esta categoría responda a las siguientes condiciones:

Un 5 por 100 deberá destilar como máximo a una temperatura superior a 50 grados e inferior a 65 grados.

Un 50 por 100 destilará al máximo a los 95 grados.

Un 90 por 100 destilará al máximo a los 125 grados.

Un 96 por 100 destilará al máximo a los 150 grados.

El punto seco no será superior a los 165 grados.

e) *Color.*—Se determinará empleando cualquiera de los colorímetros descritos en el curso de la Memoria, siendo de recomendar el Saybolt o el Lovibond.

f) *Punto relámpago.*—Se empleará el aparato Abel, modificado según explicamos (Cap. III, 2.º grupo, 1.ª parte, núm. 4).

g) *Tensión de vapor.*—Se determinará según cualquiera de los dos métodos descritos (Cap. III, 2.º grupo, 1.ª parte, núm. 8).

h) *Punto de turbidez.*—Este ensayo, que puede tener importancia en vuelos a gran altura, se realizará según el método L. O. 11 de la I. P. T. (Cap. IV, 2.º grupo, 1.ª parte, núm. 5).

Aparte de estos ensayos, será conveniente en ocasiones realizar los conducentes a determinar el grado de pureza de la gasolina, por investigación de los aromáticos y de los no saturados según los métodos explicados en el capítulo I, 2.º grupo, 1.ª parte.

2. **Ensayo de los lubricantes.**—Hay que considerar separadamente los lubricantes para los motores y los em-

pleados para el engrase con vistas a la mejor conservación de los diversos cables de la armadura de los aeroplanos.

Tratándose del engrase de los motores (excepto de los del tipo de cilindros móviles, que requieren aceites especiales) se realizarán las siguientes determinaciones:

a) *Contenido en agua y sedimento.*—Se seguirá el método oficial inglés o americano (Cap. I, 2.º grupo, 1.ª parte, núm. 1, c), o sea por centrifugado. Si no se sospechase la presencia de sedimentos y si sólo la del agua se procederá por destilación, empleando el aparato de Dean y Stark.

b) *Acidez.*—Se seguirá el método explicado al estudiar el ensayo de lubricantes (Cap. II, 2.ª parte, núm. 1).

c) *Residuo de carbono.*—Se aplicará el método de Conradson (Cap. II, 2.ª parte, núm. 15).

d) *Emulsificación y demulsificación.*—Se seguirá como más recomendable el método de la I. P. T. Un buen aceite de engrase para este empleo deberá separarse por completo en la emulsión al cabo de una hora como máximo.

e) *Índice de precipitación.*—Se determinará según el método americano (Cap. II, 2.ª parte, núm. 18). Su valor no deberá ser mayor de 0,5.

f) *Punto relámpago.*—Se determinará en vaso abierto, empleando cualquiera de los aparatos descritos.

g) *Viscosidad.*—Se empleará cualquiera de los viscosímetros descritos.

Como estos aceites deben estar por completo exentos de cualquier producto que no sea derivado del petróleo, se los ensayará según los métodos conocidos para averiguar si existe mezcla de grasas fijas, aceites de resina, asfaltos, etc.

Si se trata de aceites para el engrase y protección de los cables de la armadura del aeroplano, se determinará su viscosidad y se realizará también un ensayo de protección, para lo cual se aplicará una capa a una placa pulida de acero, que se sumerge durante treinta días en una solución al 10 por 100 de sal común.

CAPÍTULO II

ACEITES Y GRASAS EMPLEADAS EN AUTOMOVILISMO

Tenemos que considerar en este capítulo los combustibles empleados para el accionamiento de los motores y los aceites y grasas lubricantes empleados para el engrase de éstos y del resto del mecanismo de los coches.

1. Ensayo de los combustibles para motores.—En automovilismo el principal combustible es la gasolina, aunque se emplea también con alguna frecuencia el benzol, que, aunque causa humos negros en el escape y produce, si no se regula bien la cantidad de aire, depósitos carbonosos en los órganos del motor, presenta la ventaja de proporcionar para el mismo peso un mayor recorrido del coche. Los ensayos a que se deben someter estos combustibles son los siguientes:

a) *Contenido en agua.*—Se operan según hemos indicado en el capítulo anterior.

b) *Acidez.*—Si se trata de una gasolina se seguirá el mismo método que hemos descrito en el capítulo anterior y si se trata de un benzol, habrá que determinar la proporción que contenga de fenoles, que, a más de ser perjudiciales, producen una baja en el rendimiento del motor, siguiendo el método ya descrito (Cap. II, 1.^{er} grupo, 1.^a parte, núm. 2).

c) *Azufre.*—Si se trata de una gasolina se seguirá, bien el método de la bomba calorimétrica, bien el de la lámpara, que es más rápido y fácil de aplicar, siguiendo para ello cualquiera de los métodos de la I. P. T. (Cap. IV, 2.^o grupo, 1.^a parte, núm. 3).

Si se trata de un benzol se aplicará el método de Schenk (Cap. II, 1.^{er} grupo, 1.^a parte, núm. 12) o bien el de la bomba calorimétrica.

d) *Ensayo por destilación.*—Si se trata de una gasolina, se procederá según hemos explicado en el capítulo anterior y si de un benzol, se aplicará el método de Lunge (Cap. II, 1.^{er} grupo, 1.^a parte, núm. 13).

e) *Comprobación del lavado.*—Este ensayo se realizará sólo con el benzol, para comprobar los lavados con sosa y con ácido (Cap. II, 1.^{er} grupo, 1.^a parte, números 7 y 8).

f) *Punto relámpago.*—Se empleará el aparato de Abel, según hemos dicho en el capítulo anterior.

g) *Punto de turbidez.*—Se determinará según hemos dicho en el capítulo anterior; esta determinación es, sobre todo, de gran interés para el benzol que, como se sabe, tiene un punto de congelación bastante alto, de tal modo que en invierno algunas calidades son casi inaplicables al automovilismo, de no emplearse algún medio de caldeo del carburador y de los elementos de circulación.

2. Ensayo de los lubricantes.—Hay que hacer una distinción entre los lubricantes para el motor y los empleados en el engrase de los demás órganos de un automóvil. Los primeros son aceites y los segundos aceites y grasas semisólidas o sólidas.

Los aceites empleados en el engrase de los motores de explosión deben someterse en la generalidad de los casos a los siguientes ensayos:

a) *Contenido en agua.*—Se seguirá el método explicado en los capítulos anteriores.

b) *Acidez.*—Se aplicará el método ya citado (Cap. II, 2.^a parte, núm. 1).

c) *Residuo de carbono.*—Se aplicará el método de Conradson o el de Ramsbottom.

d) *Punto relámpago.*—Se aplicará cualquiera de los aparatos de determinación en vaso abierto.

e) *Viscosidad.*—Se determinará con cualquiera de los aparatos descritos; si se trata de aceites de procedencia

americana, se empleará el Saybolt con el fin de comparar los valores hallados por los dados por los suministradores; si el petróleo es europeo se empleará por la misma razón el Redwood o el Engler.

f) *Punto de cuajado*.—Se aplicará el método de la I. P. T. (Cap. III, 2.^a parte, núm. 7).

g) *Color*.—Se determinará mediante el colorímetro Lovibond o el Unión (Cap. III, 2.^a parte, núm. 2).

h) *Corrosión*.—Se verá si el aceite produce coloración oscura en un trozo de chapa de cobre sumergida en él durante tres horas.

Aparte de estos ensayos, que son los ordinarios, se realizarán, como también hemos indicado en el capítulo anterior, los conducentes a la investigación de los aceites de resina, de los asfaltos y de las grasas fijas, así como del caucho.

En cuanto a los lubricantes del mecanismo de transmisión de los automóviles, si se trata de aceites se practicarán los mismos ensayos que acabamos de describir, salvo la determinación del residuo de carbono, que no es necesaria, y si se trata de grasas consistentes se realizarán los siguientes:

a) *Contenido en agua*.—Se aplicará el método general por destilación (Cap. I, 2.^o grupo, 1.^a parte, núm. 1).

b) *Ensayo de penetración*.—Se empleará el aparato y método de la A. S. T. M. (Cap. IV, 2.^a parte, núm. 13).

c) *Análisis químico de la grasa*.—Se realizarán según los métodos generales explicados en el capítulo IV, segunda parte, determinando principalmente las cenizas, las cargas, el contenido en aceite mineral y las propiedades de éste.

CAPITULO III

ACEITES Y GRASAS EMPLEADOS EN LOS FERROCARRILES

En los laboratorios de las Compañías ferroviarias hay que realizar los ensayos de numerosas calidades distintas de aceites y grasas. Por una parte, los aceites de alumbrado empleados en los coches, en muchas locomotoras, en las lámparas de señales de semáforos y agujas y en las lámparas de mano; por otra parte, los aceites de gas, empleados en el alumbrado también, pero por *gas de aceite*, de muchos coches de modelos modernos; por una tercera, los aceites empleados en el engrase de la parte motriz de las locomotoras, y, finalmente, los aceites y grasas empleados en el engrase de ejes de locomotoras y vagones.

1. **Ensayos de los aceites de alumbrado**.—Los ensayos que se deberán realizar de una manera ordinaria con estos aceites serán los siguientes:

En el caso de los aceites para lámparas de semáforos y demás señales:

a) *Contenido en agua*.—Se aplicará el método por centrifugado (Cap. I, 2.^o grupo, 1.^a parte, núm. 1 c.)

b) *Azufre*.—Se empleará el método de la lámpara en cualquiera de sus variantes modernas (Cap. IV, 2.^o grupo, 1.^a parte, núm. 3).

c) *Flock test*.—Este ensayo se realizará según hemos descrito (Cap. IV, 2.^o grupo, 1.^a parte, 2.^o, núm. 6).

d) *Destilación*.—Se aplicará el método moderno americano o inglés (Cap. III, 2.^o grupo, 1.^a parte, núm. 10).

e) *Punto de turbidez*.—Este ensayo es muy importante tratándose de estos aceites, ya que de su resistencia al frío depende en muchos casos su aplicabilidad. Se realizará

según hemos explicado (Cap. IV, 2.º grupo, 1.ª parte, 2.º, núm. 5).

f) *Punto relámpago*.—Se determinará en el aparato Abel o en cualquiera de sus modificaciones.

g) *Viscosidad*.—Se determinará su valor absoluto, por el ensayo en un viscosímetro de tubo en U, para deducir del valor hallado si el aceite es o no aplicable al empleo en lámparas de semáforo.

h) *Ensayo de combustión*.—Se seguirá el método especial destinado a ensayos de larga duración (Cap. IV, 2.º grupo, 1.ª parte, 2.º, núm. 8).

En el caso de los aceites para alumbrado de coches y locomotoras, se realizarán los mismos ensayos, salvo que tratándose del ensayo de combustión se realizara éste según lo que hemos dicho en el capítulo IV de segundo grupo, primera parte, acerca del ensayo del llamado aceite de foca mineral.

Por último, en el caso de un aceite lampante para ser empleado en lámparas de mano, etc., el ensayo por combustión se realizará según hemos especificado para los aceites lampantes ordinarios, realizándose los demás ensayos según hemos descrito más arriba.

2. Ensayo de los aceites para gas.—El principal y casi único ensayo a realizar es el que da el rendimiento en gas o valor de gasificación (Cap. V, 2.º grupo, 1.ª parte, núm. 5).

3. Ensayo de los lubricantes empleados en la parte motriz de las locomotoras.—Se realizarán los siguientes ensayos:

a) *Azufre, residuo de carbono, contenido en agua*.—Se aplicarán los métodos ya citados en los capítulos anteriores.

b) *Punto relámpago*.—Se empleará el aparato Pensky-

Martens o, mejor aún, cualquiera de los aparatos de copa abierta.

c) *Viscosidad*.—Se empleará cualquiera de los viscosímetros descritos, siendo de recomendar el Redwood.

d) *Punto de enturbiamiento*.—Se determinará según hemos dicho más arriba.

4. Lubrificantes empleados en el engrase de ejes.—Se realizarán los ensayos tantas veces citados de determinación del agua, residuo de carbono, azufre, viscosidad, punto relámpago, punto de turbidez, etc., y además se realizará el ensayo de determinación del punto de cuajado (Cap. III, 2.ª parte, núm. 7).

Si se trata de una grasa consistente, se realizará el análisis general de la misma, además de los ensayos ya descritos en otro capítulo.

En todos los casos los ensayos que acabamos de enumerar son los realizables en una marcha ordinaria. En casos de dudas, o para el examen de grandes partidas, se realizarán también los ensayos químicos conducentes a determinar la pureza del aceite o grasa y a la investigación de las adiciones extrañas.

FIN

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de octubre de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Hulla..... | 431.158 |
| Antracita..... | 521 |
| TOTAL..... | 431.679 |

Coque..... 11.916 toneladas.
 Aglomerados..... 14.458 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.537 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 80 |
| Lignito..... | 10.823 |
| TOTAL..... | 10.903 |

Producción de coque: toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 36.528 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 20.891 |
| Antracita..... | 9.343 |
| TOTAL..... | 30.234 |

Agglomerados..... 7.222 toneladas.
 Coque..... 3.500 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 999 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 70.873 |
| Antracita..... | 9.343 |
| TOTAL..... | 80.216 |

Agglomerados..... 14.026 toneladas.
 Coque..... 112 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|---------------|
| Hulla..... | 19.899 |
| Antracita..... | 11.863 |
| TOTAL..... | 30.762 |

Agglomerados..... 17.605 toneladas.
 Coque..... —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.514 |
| Coque de gas..... | 346 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 14.100 |
| Aglomerados de hulla... | 7.528 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 10.686 |

Valencia

| | |
|------------------------|-----------------|
| Coque metalúrgico..... | 6.227 toneladas |
|------------------------|-----------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|---------------|
| Aglomerados de hulla..... | 176 toneladas |
|---------------------------|---------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|------------------|
| Coque..... | 17.633 toneladas |
| Aglomerados..... | 3.774 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | » |
| Lignito..... | 4.211 |
| TOTAL..... | 4.211 |

Aglomerados..... » toneladas.
Coque de gas..... 382 —

Producción de combustibles durante los meses de enero a octubre de 1931

| | Meses anteriores | Octubre | TOTAL |
|------------------------|------------------|-----------|-----------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 420.769 | 46.212 | 466.981 |
| Hulla..... | 5.032.885 | 593.529 | 5.626.414 |
| Lignito..... | 264.217 | 30.770 | 294.987 |
| TOTAL..... | 5.717.871 | 670.511 | 6.388.382 |
| Coque metalúrgico..... | 476.895 | 40.116 | 517.011 |
| Aglomerados..... | 565.001 | 64.789 | 629.790 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a octubre de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Octubre | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|------------|------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero) .. | 2.012.949 | 164.556 | 2.177.505 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 136.265 | 14.153 | 150.418 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 556.933 | 25.700 | 582.633 |
| Otros tipos..... | 426.270 | 54.436 | 480.706 |
| TOTAL..... | 3.132.417 | 258.845 | 3.391.262 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 22.107.058 | 1.690.440 | 23.797.498 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 4.250.742 | 504.567 | 4.755.309 |
| Gasolinas y similares..... | 1.884.855 | 329.991 | 2.214.846 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Martínez Campos, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de octubre de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|------------------------------------------|------------------|
| Almería | 20.825 |
| Badajoz | » |
| Coruña (Galicia) | 2.198 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra | 2.605 |
| Granada-Málaga | 12.850 |
| Huelva | » |
| Jaén | 100 |
| Murcia | 4.128 |
| Oviedo | 3.905 |
| Santander | 19.801 |
| Sevilla | 9.259 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel | 22.411 |
| Vizcaya | 107.815 |
| Zaragoza | » |
| TOTAL | 205.897 |
| Meses anteriores | 2.574.091 |
| TOTAL A LA FECHA | 2.779.988 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANESO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANESO |
|----------------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona | » | 2.186 | » | » | » |
| Coruña | » | » | 73.150 | 125.810 | » |
| Guipúzcoa | 939 | 1.009 | » | » | » |
| Oviedo | 5.840 | 7.573 | » | » | » |
| Santander | 3.338 | 2.745 | » | » | » |
| Sevilla | » | » | » | » | » |
| Valencia | 6.345 | 3.041 | » | » | » |
| Vizcaya | 16.218 | 23.890 | » | » | » |
| TOTAL | 32.680 | 40.444 | 73.150 | 125.810 | » |
| Meses anteriores | 407.086 | 498.094 | 9.486.131 | 2.945.870 | 1.648.100 |
| T. A LA FECHA | 439.766 | 538.538 | 9.559.281 | 3.071.680 | 1.648.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|-------------------------------|---------------|--------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería | » | » |
| Badajoz | » | » |
| Barcelona-Lérida | 408 | » |
| Ciudad Real | » | » |
| Córdoba | » | 154 |
| Guipúzcoa | » | 650 |
| Murcia | 611 | » |
| Oviedo | » | 674 |
| Santander | 6.697 | » |
| TOTAL | 7.716 | 1.478 |
| Meses anteriores | 90.337 | 7.801 |
| TOTAL A LA FECHA | 98.053 | 9.279 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL | METAL | | | |
|------------------------|------------------|---------------------|----------------------|---------------------------|------------------------|
| | Toneladas | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba .. | » | » | » | 727.590 | » |
| Huelva ... | 206.301 | 1.620.498 | » | » | » |
| Murcia ... | » | » | » | » | » |
| Oviedo ... | » | » | 79.530 | 42.742 | » |
| Sevilla ... | » | » | » | » | 16.000 |
| TOTAL .. | 206.301 | 1.620.498 | 79.530 | 770.332 | 16.000 |
| Meses anteriores | 2.225.842 | 11.643.500 | 395.591 | 6.299.576 | 160.000 |
| T. FECHA .. | 2.432.143 | 13.263.998 | 475.121 | 7.069.908 | 176.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|-------------------------------|--------------|
| Huelva | 489 |
| Oviedo | 68 |
| TOTAL | 557 |
| Meses anteriores | 7.606 |
| TOTAL A LA FECHA | 8.163 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|----------------|----------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería..... | 1 | » |
| Badajoz..... | 389 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona . . | 186 | » |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 429 | » |
| Córdoba..... | 2.200 | 3.048 |
| Granada-Málaga | 141 | 1.649 |
| Guipúzcoa | 15 | » |
| Jaén..... | 4.776 | 2.048 |
| Murcia..... | 1.318 | 3.622 |
| Santander..... | 478 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 9.933 | 10.367 |
| Meses anteriores..... | 92.925 | 92.386 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 102.858 | 102.753 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|------------------------------|---------------|
| | Kilogramos |
| Granada-Málaga..... | 625 |
| Jaén..... | » |
| Córdoba..... | 2.218 |
| TOTAL..... | 2.843 |
| Meses anteriores..... | 24.896 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 27.739 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se nombra Ayudante Principal a D. José Silvarriño González.

Se destina al Distrito minero de Zaragoza a D. José Pérez Salado.

Se destina a la Escuela de Capataces facultativos de Minas de Linares a D. Andrés Cassinello Barroeta.

Idem a la Escuela de Capataces facultativos de Minas de Linares al Ayudante Principal D. Manuel Alvarez González.

Se nombra Jefe de la Sección de Combustibles a D. Luis Gamboa Robles.

Se jubila al Inspector general, Presidente de Sección, D. José Revilla Aya.

Se destina a la Escuela de Huelva al Ingeniero 3.º don Joaquín M.ª Trillo Figueroa y Berriozabal.

Fallece el Ayudante Principal D. José Ruiz Celorrio.

Se nombra Jefe del Distrito minero de Oviedo al Ingeniero Jefe de 1.ª clase D. Benito Suárez Casaprin.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de noviembre de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Cámaras oficiales mineras.

Concesiones mineras tituladas en el mes de noviembre de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-----------|--------------------------------|-------------------------------------|-------------------|------------------------------|------------------------------------------|
| Almería | Almería y Huércal de Almería. | Santa Cecilia..... | Azufre..... | 100 | D. Manuel López Rueda. |
| Idem | Gádor..... | Mi Hermana..... | Idem..... | 5 | » Antonio Ruiz García. |
| Idem | Idem..... | 2. ^a Demasia a Luisiana. | Idem..... | 14,984 | Sdad. Minera Tigen, S. A. |
| Idem | Idem..... | Los Angeles..... | Idem..... | 140 | D. Francisco Clemente Baeza. |
| Idem | Roquetas y Enix..... | Catania..... | Idem..... | 112 | Idem. |
| Idem | Arboleas..... | San Manuel..... | Hierro..... | 42 | D. José A. Martínez Sánchez. |
| Idem | Níjar..... | Avatar..... | Oro..... | 14 | » Manuel García del Pino. |
| Idem | Idem..... | Justa Providencia..... | Idem..... | 4 | » Eusebio Buendía Córdoba. |
| Idem | Cuevas y Vera..... | Virgen del Mar..... | Petróleo..... | 611 | » Manuel Laynez Taramelli. |
| Idem | Garrucha y Vera..... | Javier..... | Idem..... | 75 | Petróleos de Almería, S. A. |
| Idem | Mojácar..... | Fernando..... | Idem..... | 82 | Idem. |
| Idem | Mojácar y Vera..... | Pilar..... | Idem..... | 125 | Idem. |
| Idem | Mojácar..... | Néuquen..... | Idem..... | 144 | D. Manuel Laynez Taramelli. |
| Idem | Mojácar y Vera..... | Tampico..... | Idem..... | 179 | Idem. |
| Idem | Mojácar..... | Texas..... | Idem..... | 264 | Idem. |
| Idem | Mojácar y Vera..... | Rivadavia..... | Idem..... | 144 | Idem. |
| Idem | Vera..... | Rufino..... | Idem..... | 65 | Petróleos de Almería, S. A. |
| Idem | Idem..... | Buena Voluntad..... | Idem..... | 265 | D. José Martínez Ruiz. |
| Idem | Idem..... | Plus Ultra..... | Idem..... | 500 | » Manuel Laynez Taramelli. |
| Idem | Idem..... | Virgen del Pilar..... | Idem..... | 298 | Idem. |
| Huelva | La Granada..... | 2. ^a Demasia a La Peña. | Pirita de hierro. | 5,7597 | Sdad. The Peña Copper Mines Ltd. |
| Idem | Nerva..... | 3. ^a Demasia a La Peña. | Idem..... | 6,9497 | Idem. |
| Idem | Zalamea..... | Idem..... | Idem..... | 8 | Idem. |
| Idem | Idem..... | La Primera..... | Idem..... | 60 | Idem. |
| Idem | Loarre..... | Mercedes..... | Hulla..... | 20 | D. Victoriano Coarasa. |
| Lérida | Os de Civís..... | M. ^a Luisa Mazantini.. | Hierro..... | 20 | D. Eladio de Ceano Vivas. |
| Idem | Idem..... | M. ^a Luisa Matz..... | Idem..... | 32 | Idem. |
| Idem | Tuixent..... | Josefina..... | Lignito..... | 32 | D. José Vila Tarrés. |
| Idem | Gósol..... | Rosa..... | Idem..... | 8 | Idem. |
| Idem | Tuixent..... | María Vila..... | Idem..... | 18 | Idem. |
| Idem | Civís..... | Teresa..... | Hierro..... | 27 | D. ^a Teresa Soriano Villalba. |
| Idem | Idem..... | Pascualina..... | Idem..... | 27 | Idem. |
| Idem | San Lorenzo Morúnys. | Marta..... | Salas potásicas. | 1,040 | D. Félix Martorell Foch. |
| Málaga | Archidona..... | Sorpresa..... | Hierro..... | 25 | Oxidos Rojos de Málaga, S. A. |
| Idem | Idem..... | Constante..... | Idem..... | 12 | Idem. |
| Idem | Idem..... | Tres Palomas..... | Idem..... | 13 | Idem. |
| Oviedo | Lena..... | Pelagia..... | Cinabrio..... | 20 | D. Cayetano González Alvarez. |
| Idem | Peñamellera Alta..... | Garrechea 3. ^a | Cobalto..... | 10 | » Antonio Garre Rex. |
| Idem | Idem..... | Idem 4. ^a | Idem..... | 16 | Idem. |
| Idem | Cabrales..... | Carmina..... | Hierro..... | 40 | D. José M. ^a Guerra Valdés. |
| Idem | Cangas de Onís y Onís. | Riegaseca..... | Idem..... | 20 | D. Constantino F. San Julián. |
| Idem | Villaviciosa..... | La Escondida..... | Idem..... | 18 | » P. Francisco Blanco y Tejerina. |
| Idem | Labiana..... | Navaliega..... | Hulla..... | 21 | » José María León Zapico. |
| Idem | Langreo..... | María Conchita..... | Idem..... | 8 | » José Rodríguez Roza. |
| Idem | Idem..... | Abundante..... | Idem..... | 10 | Sdad. Metalúrgica Duro Felguera. |
| Idem | Idem..... | Demasia a Rodolfa..... | Idem..... | 2,91 | Idem. |
| Idem | Lena..... | María Luisa..... | Idem..... | 6 | D. Benito Martínez González. |
| Idem | Idem..... | María Josefa..... | Idem..... | 24 | Idem. |
| Teruel | Alcaine..... | Marina..... | Carbón..... | 17 | D. José Gil Peña. |
| Idem | Belmonte y La Cerollera..... | Anitorgis A..... | Idem..... | 72 | » Enrique Gosálvez Fuentes. |
| Idem | Escucha..... | Demasia a Paulina..... | Idem..... | 1,10 | » Julio García Argüelles. |
| Idem | Peñarroya..... | Wotan A..... | Idem..... | 65 | » Enrique Gosálvez Fuentes. |
| Idem | Mazanera-Torrijas y Arcos..... | Eureka..... | Petróleo..... | 724 | Industrial Fiduciaria, S. A. |
| Valencia | Gandía..... | San Félix..... | Salas alcalinas | 4 | D. Félix Pastor Benavent. |
| Idem | Alfarp y Llombay..... | La Protectora..... | Idem..... | 23 | » Salvador Juanes Corberá. |

1030

1031

Catastro minero.

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro minero de las provincias de Almería, Huelva, Huesca, Lérida, Málaga, Oviedo, Teruel y Valencia.

Legislación



MINISTERIO DE FOMENTO

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Personal.

Anunciando hallarse vacantes las plazas de Ingeniero e Ingeniero subalterno en la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Distrito minero de Huelva, respectivamente. ("Gaceta" del 3.)

Vacante una plaza de Ingeniero en la Escuela de Capataces facultativos de Minas de Huelva,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provisión de la misma entre Ingenieros de Minas, Jefes o subalternos, en servicio activo, de conformidad con lo dispuesto en la Orden ministerial de 24 de agosto último. (*Gaceta* del 26.)

Los aspirantes a la referida vacante lo solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general durante el plazo de veinte días hábiles, a contar del siguiente al de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, por el conducto reglamentario de sus Jefes, y expirando dicho plazo a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 29 de octubre de 1931.—El Director general,
F. Gordón Ordás.

* * *

Vacante una plaza de Ingeniero subalterno del Cuerpo de Minas en el Distrito minero de Huelva,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provi-

sión de la misma entre Ingenieros del citado Cuerpo y categoría, en servicio activo, de acuerdo con lo que dispone la Orden ministerial de 24 de agosto último (*Gaceta* del 26.)

Los aspirantes a la referida vacante lo solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general durante el plazo de veinte días hábiles, por el conducto reglamentario de sus Jefes, a contar del día siguiente al de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y expirando el mismo a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 29 de octubre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

Disponiendo que los importadores de hulla inglesa que deseen acogerse al beneficio de reducción de derechos arancelarios habrán de presentar en este Ministerio, dentro del mes actual, instancia con los datos que se indican y con arreglo al modelo que se inserta. ("Gaceta" del 4.)

Los importadores de hulla inglesa comprendidos en los grupos A), B) y C) que determina el Real decreto de Hacienda de 26 de noviembre de 1929, que deseen acogerse al beneficio de reducción de derechos arancelarios durante el noveno año de vigencia del Tratado de Comercio y Navegación con la Gran Bretaña, según previene el Real decreto antes citado, y la Real orden número 364 del Ministerio de Fomento, de 16 de noviembre de 1929, habrán de presentar en el Ministerio de Fomento, dentro del próximo mes de noviembre y a partir del día 6, instancia declaratoria de la cantidad de hulla inglesa importada desde el día 6 de noviembre de 1930 hasta el 5 de noviembre del corriente año, incluidas ambas fechas, así como la cantidad de carbón nacional recibido en igual período, ajustando las declaraciones a los modelos que figuran a continuación.

Las Empresas de transportes ferroviarios y marítimos que deseen ser clasificadas en el grupo B), deberán justificar, mediante certificación de las Autoridades correspondientes, la reducción de tarifas aprobadas para el transporte de carbón nacional y las cantidades del mismo transportadas con arreglo a la tarifa reducida.

Lo que se pone en conocimiento de los interesados, a título de recordatorio, previniéndoles que serán desestimadas las instancias que presenten después de transcurrido el plazo reglamentario. Madrid, 28 de octubre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

Modelo que se cita.

Excmo. Sr.:, inscrito en la matrícula de la contribución industrial y de comercio como importador de hulla inglesa, comprendido en el grupo de los señalados en el Real decreto del Ministerio de Hacienda, número 9.522, de 26 de noviembre de 1929, en cumplimiento de lo dispuesto en dicho Real decreto y en las Reales órdenes para su aplicación números 919 y 364, dictadas, respectivamente, por el Ministerio de Hacienda en 2 de diciembre de 1929, y por el de Fomento en 16 de los mismos mes y año, tiene la honra de acudir ante V. E. en

Declaración de las cantidades de hulla inglesa importada durante el año de vigencia del Tratado Comercial con Inglaterra, o sea desde el 6 de noviembre de 19. al 5 de noviembre del año actual, así como de las partidas de carbones nacionales recibidas durante el mismo período, a los efectos de la devolución del cuarenta por ciento de los derechos arancelarios satisfechos por la importación de las cantidades de hulla declaradas.

Aduana de Hulla inglesa

| DECLARACIONES DE ADUANAS | | NOMBRE DEL BUQUE | PUERTO DE PROCEDENCIA | TONELADAS |
|--------------------------|--------|------------------|-----------------------|-----------|
| Fecha | Número | | | |

(Detalle de las partidas.)

Carbones nacionales Por vía marítima

| FECHA DE LLEGADA | NOMBRE DEL BUQUE | PUERTO DE PROCEDENCIA | TONELADAS |
|------------------|------------------|-----------------------|-----------|
|------------------|------------------|-----------------------|-----------|

(Detalle de las partidas.)

Por vía terrestre

| FECHA DE RECEPCIÓN | MINA O PROVEEDOR | FERROCARRIL QUE EFECTUÓ EL TRANSPORTE | NÚMERO DE LA EXPEDICIÓN | TONELADAS |
|--------------------|------------------|---------------------------------------|-------------------------|-----------|
|--------------------|------------------|---------------------------------------|-------------------------|-----------|

(Detalle de las partidas.)

TOTALES... { Hulla inglesa..... toneladas
 Carbones nacionales..... toneladas

..... de de 19.....

Señor Ministro de Fomento. (Sección de Combustibles.)

Orden disponiendo quede constituida por los Ingenieros de Minas que se mencionan, y con destino a la Sección de Combustibles, la Comisión investigadora creada por el artículo 6.º del Decreto de 1.º de octubre próximo pasado. ("Gaceta" del 4.)

Ilmo. Sr.: Para dar cumplimiento a lo dispuesto en el artículo 6.º del Decreto de 1.º de octubre, este Ministerio ha acordado:

1.º Que la Comisión investigadora creada en el mencionado artículo quede constituida por los Ingenieros de Minas D. José Antonio López Mateos y Coello y D. Gustavo Morales y de las Pozas, con destino a la Sección de Combustibles.

2.º Que cuantas personas deseen aportar datos y antecedentes relacionados con el cometido confiado a la expresada Comisión por el Decreto mencionado, podrán comparecer ante la misma por escrito, en plazo que termina el día 10 de noviembre.

3.º Que la expresada Comisión investigadora habrá de emitir su informe y entregarlo al Comité ejecutivo de Combustibles antes de 1.º de diciembre próximo.

Madrid, 29 de octubre de 1931.—P. d., *Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Orden aprobando el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bélmez. ("Gaceta" del 24.)

Ilmo. Sr.: Visto el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bélmez, formulado con arreglo a lo preceptuado en el artículo 4.º del Real decreto núm. 2.506 de 13 de noviembre de 1930:

Vistos los informes favorables emitidos por la Junta de

Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas y el Consejo de Minería,

Este Ministerio ha tenido a bien aprobar el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bélmez, que a continuación se inserta.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 18 de noviembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

ESCUELA DE CAPATACES FACULTATIVOS DE MINAS Y FÁBRICAS METALÚRGICAS DE BÉLMEZ (CÓRDOBA)

Reglamento y Plan de estudios.

CAPÍTULO PRIMERO

OBJETO DE LA ESCUELA

Artículo 1.º La Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bélmez continuará instalada en el local que se halla destinado actualmente para la enseñanza de Maestros mineros y dispondrá de todo el material y enseres con que la misma cuenta.

Art. 2.º Gozará la Escuela de Capataces de capacidad jurídica para adquirir, poseer y administrar sus bienes bajo la inspección directa de su Junta de Profesores y la del Director de la Escuela especial de Ingenieros de Minas, pudiendo, por lo tanto, aceptar fondos para becas, obven-ciones escolares, material y cualquier género de legados o donaciones a los fines docentes que le están encomendados.

Art. 3.º Proporcionará las enseñanzas necesarias para adquirir el título de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Primer curso.

Art. 4.º Las enseñanzas de la Escuela se distribuirán en la forma siguiente:

Aritmética, Nociones de Contabilidad minera y Tene-duría de libros, Geometría, Nociones de Física y Química, de Mineralogía, Dibujo a pulso de croquis y Ejercicios prácticos.

Segundo curso.

Elementos de Mecánica y Trazados, Nociones de Topo-grafía, de Laboreo, Legislación social, Nociones de Meta-lurgia y Siderurgia, Dibujo a pulso de croquis y Ejercicios prácticos.

Tercer curso.

Algebra, Trigonometría y Nociones de Geometría des-criptiva, Física, Química, Mineralogía, Topografía y Trans-portes, Dibujo topográfico y Trabajos prácticos.

Cuarto curso.

Mecánica con elementos de construcción, Electricidad, Geología, Laboreo de minas, Preparación mecánica de las menas, Metalurgia general, Dibujo de máquinas y hor-nos y Trabajos prácticos.

Art. 5.º La extensión con que han de estudiarse las materias antes expresadas se señalarán en programas for-mados por los respectivos Profesores que, una vez acor-dado por la Junta de Profesores de esta Escuela, se remiti-rán al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas para su aprobación.

CAPÍTULO II

CONDICIONES PARA INGRESAR EN LA ESCUELA

Art. 6.º Para ingresar en la Escuela se necesita:

- 1.º Solicitarlo del Subdirector, dentro del plazo señalado en la convocatoria.
- 2.º Acompañar a la solicitud certificaciones que acrediten la buena conducta.
- 3.º No padecer defecto físico que impida trabajar.
- 4.º Haber cumplido diez y seis años antes del 1.º de octubre del año de ingreso.
- 5.º Ser obrero de minas, fábricas o talleres, relacionados con la industria minerometalúrgica, lo que acreditará con certificado de la Dirección del centro de trabajo donde preste o haya prestado sus servicios.

Art. 7.º Los exámenes de ingreso tendrán lugar en los meses de junio y septiembre.

CAPÍTULO III

Art. 8.º Las asignaturas que integran la enseñanza se distribuirán según determine el siguiente cuadro, dedicándose a cada una de ellas, por lo menos, el número de clases que en el mismo se indica.

Primer curso.

Aritmética, Nociones de Contabilidad minera, Teneduría de libros y Geometría, 60.

Nociones de Física, Química y Mineralogía, 35.

Dibujo (dos horas de clase), 30.

Segundo curso.

Elementos de Mecánica y Trazados, 30.

Nociones de Laboreo de minas, Topografía y Legisla-

ción social, comprendiendo: Código de Trabajo, Retiro Obrero y disposiciones recientes de carácter general obrero, 60

Nociones de Metalurgia y Siderurgia, 30.

Dibujo (dos horas de clase), 30.

Tercer curso.

Álgebra, Trigonometría y Nociones de Geometría descriptiva, 50.

Física, Química y Mineralogía, 30.

Topografía y Transportes, 40.

Dibujo (dos horas de clase), 30.

Cuarto curso.

Elementos de Mecánica aplicada, Construcción y Electricidad, 40.

Geología, Laboreo y Preparación mecánica de las menas, lavaderos de carbón, sistema de concentración por flotación, 50.

Metalurgia general. Idem especial del plomo, cinc, cobre y plata, 30.

Dibujo (dos horas de clase), 30.

Art. 9.º Dentro del curso, y cuando la extensión de las asignaturas permitan abarcar gran parte del mismo, se distribuirán éstas en un número fijo de clases semanales, explicándose las asignaturas más breves en los períodos restantes y siempre que fuera posible, procurando que su orden se acomode a la conveniencia de estudios.

Art. 10. El Subdirector, con la Junta de Profesores, están autorizados para que exceda el número de clases del minimum señalado, siempre que lo considere oportuno.

Art. 11. Todos los cursos empezarán el 1.º de octubre y concluirán el 30 de mayo, verificándose en junio los exámenes correspondientes. También habrá exámenes en septiembre para los alumnos que hayan sido suspendidos en

los exámenes de junio o que no hubieran podido presentarse en los mismos.

Art. 12. Los Tribunales se constituirán con Profesores de la Escuela y un Ingeniero de Minas por cada Tribunal, que sea Director de Minas o esté al servicio de una Empresa industrial, haciendo el nombramiento el Subdirector de la Escuela, previo acuerdo con el interesado, y publicación del Tribunal así constituido en la tablilla de anuncios, no pudiendo ser substituido el Ingeniero de Minas afecto al Tribunal mas que por un Profesor de la Escuela.

Art. 13. Si por cualquier circunstancia no se hubiese dado el número mínimo de clases que previene el Reglamento, se prolongará el curso en lo que fuese necesario.

Art. 14. Las prácticas de campo en los dos últimos cursos consistirán, para el tercer año, en el levantamiento de planos, nivelaciones y trazados relacionados con trabajos topográficos; para el cuarto, en trabajos mineros de preparación mecánica, instalaciones eléctricas, de beneficios, obras en construcción y talleres mecánicos.

Art. 15. Terminados los exámenes de cada asignatura, el Tribunal calificará a los alumnos con las notas de sobresaliente, muy bueno, bueno y suspenso (si el examen ha sido en junio), o desaprobado (si ha sido en septiembre), y extendiéndose de ello una relación que firmarán todos los Vocales, teniendo en cuenta, además de los resultados de los ejercicios, las notas obtenidas durante el curso y el número de faltas.

Art. 16. Para pasar al año siguiente será condición indispensable la aprobación de las asignaturas que constituyen el curso seguido y la aprobación de los ejercicios prácticos que los Profesores correspondientes hubieran impuesto.

Art. 17. Los alumnos que por cambio de residencia quisieran continuar sus estudios en otra Escuela de Capataces, lo solicitarán del Subdirector de ésta acompañando

a la instancia certificación de estudios aprobados, en vista de los cuales el Subdirector elevará su informe proponiendo la posibilidad y forma de adaptación y plan de estudios de la nueva Escuela al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas para que resuelva lo que proceda.

Art. 18. Para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas se precisan las condiciones siguientes:

A) Ser español.

B) Haber efectuado durante seis meses, después de terminados los estudios, prácticas individuales de permanencia en minas, a las órdenes de un Ingeniero, lo que acreditará con los correspondientes certificados.

C) Presentar en la Escuela una Memoria descriptiva de la mina o de la fábrica en las que hicieron las prácticas, que comprenderá la descripción de los criaderos, los métodos de explotación que se empleen, detalles de los servicios de extracción y desagües, y las principales particularidades del establecimiento de que se trate. La entrega de este trabajo se hará en la Escuela, mediante recibo.

D) Sufrir un examen ante tres Profesores de la Escuela, que formarán Tribunal, dando las explicaciones y ampliaciones sobre el contenido de la Memoria a que se refiere anteriormente; a este fin se constituirá el referido Tribunal en la fecha que fije el Subdirector, pero siempre dentro de los quince días siguientes a la presentación de la Memoria, si ésta se ha efectuado desde el 1.º de octubre al fin de los exámenes de junio o, en otro caso, dentro de la primera quincena de octubre.

Art. 19. Los títulos de Capataz facultativo a que se refiere el artículo anterior serán expedidos por el Director general de Minas y Combustibles, en vista de la propuesta que elevará el Subdirector por conducto del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, con remisión de las notas de calificación.

CAPÍTULO IV

DE LOS PROFESORES

Art. 20. La enseñanza será desempeñada por los Ingenieros de Minas destinados oficialmente a la misma. Cuando en la plantilla de la Escuela figure algún Ayudante facultativo, éste coadyuvará a la labor docente, prestando el concurso que le señale la Junta de Profesores, de lo cual se dará conocimiento al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

Art. 21. La dirección de la Escuela corresponde al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, desempeñando el cargo de Subdirector el Ingeniero más antiguo, y el de Secretario el Ingeniero más moderno o el Ayudante, si así se dispusiese.

Las obligaciones de los Profesores son:

A) Dar las lecciones orales y de aplicación y dirigir los ejercicios prácticos de las asignaturas que tengan a su cargo con sujeción a los programas aprobados.

B) Concurrir a la Junta y demás actos de servicio, ayudando a su Director en cuanto concierne al mantenimiento del régimen y disciplina de la Escuela.

C) Pasar a Secretaría parte en que se exprese el número y objeto de la lección, las faltas y censura de los alumnos.

D) Constituir los Tribunales de examen y calificar sus ejercicios.

E) Todas las demás que consigna este Reglamento.

Art. 22. Disfrutarán los Profesores de las vacaciones reglamentarias sin que, a juicio de la Junta de Profesores, queden desatendidos los servicios.

Art. 23. El cargo de Profesor será compatible con cualquier ocupación del Ingeniero de Minas que no impida los días prefijados la asistencia a clase o a alguno de los

ejercicios de la enseñanza establecidos en este Reglamento.

Art. 24. Los Profesores con el Secretario, presididos por el Subdirector, constituyen la Junta de Profesores, a la que corresponde:

A) Discutir y aprobar para elevarlos a la Superioridad los programas de las materias que son objeto de la enseñanza de la Escuela.

B) Acordar la distribución de los fondos dedicados a la enseñanza y examinar y aprobar las cuentas.

C) Formar el plan de trabajos prácticos señalados en este Reglamento para los alumnos y el horario para las clases orales y prácticas.

D) Acordar, para que sean sometidos a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, la distribución de los días señalados para dar clases, así como las horas de las mismas, combinando días y horas del mejor modo posible, a fin de que los alumnos puedan asistir con el menor perjuicio de sus tareas ordinarias.

E) Todas las demás que la confiera este Reglamento.

CAPÍTULO V

DEL SUBDIRECTOR

Art. 25. Corresponde al Subdirector:

a) Cuidar de la exacta observancia del Reglamento y de que se cumplan las órdenes de la Superioridad.

b) Dictar las disposiciones que estime oportuno para la buena marcha y disciplina de la Escuela.

c) Presidir la Junta de Profesores, hacer que se cumplan sus acuerdos y consultar cuanto crea conveniente con el Director.

d) Proponer al Director cuanto estime conveniente para el buen régimen de la Escuela y mejoras en el servicio.

e) Rendir al Director un parte mensual de clases dadas por los Profesores, así como el resultado de los exámenes de junio y septiembre y relación de los alumnos matriculados cada año.

f) Ejercer la función de Ordenador de pagos, sometiendo a la aprobación de la Junta las cuentas de todos los ingresos y gastos que tenga la Escuela, rindiendo a la Superioridad las que correspondan conforme a las disposiciones que rigen a la materia.

CAPÍTULO VI

DEL SECRETARIO

Art. 26. Además de las clases que le puedan corresponder, el Secretario tendrá a su cargo la organización y dirección de cuantos registros y documentos pertenecen a la Secretaría de la Escuela, siendo del mismo las obligaciones siguientes:

a) Redactar la correspondencia oficial, rubricando al margen las comunicaciones que ha de firmar el Subdirector.

b) Expedir las certificaciones sobre todo género de actos del servicio de la Escuela, que someterá al visado del Subdirector.

c) Cuidar de los archivos, guardando en ellos ordenadamente toda la documentación de la Escuela.

d) Llevar los libros que se anotan a continuación.

e) Inspeccionar y comprobar anualmente con el Subdirector el inventario general de la Escuela.

f) Todas las obligaciones que consigna este Reglamento.

Art. 27. El Secretario llevará los libros siguientes:

Un libro de matriculas, con los antecedentes necesarios para la debida identificación de cada alumno. Otro, donde

conste el historial académico de los mismos. Otro, en que copien las comunicaciones oficiales recibidas. Otro, donde se consignen los documentos que han salido de la Escuela. Libros de actas de las Juntas de Profesores celebradas. Y otro para copiar los resúmenes mensuales de los partes de clases que se envíen al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

CAPÍTULO VII

DE LOS ALUMNOS

Art. 28. Las obligaciones de los alumnos son:

a) Dar conocimiento a Secretaría de las señas de su domicilio a principio de cada curso y cuantas veces varien de residencia.

b) Cumplir estrictamente todas las disposiciones emanadas del Subdirector, Ingenieros y Ayudantes afectos a la Escuela en lo que atañe a los deberes de los alumnos, al orden de las clases y al régimen de la enseñanza.

c) Indemnizar los desperfectos que causen en el material de enseñanza que manejen por incuria o mal trato.

d) Las demás impuestas en este Reglamento.

Art. 29. La asistencia a las clases es obligatoria. El alumno que durante el año cometa faltas de asistencia cuya suma parcial en cada asignatura sea el 20 por 100 del número de clases dadas en ella, perderá el derecho de ser examinado en ella en junio. Si el número de faltas es mayor al 25 por 100 de clases, tampoco podrá examinarse en septiembre.

Art. 30. No obstante lo dispuesto en el anterior artículo, podrán elevarse las cifras citadas al 25 y 30 por 100, respectivamente, cuando en concepto de la Junta de Profesores y previa solicitud del interesado quede justificado que las faltas se han cometido por motivo totalmente independiente de la voluntad del alumno.

Art. 31. En el caso de que las faltas dependiesen del servicio militar, y previa justificación, la Junta de Profesores acordará si cabe proponer un límite mayor o si procede en justicia imponer la suspensión de estudios.

Art. 32. La asistencia durante un curso no eximirá al alumno de la obligación de asistir en el curso siguiente a las clases de las asignaturas que no hubiere aprobado, en las mismas condiciones de los que cursen por primera vez, salvo lo que se dispone en el artículo siguiente.

Art. 33. Los alumnos que hubiesen aprobado todas las asignaturas de primero, segundo y tercer año, menos una, podrán cursar el siguiente, con la condición indispensable de aprobar antes que las de éste la asignatura pendiente.

Art. 34. Los alumnos están sujetos a correcciones disciplinarias cuando falten a lo dispuesto en este Reglamento, así como a la subordinación y compostura.

Art. 35. Estas faltas se corregirán según su gravedad:

Con reprensión privada o pública. Con trabajos extraordinarios, que consistirán en la ejecución de trabajos gráficos o analíticos en plazos determinados y a horas distintas de las señaladas para las clases, con pérdida de examen de junio y con expulsión de la Escuela.

Art. 36. La primera y segunda corrección se podrá imponer por el Subdirector o por los Profesores. La tercera y cuarta, por el Subdirector, previo acuerdo de la Junta de Profesores. La quinta corrección, por el Director, previa propuesta de la Junta de Profesores de la Escuela.

Art. 37. Durante el curso deberán los alumnos contestar a las preguntas que el Profesor les dirija en las clases orales, y ejecutar los ejercicios que les señale para las clases de aplicación.

Art. 38. Las explicaciones que den los alumnos en clase cuando fueren preguntados, y el aprovechamiento que demuestren en los exámenes, así como en las Memorias y demás trabajos, serán juzgados por los Profesores

respectivos con puntos comprendidos entre 0 y 20, indicando el 10 el número de puntos necesarios para la aprobación.

Art. 39. El alumno que no pueda obtener la aprobación de alguna asignatura durante tres cursos, será excluido de la Escuela.

Art. 40. Los alumnos podrán interrumpir la continuidad en los estudios a que se refieren los artículos anteriores cuando sea por enfermedad o cualquier otra causa, no estén en situación de proseguir un curso comenzado o de comenzar los sucesivos. Cuando así ocurra, podrán solicitar y obtener la suspensión de estudios, sin que se considere perdido el curso empezado.

Art. 41. Para que cese la suspensión de estudios, bastará con que el interesado solicite la continuación de ellos antes del 1.º de octubre.

CAPÍTULO VIII

DEL CONSERJE

Art. 42. El Conserje estará a las inmediatas órdenes del Subdirector, y su nombramiento se efectuará por el Director general de Minas y Combustibles.

Art. 43. Es el encargado responsable del aseo y custodia de la Escuela y de los objetos que encierra. A ser posible, deberá habitar en la misma y permanecer en ella durante las horas que se le señale.

Art. 44. Al tomar posesión de su destino se formará por duplicado un inventario general de todos los enseres y objetos contenidos en el establecimiento y se hará cargo de ellos, conservando en su poder un ejemplar y archivándose el otro. Los inventarios serán formados por el Secretario y el Conserje y autorizados por el Subdirector, debiendo revisarse anualmente.

Art. 45. Son obligaciones del Conserje:

a) Cuidar del aseo y limpieza de todas las dependencias de la Escuela, dando cuenta al Subdirector de cuantas novedades ocurran.

b) Realizar las compras de los efectos que deban adquirirse para el servicio de la Escuela cuando lo ordene el Subdirector y ateniéndose a sus instrucciones.

c) Cumplir cuantas órdenes se le transmitan por el Subdirector o por los Profesores, relativas al servicio del establecimiento.

ARTÍCULOS ADICIONALES

1.º Los alumnos que tengan ya aprobadas en ella algunas de las asignaturas correspondientes a los estudios de Maestro minero, Fundidor, Maquinista, podrán continuar los estudios en la forma dispuesta en el Reglamento correspondiente de 20 de abril de 1925, respetándoseles, por lo tanto, los derechos adquiridos, siempre que la continuación tenga lugar sin interrupción.

2.º Los alumnos que tengan aprobados en todo o en parte los estudios de Maestro minero, Fundidor, Maquinista, podrán ampliarlos para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas, aplicando las normas contenidas en el artículo 17, referentes a los traslados de matrículas, especialmente en lo que se refiera a las nuevas asignaturas que hayan de cursar.

Orden aprobando el Plan de estudios y Reglamento, que se insertan, de la Escuela de Capataces Facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Almadén. ("Gaceta" del 25.)

Ilmo. Sr.: Visto el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces Facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Almadén, formulado con arreglo a lo pre-

ceptuado en el artículo 4.º del Real decreto número 2.506 de 13 de noviembre de 1930:

Vistos los informes favorables emitidos por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas y el Consejo de Minería,

Este Ministerio ha tenido a bien aprobar el plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces Facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Almadén, que a continuación se inserta.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 18 de noviembre de 1931.—P. D., *F. Cerdón Ordás*. Señor Director general de Minas y Combustibles.

REGLAMENTO

PARA LA ESCUELA DE CAPATACES FACULTATIVOS DE MINAS Y FÁBRICAS METALÚRGICAS DE ALMADÉN

TITULO PRIMERO

Objeto de la Escuela y de la enseñanza.

Artículo 1.º La Escuela de Capataces Facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Almadén tiene por objeto dar la enseñanza necesaria para formar Capataces facultativos de Minas y fábricas metalúrgicas.

Art. 2.º Constituirán la enseñanza de la Escuela:

1.º Las lecciones orales y de dibujo dadas por los Profesores.

2.º Los ejercicios gráficos y prácticos que exigen estas lecciones.

3.º El estudio de los minerales y rocas que constituyen las colecciones formadas de los más frecuentes que se encuentran en los criaderos españoles.

4.º El levantamiento de planos topográficos y de minas.

5.º Las visitas y prácticas en las minas, hornos de calcinación y maquinas de este Establecimiento, y en las explotaciones regionales de carbón, plomo y cinc.

Art. 3.º La enseñanza de la Escuela se dará en cuatro años, y corresponderán las materias y números de lecciones semanales que a continuación se expresan:

Plan de estudios para la Escuela de Capataces facultativos de minas y fábricas metalúrgicas de Almadén.

INGRESO

- 1.º Lectura al dictado.
- 2.º Lectura y análisis gramatical.
- 3.º Nociones de Geografía general y de España.
- 4.º Nociones de Aritmética y Geometría plana.

| Número de lecciones en que se dividirá cada asignatura | | Número de lecciones por semana |
|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| PRIMER AÑO | | |
| 50 | 1.º Aritmética (30) y Algebra (20)..... | 2 |
| 30 | 2.º Geometría | 1 |
| 35 | 3.º Física y Química (20 y 15)..... | 2 |
| | 4.º Dibujo lineal geométrico y de construcción, con ejercicios de rayados de superficie planas y curvas..... | Alternas |
| | Ejercicios y prácticas. | |
| 115 | | |
| SEGUNDO AÑO | | |
| 10 | 1.º Trigonometría | 1 |
| 15 | 2.º Nociones de Geometría descriptiva.... | 1 |
| 15 | 3.º Docimasia, con análisis prácticos de los principales metales, del agua y del carbón | 1 |
| 30 | 4.º Mineralogía y Geología..... | 1 |

| Número de lecciones en que se dividirá cada asignatura | | Número de lecciones por semana |
|--------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------|
| 30 | 5.º Preparación mecánica de las menas.... | 1 |
| | 6.º Dibujo industrial, a base de planos y por medio de croquis tomados del natural, corte y proyecciones..... | Alternas |
| | Ejercicios y prácticas. | |
| 100 | | |
| TERCER AÑO | | |
| 30 | 1.º Topografía (primer curso)..... | 1 |
| 30 | 2.º Laboreo de Minas..... | 1 |
| 20 | 3.º Legislación minera y social y Nociones de Contabilidad minera..... | 1 |
| 20 | 4.º Metalurgia y Siderurgia | 1 |
| | 5.º Dibujo lavado y rotulación. | |
| | Ejercicios y prácticas. | |
| 100 | | |
| CUARTO AÑO (DE ESPECIALIZACIÓN) | | |
| 30 | 1.º Electricidad..... | 1 |
| 30 | 2.º Laboreo, Preparación mecánica y Metalurgia particular del mercurio, del plomo, del cinc y carbones..... | 1 |
| 30 | 3.º Topografía práctica y minera (segundo curso). Sólo trabajos de campo y gabinete..... | 1 |
| 30 | 4.º Mecánica y Construcción, con inclusión de algunas lecciones de Estática gráfica..... | 1 |
| | 5.º Dibujo topográfico y rotulación..... | Diaria |
| | Ejercicios y prácticas. | |
| 120 | | |

Aprobadas estas materias, durante dos meses hará prácticas en el Establecimiento de Almadén o de cualquier Empresa minera con la orientación que el Profesorado le marque y redactará una Memoria, que acompañará, de los pla-

nos y datos necesarios, que será calificada como un ejercicio del último año.

Durante los precitados cursos se harán las prácticas que se indican en estas minas de azogue y en su cantera, talleres y laboratorios químicos, y al finalizar el último curso se visitarán, dirigidos por los señores Profesores, las minas regionales de plomo, cinc y carbón, redactando breves Memorias sobre las referidas explotaciones.

Las prácticas de la enseñanza correspondientes a cada curso consistirán: para el primer año, en resolución de problemas y ejercicios referentes a las teorías en él estudiadas; para el segundo año, manejo y funcionamiento de máquinas, planos inclinados, formación de morteros y materiales para las construcciones, examen de éstas en actividad, observando sus distintas clases de fábricas, y conocimiento y análisis de los minerales; para el tercer año, conocimiento y manejo de aparatos topográficos y resolución de problemas de esta asignatura, visita a talleres, fundiciones y minas, con prácticas de barrenado y entibación, y para el cuarto, práctica de manejo de motores y pequeñas centrales eléctricas, montaje, etc. Todas estas prácticas serán independientes de las que como asignaturas de este carácter indique el plan de estudios.

Art. 4.º La extensión en que han de estudiarse las materias enumeradas en el anterior artículo, se fijarán detalladamente en los correspondientes programas, que tendrán que ser aprobados por la Junta de Profesores de la Escuela especial de Ingenieros de Minas.

Art. 5.º Los cursos orales principiarán el día 1.º de octubre y terminarán el 31 de mayo siguiente. Los ejercicios gráficos y prácticos y las visitas a las minas, talleres y máquinas, podrán tener lugar simultáneamente, según lo permita la índole de cada asignatura.

Art. 6.º La Junta de Profesores señalará para el curso las horas correspondientes a las diversas clases, ateniéndose

se a lo dispuesto en el artículo 3.º y procurando que en lo posible sean compatibles con las ocupaciones de los obreros del Establecimiento.

TITULO II

Del personal y material de la Escuela.

Art. 7.º El personal de la Escuela estará formado con arreglo a la plantilla que se fijará anualmente en la ley de Presupuestos, con arreglo a las necesidades de la enseñanza.

Art. 8.º El Profesor de más categoría en el Establecimiento de Almadén será el Subdirector de la Escuela. El de menor categoría será Secretario y Depositario de fondos. El de más categoría de los Profesores auxiliares será Bibliotecario.

Art. 9.º El material de la Escuela se compondrá:

1.º Del mobiliario.

2.º De la Biblioteca y colecciones de planos y dibujos.

3.º De las colecciones de minerales y rocas, modelos, instrumentos, aparatos y útiles que exijan la enseñanza.

TITULO III

De las obligaciones y atribuciones del personal de la Escuela.

Art. 10. Corresponde al Subdirector de la Escuela en representación del Director de la misma:

1.º Cuidar de la exacta observancia del Reglamento y del cumplimiento de las órdenes que reciba del Director.

2.º Dictar por sí las órdenes e instrucciones conducentes a la conservación del buen régimen y disciplina de la Escuela.

3.º Proponer al Director cuanto estime oportuno al régimen ordinario, incidentes que ocurran y mejoras que puedan introducirse en la enseñanza.

De los Profesores.

Art. 11. Los Profesores Ingenieros, Ayudantes del Cuerpo de Minas y Capataces serán nombrados por la Superioridad a propuesta del Director de la Escuela, de acuerdo con las condiciones establecidas en el artículo 7.º

Art. 12. La enseñanza será distribuida entre los Profesores de la Escuela, en la forma que ordene el Subdirector.

Los Auxiliares substituirán a los Profesores en las asignaturas y lecciones que se les ordene, bajo la dirección e intervención del Profesor titular.

Art. 13. Las prácticas de cada curso estarán a cargo de los Capataces pertenecientes a la Escuela, bajo la inspección de los Profesores de las asignaturas correspondientes, los cuales tendrán también a su cargo los ejercicios gráficos y prácticos de la misma.

Art. 14. Las obligaciones de los Profesores son:

Desempeñar las respectivas asignaturas con arreglo a los programas aprobados.

Auxiliar al Subdirector en cuanto concierna al mejor régimen y disciplina de la Escuela, cumpliendo las órdenes que dicte para este fin y proponiéndole lo que crean más conveniente para mejorar la enseñanza.

Del Secretario.

Art. 15. Serán obligaciones del Secretario:

Llevar la correspondencia de la Escuela y los libros de actas y de registro.

Como depositario de fondos, llevará los libros correspondientes a los ingresos y gastos de la Escuela.

Del Conserje.

Art. 16. El Conserje será nombrado por la Superioridad a propuesta del Director de la Escuela, y disfrutará el sueldo que tenga asignado en los Presupuestos del Estado.

Será responsable de la custodia de la Escuela y de su material y mobiliario, del que se hará cargo mediante inventario duplicado, del que conservará una copia, firmada por el Secretario y autorizada por el Subdirector.

Art. 17. Serán, además, obligaciones del Conserje:

Cuidar del aseo y arreglo de todas las dependencias de la Escuela.

Cumplir cuantas órdenes se le comuniquen por los Profesores respecto al servicio y a la enseñanza.

TITULO IV

De la enseñanza.

Art. 18. La admisión de los alumnos tendrá lugar todos los años, siempre que hayan cumplido todos los requisitos que se indican en el artículo siguiente.

Art. 19. Para ser admitido en la Escuela será preciso que el candidato lo solicite del Subdirector acreditando con certificado del Registro civil que ha cumplido diez y seis años antes del 1.º de octubre del mismo año; certificado de Médico de no padecer enfermedad o defecto físico que le incapacite para el ejercicio de la profesión y sufrir ante los Profesores de la Escuela un examen de las materias que se indican para el ingreso en el artículo 3.º Los exámenes de ingreso tendrán lugar en los meses de junio y septiembre.

Obligaciones de los alumnos.

Art. 20. Los alumnos tendrán la obligación de asistir a las clases a las horas que se les señalen y estar en ella cuando el Profesor respectivo dé principio a la lectura.

El Profesor pasará lista y tan sólo se tolerará al alumno la tardanza de cinco minutos, pasados los cuales se le anotará una falta de puntualidad, aunque el alumno entre después en la clase. Estas faltas de puntualidad se contarán como cuarto de falta de asistencia.

Una vez empezada la clase el alumno no podrá salir de ella sin permiso del Profesor, el cual podrá concederlo por causa justificada.

Art. 21. Los alumnos estarán sujetos a castigo disciplinario cuando cometan faltas de subordinación.

Se reputará por falta de subordinación la desobediencia a los Profesores, la infracción de las reglas establecidas para el buen régimen y aprovechamiento de las clases, las respuestas ofensivas por la esencia o el modo con que se dieren y todas las palabras y actos contrarios a la disciplina de la Escuela.

Art. 22. Las faltas se corregirán según su mayor o menor gravedad:

1.º Con reprensión privada o pública.

2.º Con trabajos extraordinarios, que consistirán en trabajos gráficos o analíticos en plazos determinados y en horas distintas de las señaladas para las clases.

3.º Con pérdida de examen en junio.

4.º Con pérdida del curso.

5.º Con expulsión de la Escuela.

Art. 23. El primer castigo podrá ser impuesto por cualquiera de los Profesores. El segundo, tercero y cuarto, por la Junta de Profesores de la Escuela. Y el quinto, por el Director, a propuesta de esta misma Junta.

Art. 24. El alumno que tenga un número de faltas por asignatura equivalente al 15 por 100 del número de clases, no podrá sufrir examen de dicha asignatura hasta el mes de septiembre.

Del régimen de la enseñanza y de los derechos de los alumnos.

Art. 25. Para cursar el primer año bastará con haber sido aprobado en el examen de ingreso.

Para cursar los años siguientes es preciso haber ganado el curso anterior o, a lo menos, todas las asignaturas que lo constituyan menos una.

Para ganar un año es preciso haber aprobado todas las asignaturas que lo integran.

Art. 26. El alumno que pierda dos veces el mismo curso será expulsado de la Escuela.

Cuando el alumno repita curso tendrá obligación de asistir a las clases de las asignaturas que no haya aprobado.

Art. 27. Los exámenes se verificarán únicamente en los meses de junio y septiembre, tanto para el ingreso como para los cursos de la Escuela.

Los ejercicios de examen no podrán comprender más materias que las comprendidas en el programa; los trabajos prácticos y gráficos serán objeto de un examen separado.

Los alumnos que fuesen desaprobados en el mes de junio tendrán derecho a examinarse en el mes de septiembre; pero si en éste fueran desaprobados no se podrán volver a examinar hasta junio del año siguiente.

Los exámenes se verificarán ante un Tribunal compuesto por los Profesores Ingenieros, sustituible uno de éstos por el Ayudante del Cuerpo de Minas o por uno de los Capataces pertenecientes a la Escuela, que en todo caso pueden formar parte de los Tribunales por orden del Subdirector. En caso de necesidad, y previo el acuerdo del Subdirector, podrán formar parte de los Tribunales de examen Ingenieros de Minas ajenos a la Escuela.

Art. 28. Terminados los exámenes de una asignatura procederá el Tribunal a hacer la calificación de aprobado o desaprobado, extendiéndose la correspondiente acta. Los que durante un ejercicio se hubieren retirado sin terminarlo se considerarán como desaprobados.

En la asignatura compuesta de Aritmética y Algebra se puede aprobar la primera y hacer al alumno repetir la segunda, pero nunca lo contrario.

Terminados los exámenes de septiembre procederá la Junta de Profesores a la calificación y clasificación de los alumnos, determinando el orden de aplicación y mejor aprovechamiento demostrado por el número que represente la calificación media que a cada uno corresponda, obtenida de las notas del curso y del examen. En este orden figurarán en la matrícula del año siguiente.

La calificación de los alumnos con las notas de Bueno, Muy bueno o Sobresaliente se publicarán en la tablilla de anuncios, como igualmente las calificaciones de los distintos exámenes cuando éstos se verifiquen.

Los alumnos que hayan de cursar nuevamente un año o los que cursando el siguiente tengan pendiente de aprobar una asignatura irán al final de la lista formada para los del año a que hayan de pertenecer y no tendrán calificación especial de conjunto.

Tanto las lecciones como los ejercicios de examen serán calificados con puntos comprendidos entre 0 y 20.

Diez puntos es la calificación mínima para ser aprobado.

Art. 29. Los alumnos de cuarto año que hubiesen sido aprobados en todos los exámenes de fin de curso y prácticas estarán sujetos a la clasificación de fin de carrera, la que se hará por la Junta de Profesores de conformidad con el artículo anterior.

Se tendrá en cuenta para la clasificación la conducta, el aprovechamiento y notas de cada alumno durante su permanencia en la Escuela.

Art. 30. Esta aprobación les dará derecho al título de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Art. 31. Este título, a su vez, les dará derecho a cuanto les concede la legislación vigente.

Art. 32. Los alumnos que por su cambio de residencia quisieran continuar sus estudios en otra Escuela de Capataces lo solicitarán del Subdirector de ésta, acompañando a la instancia certificación de los estudios aprobados, en vista de los cuales el Subdirector elevará su informe proponiendo la posibilidad y forma de adaptación al plan de estudios de la nueva Escuela al Director de la Escuela especial de Ingenieros de Minas para que resuelva lo que proceda.

TITULO V

Disposiciones generales.

Art. 33. Las dudas que ocurran en la aplicación de este Reglamento sobre cuestiones de personal se resolverán por el Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas; sobre cuestiones de régimen interior, por la Junta de Profesores de esta Escuela.

Art. 34. Quedan derogadas todas las disposiciones sobre la materia dictadas con anterioridad a la publicación de este Reglamento.

Disposiciones transitorias.

1.^a Los alumnos que tengan ya aprobadas en ella alguna de las asignaturas correspondientes a los estudios de Maestro minero, Fundidor y Maquinista, podrán continuar los estudios en la forma dispuesta en el Reglamento correspondiente de 20 de abril de 1925, respetándoseles, por lo tanto, los derechos adquiridos, siempre que la continuación tenga lugar sin interrupción en los estudios.

2.^a Los que hayan cursado en esta Escuela los estudios

de Maestro minero, Fundidor y Maquinista podrán ampliar dichos estudios en la Escuela de Capataces de acuerdo con la Orden ministerial de 8 de septiembre actual.

Para ello, los que tengan aprobados los dos años se matricularán en segundo de carrera, teniendo pendiente la asignatura de Álgebra de primer año y no cursando la de Mineralogía y Geología que tienen aprobadas.

Una vez aprobado el segundo año completo pasarán al cuarto, llevando como pendiente la asignatura de Legislación y Contabilidad.

Los que sólo tienen aprobado el primer año de carrera se matricularán en segundo con el de Álgebra pendiente, siguiendo luego los otros cursos completos.

Orden resolviendo la propuesta formulada por el Consejo de Minería en relación con el cuadro de incompatibilidades a que hace referencia el artículo 7.º de la Orden de 24 de agosto del corriente año. ("Gaceta" del 29.)

Ilmo. Sr.: Vista la propuesta formulada por el Consejo de Minería en relación con el cuadro de incompatibilidades a que hace referencia el artículo 7.º de la Orden ministerial de 24 de agosto último, dictando reglas para la provisión de destinos en el Cuerpo de Ingenieros de Minas,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer lo siguiente:

1.º Se prohíbe a los Ingenieros de Minas en servicio activo del Estado desempeñar cargo alguno activo y permanente en los Centros de trabajo sometidos a los preceptos del Reglamento de Policía minera. Se exceptúan, atendiendo al carácter exclusivamente docente o científico de su cometido, los Ingenieros afectos a la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, a las Escuelas de Capataces facultativos y al Instituto Geológico, los cuales podrán ser autorizados en cada caso por la Dirección general de Minas y

Combustibles, oyendo al Consejo de Minería y previo informe favorable del Director del Centro a que pertenezcan, con objeto de que en ningún momento pueda ejercerse esta autorización en perjuicio del servicio del Estado.

2.º Ningún Ingeniero de Minas que preste servicio al Estado podrá desempeñar más de un cargo oficial permanente además del que ocupe en la plantilla del Cuerpo. Tampoco podrá desempeñar más de una Comisión oficial, salvo el caso de méritos y circunstancias excepcionales apreciadas por el Ministro.

3.º Los Ingenieros de Minas que se hallen al servicio del Estado podrán efectuar y autorizar trabajos profesionales de índole accidental, como Memorias, proyectos, consultas, informes, cubicaciones, peritajes y ensayos de minerales, siempre que dichos trabajos no se relacionen con asuntos administrativos o judiciales en los que el Ingeniero tenga que actuar oficialmente. Cuando la naturaleza e importancia de esos trabajos de índole accidental exija que el Ingeniero que ha de hacerlos se ausente de su residencia oficial mayor número de días de los que puede concederle su Jefe inmediato, lo hará presente a la Dirección general, la cual podrá concederle o no el permiso, oyendo previamente al Ingeniero Jefe del Distrito y al Consejo de Minería, quienes marcarán el tiempo que en cada caso puedan dedicarse a dicha clase de trabajos sin perjuicio del servicio.

4.º Ningún Ingeniero afecto al servicio del Estado podrá intervenir oficialmente en minas o fábricas sometidas a los preceptos del Reglamento de Policía minera, donde ellos o sus parientes hasta su segundo grado tengan participación inscrita en los Registros de la Propiedad industrial o mercantil.

5.º Los Ingenieros que hayan prestado servicios a particulares o Empresas no podrán ser destinados a los Distritos en que unos u otras tengan minas o establecimientos metalúrgicos sometidos a los preceptos del Reglamento de

Policía minera, hasta transcurridos dos años por lo menos de haber cesado en los referidos servicios particulares.

Para la aplicación de lo anterior, los Ingenieros que hayan prestado servicios de aquella naturaleza, al corresponderles el ingreso o reingreso en el servicio oficial, presentarán en la Dirección general de Minas y Combustibles una declaración jurada, en la que se especifiquen los particulares o Empresas a que hayan servido los dos últimos años, así como las localidades de España en que aquellos particulares o Empresas tengan minas o establecimientos sometidos a los preceptos del Reglamento de Policía minera, incurriendo en grave responsabilidad de existir errores u omisiones en dichas declaraciones juradas.

En el caso de que al ingresar o reingresar un Ingeniero fuera incompatible con todas las vacantes existentes, se le destinará a las órdenes directas del Director general hasta que se produzca una vacante para la que sea compatible.

6.º No podrán ser destinados como Jefes de Sección o de Negociado del Ministerio de Fomento: en la Sección de Minas e Industrias metalúrgicas, los Ingenieros que los dos años anteriores hayan desempeñado cargo en Empresas mineras o establecimientos metalúrgicos sometidos al Reglamento de Policía minera; en la Sección de Combustibles, los Ingenieros que en el mismo lapso de tiempo hayan desempeñado algún cargo en Empresas relacionadas con la producción o venta de carbones minerales.

Respecto a la Sección de Estudios geológicos, de la cual es Jefe el Director del Instituto Geológico y Minero de España, no podrán ser destinados en ella, como Jefes de Negociado, los Ingenieros que durante los dos años anteriores hayan servido a Empresas relacionadas con investigaciones mineras, alumbramientos de aguas o contratos de ejecución de esa clase de trabajos.

7.º En los destinos del Cuerpo de Minas a proveer por antigüedad se establece una limitación para los Ingenieros

que hayan sido objeto anteriormente de sanción derivada de expediente administrativo, los cuales no podrán obtener el destino que hayan solicitado más que en el caso de que el informe, que se pedirá necesariamente al Consejo de Minería, sea favorable.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 27 de noviembre de 1931.—P. D., *Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Circular a los Ingenieros Jefes de los Distritos mineros sobre la distribución de trabajos, ya sean de oficina o de campo. ("Gaceta" del 29.)

Con objeto de dar exacto cumplimiento a las disposiciones vigentes, procede adoptar determinadas normas de interpretación que hagan eficaz la separación técnica que los Reglamentos asignen a los distintos trabajos a realizar, respectivamente, por los Ingenieros y Ayudantes de Minas y, en consecuencia, sean asignados a unos u otros los correspondientes emolumentos de cualquier clase, devengados por razón de los distintos trabajos que a cada cual competan.

A este efecto deberán los señores Ingenieros Jefes de los Distritos realizar la correspondiente distribución de trabajo, ya sean de oficina o de campo, debiendo llevarse a la práctica la ejecución de los servicios con la separación que reglamentariamente corresponda a la técnica de Ingeniero y a la de Ayudante.

Si en un Distrito minero y por cualquier circunstancia no hubiera Ayudantes o no pudiese el personal adscrito de este Cuerpo realizar su servicio peculiar acompañando al Ingeniero en los casos que proceda, no debe acumularse en éste la doble función de Ingeniero y Ayudante, sino que deberá comunicarse a esta Dirección general, con anticipación debida, a los efectos de que este Centro designe oportu-

tunamente un Ayudante, que será adscrito para los trabajos correspondientes.

Como lógica consecuencia y en cumplimiento de los preceptos vigentes, no procederá en caso alguno la acumulación en Ingenieros de Minas de dietas o gratificaciones que reglamentariamente deban asignarse a los Ayudantes, sino que debiendo estar delimitadas las funciones respectivas, los derechos de carácter económico estarán asimismo atribuidos a los respectivos titulares de cada función.

Asimismo no deberá asignarse a ningún Celador o Delineante de Minas la función de Ayudante, y en el caso de no existir en el Distrito Ayudante alguno y ser indispensable la realización de servicios en que haya de intervenir un funcionario de este carácter, se comunicará a esta Dirección, y únicamente este Centro podrá designar a un Celador o Delineante de Minas, en caso de no haber Ayudante de otro servicio que pueda realizarlo, para que ejerza circunstancialmente función de Ayudante, y especificará la persona destinada para dicha actuación de los que prestan servicio en el Distrito, que devengará los emolumentos, dietas y gratificaciones que corresponda al servicio que por dicha subrogación realice.

Las respectivas cuentas de emolumentos, dietas o gratificaciones tendrán tacha de ilicitud si se incluyen devengos a funcionarios cuya designación para los respectivos servicios no se haya ajustado a las anteriores normas.

Lo que comunico a V. S. para su conocimiento y demás efectos.—Madrid, 24 de noviembre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

Señores Ingenieros Jefes de los Distritos mineros.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Ensayo y caracterización de los aceites y grasas industriales</i> , por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villegas (conclusión)..... | 907 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de octubre de 1931..... | 1022 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a octubre de 1931 | 1025 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a octubre de 1931..... | 1025 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de octubre de 1931..... | 1026 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 1029 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de noviembre de 1931..... | 1030 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de Fomento.—Dirección general de Minas y Combustibles.—Personal.—Anunciando hallarse vacantes las plazas de Ingeniero e Ingeniero subalterno en la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Distrito minero de Huelva, respectivamente..... | 1033 |

| | <u>Páginas</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Disponiendo que los importadores de hulla inglesa que deseen acogerse al beneficio de reducción de derechos arancelarios habrán de presentar en este Ministerio, dentro del mes actual, instancia con los datos que se indican y con arreglo al modelo que se inserta..... | 1034 |
| Orden disponiendo quede constituida por los Ingenieros de Minas que se mencionan, y con destino a la Sección de Combustibles, la Comisión investigadora creada por el artículo 6.º del Decreto de 1.º de octubre próximo pasado..... | 1037 |
| Orden aprobando el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bélmez | 1037 |
| Orden aprobando el Plan de estudios y Reglamento, que se insertan, de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Almadén. | 1050 |
| Orden resolviendo la propuesta formulada por el Consejo de Minería en relación con el cuadro de incompatibilidades a que hace referencia el artículo 7.º de la Orden de 24 de agosto del corriente año..... | 1062 |
| Circular a los Ingenieros Jefes de los Distritos mineros sobre la distribución de trabajos, ya sean de oficina o de campo..... | 1065 |

Boletín Oficial de Minas, Metalurgia y Combustibles



FUNDADO POR INICIATIVA DE
D. FERNANDO B. VILLASANTE

**TRATAMIENTO DE PETROLEOS,
ALQUITRANES Y DERIVADOS**

**COMBUSTIBLES SINTÉTICOS
HIDROGENACIÓN**

Lema: "POR ESPAÑA"

POR EL INGENIERO DE MINAS

D. JOSÉ MARIA SIMON Y SAINT-BOIS

INTRODUCCIÓN

Por el Ministerio de Fomento se ha abierto un concurso entre Ingenieros de Minas para la presentación de trabajos relativos al tema: «Estudio de los procedimientos de afino y transformación de los combustibles líquidos para la obtención de productos comerciales».

Según indica la parte aclaratoria, el trabajo se dividirá en dos partes:

Primera. Desbaste, afino y refino por toda clase de procedimientos.

Segunda. Transformación de combustibles líquidos por descomposición, combinación o por mezcla de productos.



Indudablemente que haciendo esta división se puede hacer un estudio completo de las manipulaciones empleadas en el tratamiento de los petróleos y alquitranes.

Hemos procurado atenernos a ella; pero con objeto de hacer más unido el estudio hemos estudiado el *cracking* a continuación de la destilación de los petróleos y antes de pasar al refino.

Hemos procurado, por otra parte, hacer al mismo tiempo que el estudio industrial el estudio científico, pues por el conocimiento de las cualidades de los componentes y el modo de comportarse, tanto en la destilación como en el refino, es fácil en cualquier caso que se presente, lo mismo de petróleos que de alquitranes, el proyectar las instalaciones necesarias sin necesidad de recurrir a instalaciones conocidas.

En la parte referente a petróleos hemos estudiado lo mejor que hemos podido las circunstancias que favorecen o entorpecen la destilación y el refinado, dando mayor o menor rendimiento industrial, para indicar luego los aparatos empleados, que en el fondo son los mismos que los empleados en los alquitranes.

Hemos creído de utilidad el pasar una ligera revista a los cuerpos derivados del carbono y que se encuentran en los destilados, indicando someramente sus propiedades físicas y químicas que pueden servir de fundamento en el tratamiento industrial.

Tanto para los petróleos como para los alquitranes hemos también estudiado los ensayos y análisis industriales más corrientes para determinar sus características comerciales.

Por último, al estudiar la síntesis de los combustibles líquidos, en vista de la obtención de carburantes, hemos juzgado oportuno no sólo indicar aquellos procedimientos que tienen como base los petróleos, alquitranes o sus fracciones, sino también los que tratan de la obtención de car-

burantes partiendo de vegetales o de gases procedentes de la gasificación del carbón en cualquiera de sus formas; así, hemos indicado el método Mailhe para la hidrogenación de aceites vegetales, algunos sistemas que parten de residuos de maderas para la obtención de ciertos productos y los que fabrican alcoholes partiendo de diferentes primeras materias.

Lo hemos hecho así por creer que nuestro país debe tratar por todos los medios a su alcance, y a base de una gran protección oficial, de independizarse completamente en materia tan vital como son los combustibles líquidos y sobre todo los carburantes.

Si hacemos abstracción de la gran cantidad de instalaciones que emplean motores de explosión o de combustión interna, del consumo cada día creciente de esencias y productos ligeros en los automóviles y camiones, del desarrollo portentoso de la aviación y de la navegación submarina, y si nos fijamos solamente en las cifras de las últimas estadísticas sobre navegación comercial, veremos claramente la desaparición de la de vela y la disminución de la de vapor calentada con carbón para aumentar la calentada con mazout o aceites pesados y la de motores de combustión interna.

En 1914 existía un 8,06 por 100 de barcos de vela, 88,84 por 100 de calefacción con carbón, 2,65 por 100 calentados con mazout y 0,45 por 100 de combustión interna.

En 1928 existen 2,68 por 100 de vela, 60,75 por 100 de calefacción con carbón, 28,64 con mazout y 8,11 de combustión interna.

La flota de transporte de petróleo era en 30 de junio pasado de 6.544.263 toneladas, existiendo 539.772 en construcción.

Vemos, pues, que las necesidades en combustibles líquidos aumentan rapidísimamente y que, por otra parte, las reservas de carbones que pudiéramos llamar ricos disminu-

yen; deben, pues, nuestros Gobiernos fomentar por todos los medios el desarrollo de las industrias de fabricación de combustibles líquidos, tratando de encontrar el verdadero carburante nacional.

Tenemos para ello grandes extensiones de terreno sin cultivar, que fácilmente podrían dedicarse al cultivo de plantas oleaginosas y productoras de alcohol; por otro lado, una riqueza formidable en lignitos, que hoy en día se explotan mal y de mala manera, y que puesta en explotación racional daría una gran cantidad de carburantes y aceites de engrase, además de un sobrante de semicok que proporcionaría fuerza eléctrica abundante y barata para fabricación sintética de abonos, carburantes y fuerza motriz para nuevas industrias y electrificación de ferrocarriles.

Se debe exigir al Monopolio de Petróleos que parte de sus ganancias enormes, ya que es dueño y señor de todo cuanto a los combustibles líquidos se refiere, las dedique sin tardanza al estudio de la fabricación nacional de combustibles líquidos, dejando al propio tiempo más libertad de acción a las Empresas particulares dueñas de yacimientos lignitíferos para poner en producción de *combustibles líquidos y fuerza motriz* sus propiedades, ayudándoselas oficialmente, bien sea con exenciones, subvenciones u otra forma de protección.

Al Cuerpo de Ingenieros de Minas corresponde el apoyar con toda su ciencia este desarrollo y llevar la dirección tanto particular como oficial de todo cuanto a los combustibles líquidos se refiere. No debemos permitir que sean otros organismos los que se ocupen de cuestión tan vital y que tan en relación está con nuestra profesión.

PRIMERA PARTE

PETRÓLEOS.—ALQUITRANES.—DIFERENTES CLASES DE ALQUITRÁN.—COMPUESTOS DERIVADOS DEL ALQUITRÁN

CARACTERES GENERALES DE LOS ACEITES MINERALES MAS IMPORTANTES

Los aceites minerales están repartidísimos en la tierra, y no hay país en el que no se encuentren por lo menos trazas.

No se encuentra ningún otro cuerpo, que sea de composición tan variable como el petróleo bruto, según sea su origen.

Por esta razón, todas las tentativas de clasificación sistemática son infructuosas.

Vamos a pasar una ligera revista a los principales, y a exponer sus principales características.

EUROPA

Rusia.—Sabido es que de los países europeos es Rusia el primer productor, siendo además el tercero del mundo.

El distrito petrolífero más importante es Bakou y luego el de Grosny. Se han encontrado también petróleos y se ha empezado su explotación en Maikop, Emba, Uchta, etc.

En Bakou se distinguen tres campos petrolíferos bastante diferentes: Balachany, Bibi-Eybat y Ssurachany.

El aceite de Balachany sirve sobre todo para la obtención de aceites de engrase; su densidad oscila entre 0,86 y 0,88, su viscosidad Engler a 20 grados entre dos y cuatro; contiene muy poco azufre y nitrógeno y 0,5 por 100 de parafina; cok 1,5 por 100.

Las primeras fracciones de esencia se componen de carburos saturados y naftenos principalmente, las esencias más pesadas y las fracciones de aceite de alumbrado, sobre todo de naftenos.

En la destilación, da 3 a 4 por 100 de esencia bruta, de la que se extrae por refino, el 10 por 100 de esencia ligera con densidad 0,715; 35 por 100 de keroseno de densidad 0,825; un 62 por 100 de residuo, mazout, de densidad 0,912.

Destilando este mazout, se obtiene:

25 por 100 de aceites intermedios, aceites solares de densidad 0,86 a 0,89.

7,5 por 100 de aceites de brocha con densidad 0,89 a 0,90.

24 por 100 de aceite de máquinas con densidad 0,905 a 0,912.

1,5 por 100 de aceite de cilindros con densidad 0,912 a 0,920.

40 por 100 de alquitrán de aceite, residuo, densidad 0,935 a 0,945.

El aceite bruto de Bibi-Eybat se diferencia del anterior en que sus fracciones de baja temperatura son más ricas en carburos saturados y por lo tanto más ligeras, y en cambio las fracciones de aceites de engrase son más pesadas y viscosas; los constituyentes solubles en ácido sulfúrico son más que los del aceite de Balachany, llegando al 22-24 por 100.

El mazout obtenido de estos aceites de Bibi-Eybat, llamado mazout negro, por oposición al de Balachany que es verde oscuro, tiene una densidad de 0,930, viscosidad Engler a 50 grados 20. Los destilados de aceites minerales de Bibi-Eybat, tienen para puntos de iluminación iguales, los pesos específicos, la viscosidad y la cantidad de sustancias solubles en ácido sulfúrico, mucho más elevados que los Balachany; por eso necesitan los aceites de engrase más ácido sulfúrico para el refino, se emulsionan fácil-

mente durante la neutralización y ocasionan más pérdidas. Por la mayor cantidad de resinas, los destilados y los residuos de aceite de Bibi-Eybat, a pesar de su gran cantidad de parafina, se solidifican a temperaturas más bajas que los correspondientes del aceite bruto de Balachany.

El otro aceite característico del distrito de Bakou es el Ssurachany, que es el más ligero. Cuando al principio la explotación se hacía en las capas superficiales, se obtenía un aceite bruto casi incoloro con densidad 0,77 a 0,78 y que destilaba casi completamente a 170 grados. Profundizando los sondeos, se han encontrado aceites cada vez más pesados y oscuros: amarillo de densidad 0,85 a 0,86 distinguiéndose por su gran cantidad de parafina que llega hasta el 2,5 por 100 y su poco contenido de asfaltos 6 a 8 por 100. La fracción keroseno tiene de densidad 0,805 a 0,810 y el mismo de Balachany 0,825.

Las tres clases de aceites de Bakou se clasifican entre las ligeras y medias; no lejos de este distrito, en la isla Swjatoj, en Binagady, etc., se encuentran aceites muy pesados, de densidad 0,930 con gran cantidad de resinas.

En la región de Grosny se distinguen dos campos petrolíferos; el aceite bruto del primero tiene una densidad de 0,870 a 0,880 y es muy parecido al de Eybat; contiene una gran fracción de esencias, 7 a 10 por 100 del destilado pasan antes de los 100 grados con peso específico de 0,700; el peso específico, la viscosidad, la cantidad de resinas de mazout, la densidad del mismo, el peso de los aceites de engrase, es mayor que los correspondientes de Balachany.

El azufre contenido, 0,12 por 100, es mayor que el contenido por el de Balachany, lo que da a los destilados de esencia y de keroseno un olor desagradable y hace el refino mucho más difícil.

A pesar de contener más carburos aromáticos, las esencias de Grosny son menos densas que las de Balachany y todas las de Bakou.

El nuevo campo petrolífero de Grosny da un aceite bruto de densidad de 0,840 a 0,860 que se distingue de todos los otros aceites rusos por su gran cantidad de parafina, que llega hasta el 6,5 por 100 de parafina dura.

El aceite de Maikop es interesante por su gran cantidad de carburos aromáticos; de la fracción que hierve entre 130 y 140 grados se ha separado 15 por 100 de dinitroxileno.

Los aceites del distrito de Emba (Ural) son sobre todo interesantes por las propiedades de sus aceites de engrase; poseen estas fracciones, a igual viscosidad, puntos de iluminación más elevados y densidades menores que los correspondientes de Bakou; se aproximan mucho a los aceites de Pensilvania, pero se distinguen de ellos por tener menos parafina y por consiguiente un «stock punkt» más bajo. Lo mismo ocurre con los residuos.

El aceite de la isla de Tscheleken es interesante por su parafina, 4 a 5 por 100, distinguiéndose su fracción keroseno, lo mismo que el keroseno del aceite muy parafinoso de Grosny, por su densidad baja, 0,800 a 0,805.

Rumania.—Los aceites minerales rumanos se dividen en dos grupos principales: parafinosos y pobres en parafina.

Los primeros, aceites brutos de Policiori, de Glodeni y una parte de Campina, tienen densidades inferiores a 0,860 y una viscosidad Engler a 20 grados de 1,1 a 1,8, y se componen las fracciones inferiores de partes iguales de carburos saturados y de naftenos, conteniendo hasta 6 por 100 de parafina dura. No contiene mucha esencia, pero el keroseno llega hasta 50 por 100.

Los aceites brutos del segundo grupo, una parte de Campina, Bustenari, Moreni, tienen una densidad más elevada, 0,860 a 0,880 una viscosidad a 20 grados de 1,5 a 2, y contienen poca parafina.

Las fracciones inferiores se componen sobre todo de

naftenos y son, como las superiores, muy ricas en carburos aromáticos no saturados. Los kerosenos de los aceites brutos de este grupo tienen una densidad mayor. 0,840 a 0,860, que los del primer grupo, 0,820, y se dejan refinar fácilmente, dando 30 a 35 por 100 de keroseno.

Los aceites del segundo grupo, a pesar de ser más pesados que los del primero, contienen más cantidad de esencia ligera.

Antes de los 170 grados pasan de los aceites brutos no parafinosos de 23 a 25 por 100 de esencia, y solamente 15 a 17 por 100 de los del grupo parafinoso.

Varios de los aceites del grupo no parafinoso dan aceites de engrase; de los residuos de los aceites de Bustenari se retira 30 a 50 por 100 de aceite para máquinas y 10 a 15 por 100 de aceite para cilindros, que se distinguen de los rusos por su elevada densidad.

Galicia.—También aquí se pueden dividir los aceites brutos en dos grupos: los parafinosos de Boryslaw, Tustanowice y los pobres en parafina de Krosno y Schodnica.

Se distinguen estos últimos de sus correspondientes rumanos por contener menos carburos aromáticos; por el contrario, los aceites brutos parafinosos más ligeros son en general más pobres en esencias que los aceites no parafinosos y un poco más pesados.

El aceite galiciano más importante es el de Boryslaw, que contiene 5 a 6 por 100 de esencia, 40 a 45 por 100 de keroseno y 8 a 9 por 100 de parafina. Las fracciones de esencia y keroseno de este aceite contienen tanto de nafteno como de hidrocarburos saturados.

Alemania.—El aceite bruto pesado de Hannóver (Wietze, Oelheim) es muy rico en asfaltos y en aceites de engrase; las fracciones inferiores contienen mucho nafteno, son pobres en azufre.

Francia.— El aceite bruto de Pechelbronn tiene una densidad de 0,83, contiene 4 por 100 de parafina y llega hasta 0,67 por 100 de azufre.

AMÉRICA

Estados Unidos.— Sabido es que la mayor producción mundial de aceites minerales la dan los Estados Unidos.

Se han encontrado sobre la inmensidad de este territorio campos petrolíferos tan numerosos, que sería imposible hablar, aun brevemente, de cada uno en particular. Se les puede clasificar en cuatro grupos:

a) Territorio de los Apalaches (Pensilvania, Virginia occidental, Ohio oriental y Kentucky oriental). Los aceites de estas zonas son los que se llaman simplemente americanos. Son los más importantes de todos los aceites minerales conocidos hasta el día, pues en sus fracciones inferiores, se componen, en la mayoría, de carburos saturados; no contienen o casi nada, azufre y nitrógeno; son muy pobres en asfaltos y resinas, contienen muy poca parafina y muy buenos aceites de engrase, sobre todo para cilindros.

El peso específico de estos aceites es en general de 0,80 a 0,82, encontrándose algunos con 0,77; en la destilación sin descomposición dan 20 por 100 de esencia bruta hasta 150 grados y alrededor de 45 por 100 de keroseno (150-320 grados); los residuos tienen un peso específico de 0,920 y dan por tratamiento, alrededor del 30 por 100 de aceite de engrase, del aceite bruto.

b) Ohio-Indiana. Estos aceites son un poco más pesados, 0,82 a 0,85, y contienen más naftenos que los del primer grupo.

Les caracteriza, principalmente, la cantidad de azufre, 0,35 a 1,1 por 100, que durante mucho tiempo hizo su tratamiento difícil, hasta que Frash puso a punto su procedimiento de desulfuración, que explicaremos más adelante.

c) Texas-Luisiana. La mayoría de los aceites brutos de este grupo tienen una densidad superior a 0,910-0,920.

No son buenos para producir carburos saturados, por contener, al lado de los naftenos, carburos pobres en hidrógeno.

Llegan a contener hasta el 2 por 100 de azufre.

d) California. Los aceites brutos de esta región se colocan parte entre los semipesados, y parte entre los pesados con densidad hasta 0,985.

No contienen carburos saturados, son ricos en naftenos, carburos aromáticos y carburos no saturados, así como en asfaltos.

La mayoría contienen mucho azufre, y como característica de este grupo, hasta 2,4 por 100 de nitrógeno, bajo la forma de bases pirídicas; también contienen, en bastante cantidad, combinaciones de carácter fenólico.

Méjico.— Los aceites mejicanos son parecidos a los de Texas, y algunos todavía más pesados, pasando de 1,06 de densidad.

Contienen también hasta 4,6 por 100 de azufre, y muchas combinaciones no saturadas, ricas en carbono y en asfaltos, por lo que son muy buenos para la fabricación de asfaltos artificiales.

Canadá.— Los aceites brutos canadienses pertenecen al grupo de los semipesados, con densidad comprendida entre 0,84 y 0,88.

Son pobres en esencias, pasando solamente 2,75 por 100 hasta los 150 grados, así como en aceites de alumbrado, alrededor del 25 por 100 de 150 a 300 grados.

Las fracciones inferiores se componen sobre todo de naftenos, de carburos aromáticos y de carburos no saturados.

Contienen hasta el 1 por 100 de azufre.

ASIA

Islas de la Sonda.—Estos aceites tienen en general pesos específicos inferiores a 0,800 y son muy ricos en esencia, contienen hasta 35 por 100; de keroseno llegan al 75 por 100, no habiéndose estudiado con precisión la naturaleza de los carburos.

Algunos aceites son parafinosos y otros, por el contrario, contienen muchos asfaltos y resinas.

Los aceites brutos de Borneo son en general más pesados que los de Sumatra, alrededor 0,860 a 0,880, y se distinguen, sobre todo, por su gran cantidad de hidrocarburos aromáticos, lo que hace que las esencias y kerosenos obtenidos sean de gran densidad; la esencia hasta 0,760 y el keroseno hasta 0,850.

Japón.—Se distinguen dos tipos de aceites japoneses: los aceites ligeros de Ojiya, Kara, etc., con peso específico inferior a 0,820 y que contienen hasta 50 por 100 de fracciones de esencia, y los aceites pesados de Higashiyama de densidad 0,900, que dan en el tratamiento industrial 10 por 100 de esencia, 30 por 100 de aceite de alumbrado, 15 por 100 de aceite medio y 40 por 100 de aceite pesado. También los de Nishiyama son parecidos a éstos.

Los aceites del primer grupo contienen poco o ningún azufre y nitrógeno; los pesados tienen bastante y llegan a 0,34 por 100 de azufre y 1,32 de nitrógeno.

Los índices de iodo son sensiblemente mayores en los pesados que en los ligeros, así como la cantidad de asfalto. Así, los de Higashiyama tienen 22,5 por 100 de asfalto y 9,9 de índice de iodo, y los de Kara 5 por 100 de asfalto y 1,5 de índice de iodo.

Indias Inglesas.—En el valle de Irawady se explotan petróleos cuya densidad varía de 0,83 a 1,002, siendo los últimos muy ricos en asfaltos y resinas.

En el distrito de Yenang-Yat el petróleo bruto se coagula debido a la gran cantidad de productos resinosos y oxidables que contiene.

Persia.—En la región del golfo pérsico, de Suez, y sobre la llanura del Iran, por el clima caliente no se pueden explotar los petróleos existentes por pozos de mano.

Los sondeos permiten recoger petróleos brutos de olor agradable, de densidad 0,8 a 0,9, que son transportados por pipe-line.

Asia Central.—Los aceites brutos de Tchimion, distrito de Fergana, son semipesados, con densidad 0,860 a 0,880, conteniendo bastante esencia ligera, hasta 12 por 100, que pasa antes de 120 grados y alrededor de 4 por 100 de parafina.

El keroseno de estos aceites tiene una densidad inferior al de Bakou, pero los aceites de engrase son más pesados.

Contienen hasta 0,46 por 100 de azufre.

El aceite de la isla Tscheleken, en la costa asiática del Mar Caspio, es muy parecido, siendo también rico en esencia y en parafina.

AFRICA

Egipto.—En los alrededores del canal de Suez, la Anglo Egyptian Oil Fields Co. explota petróleos cuya densidad varía entre 0,85 y 0,92.

Argelia.—En Tliouanet, provincia de Orán, se ha encontrado con un sondeo petróleo, pero su producción es muy pequeña.

También en el valle del Chélf, en las montañas de Dahra, se han encontrado petróleos que aún no están en explotación.

Marruecos.—En la región de Taza y en la línea Larache-Fez, se ha encontrado petróleo, así como en Utica, en Túnez.

AMERICA DEL SUR

República Argentina.—Este país es muy importante por la gran cantidad de yacimientos que contiene. Se pueden dividir en dos grupos:

Los situados a lo largo de la cordillera de los Andes y los de la costa del Atlántico.

En los primeros están las provincias de Salta y Jujuy al norte, la provincia de Mendoza en el centro y al sur los del territorio de Neuquen.

Los de la costa del Atlántico están en las provincias de Chubut y de Santa Cruz.

De todas las regiones es la más importante la del Atlántico, por los yacimientos de Comodoro Rivadavia, cuya producción ha pasado de 500.000 toneladas por año.

El petróleo extraído en esta zona, es muy conveniente como aceite combustible; tiene una densidad de 0,920 y contiene alrededor del 10 por 100 de aceites ligeros.

El petróleo de Plaza Huincul es excepcional, tiene una densidad de 0,842 y da más del 60 por 100 de productos ligeros.

El de la provincia de Mendoza contiene una gran cantidad de cera de parafina y da bastantes productos ligeros.

Ecuador.—La producción es importante, hallándose la región petrolífera entre la cordillera de los Andes y el Pacífico, extendiéndose en una longitud de 400 kilómetros por 100 de anchura.

La densidad del petróleo varía de 0,810 a 0,940.

Venezuela.—Se han encontrado grandes cantidades de petróleo en la cadena de montañas de Caracas y cerca del

lago Maracaibo. Varias Sociedades están haciendo explotaciones.

Se puede decir que en todas partes se encuentran trazas de petróleo, pero desgraciadamente para muchos países como el nuestro, la cantidad no es suficiente para la explotación.

En resumen, además de los países que ya hemos citado, los siguientes tienen también manifestaciones:

EUROPA

España en diferentes regiones; Portugal en los alrededores de Cintra; Inglaterra en el condado de Sussex, Escocia e Irlanda; Francia en el Jura, Herault, Grenoble, Landas, Bajos Pirineos, Lmagne, Garde; Grecia en Zante; Turquía Europea en Mitos; Bélgica en las Ardenas; Italia en Agrigente (Sicilia).

ASIA

Turquía Asiática en Trebizonda, Alejandria, Mar Muerto, Mossoul; Kurdistán cerca de Bagdad; China en la provincia de Shansi; Siberia; Corea; Islas Filipinas cerca de Manila; Formosa.

ÁFRICA

Congo en Angola, Bajo Ogooué, lago Isanla; Madagascar; región del Cabo en Rainbow y Fluck; Cameroun; Transvaal.

AMÉRICA

Colombia cerca del Río Colorado y del Río Magdalena; Brasil en la provincia de Goyaz, Para, Minas, Bahía, Pernambuco, Bolivia; Chile; Patagonia; Isla de Cuba; islas de Barbada, Puerto Rico y Santo Domingo.

OCEANÍA

Australia cerca de Sidney; Nueva Zelanda; Waiayana; Nueva Caledonia; Tasmania.

ORIGEN DE LOS ACEITES MINERALES

Las discusiones alrededor del origen de los aceites es una de las más combatidas, habiendo teorías que los achacan a un origen inorgánico y otras a origen orgánico.

Tanto una como otra deben ser elucidadas por los químicos y los geólogos.

El químico debe demostrar cuáles son las reacciones que se producen con los aceites y deducir las substancias y las condiciones en que se pueden producir esos aceites.

El geólogo debe determinar si los cuerpos empleados por el químico se encuentran en la Naturaleza en cantidades suficientes para dar lugar a las enormes cantidades de aceites minerales existentes y si las reacciones indicadas han podido realizarse en las condiciones dichas durante el curso de la vida de la tierra, fundándose en lo que se conoce de ella.

Vamos a exponer las teorías más importantes sin detenernos a desmenuzarlas y a comprobar hasta qué punto pueden explicar el origen verdadero de los aceites minerales.

SÍNTESIS INORGÁNICA

El origen para estas teorías está basado en el hecho de que cuando se disuelve la fundición en los ácidos se forma además de hidrógeno gases orgánicos y carburos líquidos del mismo olor que el petróleo.

Esta reacción ha sido estudiada a fondo por Cloëz, el que, tratando la fundición por el ácido sulfúrico diluido, ha

obtenido apreciables cantidades de carburos líquidos saturados y no saturados; eliminando las oleofinas con el bromo, purificando el residuo con el ácido sulfúrico concentrado y fraccionando, ha podido aislar el decano C₁₀H₂₂ y los términos siguientes de la serie del metano hasta el hexadecano C₁₆H₃₄.

Mendelejew se ha basado sobre estas experiencias para emitir su teoría, según la cual el aceite mineral ha debido formarse por la acción del vapor de agua recalentado sobre los carburos metálicos existentes en la bariésfera terrestre, debiendo haberse realizado en las capas muy profundas, en que los carburos están en estado incandescente y los vapores formados se condensaron en forma de petróleo líquido en las regiones superiores más frías; Byasson también desarrolló una teoría análoga por haber obtenido mezclas de carburos con el aspecto de petróleo por la acción del vapor de agua, del hidrógeno sulfurado y del ácido carbónico sobre el hierro calentado al rojo blanco.

Charitschkow ha demostrado que se pueden formar mezclas parecidas a los aceites minerales sin ácidos y sin la intervención del rojo blanco; ha podido obtener estos productos por la acción sobre la fundición muy carburada y a presión de disoluciones de cloruro o de sulfato de magnesio y de sal marina, dando sobre todo productos no saturados.

Moissan ha hecho estudios sobre la formación de varios hidrocarburos por la acción del agua a la temperatura ordinaria sobre diversos carburos metálicos; se sabe que partiendo del carburo de calcio se obtiene el metano; del carburo de aluminio, del metano, de los carburos de uranio y de las tierras raras se obtienen mezclas de carburos líquidos.

Ipatiew ha obtenido un producto análogo al petróleo calentando a alta presión el etileno o el isobutileno. La polimerización del etileno empezaba a 325 grados, siendo muy rápida entre 380 y 400 grados.

El producto líquido de esta polimerización empezaba a hervir a los 24 grados y contenía en las primeras fracciones, al mismo tiempo que las oleofinas, un 50 por 100 de carburos metánicos; en las siguientes había naftenos y carburos más pobres en hidrógeno; la parte que pasaba por encima de 280 grados, alrededor del 21 por 100, la destilaba en el agua, dando un aceite espeso, del que el 29 por 100 se disolvía en el ácido sulfúrico concentrado, no habiendo encontrado carburos aromáticos.

La reacción tenía también lugar en presencia del aluminio, pero en este caso se formaba mayor cantidad de carburos que pasaban antes de los 280 grados. No ha podido obtener estas reacciones de polimerización del etileno sin el empleo de la presión y con sólo el calor. Con el isobutileno se han obtenido resultados análogos.

Según Gaudechon y Berthelot, la polimerización del etileno y de carburos análogos dando carburos líquidos ha podido tener lugar en los períodos geológicos por la acción de los rayos ultravioletas del sol. Ellos han conseguido estas reacciones.

Los ensayos más importantes para la síntesis de los aceites minerales por vía inorgánica son debidos a Sabatier y Senderens, los cuales, basándose en la reducción del acetileno por el hidrógeno, empleando metales en polvo como catalizadores, da, según las condiciones, productos muy diferentes, pero aproximándose mucho por su composición a diversos tipos de aceites minerales.

Tratando el acetileno por el hidrógeno en presencia de níquel en polvo fino a temperaturas inferiores a 180 grados, se obtiene un líquido amarillo claro con densidad de 0,791, de magnífica fluorescencia y fuerte olor de nafta, compuesto principalmente por carburos metánicos y muy parecido al petróleo de Pensilvania.

Si se hace pasar sólo el acetileno sobre el níquel a 200 grados se obtiene un aceite; haciendo pasar los vapores de

este aceite de nuevo, y por encima de 210 grados, se obtiene otro aceite muy resistente a la mezcla sulfonítrica, compuesto sobre todo de naftenos y pequeñas cantidades de carburos saturados, es del tipo caucásico.

Haciendo pasar rápidamente la mezcla a 300 grados se obtiene un producto compuesto esencialmente por carburos saturados y naftenos parecido al petróleo galiciano.

Substituyendo el níquel por el cobalto se obtiene un producto rico en carburos aromáticos y no saturados parecido a los petróleos canadienses.

Antes que Sabatier y Senderens, Erdmann y Köthner habían llegado a resultados parecidos haciendo pasar el acetileno sobre cobre en polvo, destilando con polvo de cinc la combinación obtenida, obteniendo un aceite amarillo, que pasaba sobre todo entre 190 y 250 grados, compuesto de naftenos. Elevando la temperatura de destilación se aumentaba la cantidad de carburos aromáticos.

SINTESIS ORGÁNICA

Son muy interesantes las investigaciones de Engler y sus discípulos.

Se servían, como primera materia, de las grasas, principalmente de las de pescados, sometiéndolas a una destilación bajo presión, obteniendo desde el principio carburos líquidos, con muy buenos rendimientos.

Destiló entonces en un aparato Krey 492 kilogramos de grasa de pescado, bajo 10 atmósferas de presión y a 900 grados; al mismo tiempo que agua y gases combustibles, pasaba una fracción de aceite, conteniendo aún mucha grasa y ácidos grasos, que debía redestilar.

Obtuvo de esta forma 299 kilogramos (60,8 por 100) de un aceite de densidad 0,8105 que se componía de 9/10 de carburos, con color pardo, una gran fluorescencia verde y olor de acroleína. La destilación fraccionada del purificado con

ácido sulfúrico, dió, sobre todo en las fracciones inferiores, carburos saturados. De las que pasaban por encima de 300 grados, se separó parafina cristalizada, fundiendo a 49-51 grados y aceites de engrase. También había oleofinas, carburos aromáticos y naftenos.

Resultados análogos se han obtenido, por destilación bajo presión, de otras grasas y aceites vegetales y animales, de la estearina y de los ácidos esteárico y oleico.

Según Kükler, basta con la simple calefacción de las grasas aun sin presión, para obtener productos parecidos a los aceites minerales, habiendo obtenido, por calefacción de la oleína a 370 grados, un aceite pardo negruzco, con densidad 0,919, que destilándolo, daba destilados con olor de petróleo y un residuo parecido al asfalto.

Kobayashi ha preparado aceites minerales artificiales, por destilación de distintos aceites de pescados, sin presión y en presencia de tierra ácida $A12O3 \cdot 6SiO2 + H2O$, conteniendo el producto obtenido ácidos nafténicos.

HIPÓTESIS DE FORMACIÓN

La posibilidad de obtener en el laboratorio aceites minerales artificiales, partiendo tanto de materias orgánicas como inorgánicas, da lugar a los dos grupos de hipótesis.

Según la inorgánica, Mendelejew, Berthelot, etc., las primeras materias necesarias deben buscarse en las capas profundas de la tierra, probablemente muy ricas en carbono y carburos metálicos.

Según Mendelejew, el aceite mineral se ha formado, por la acción sobre los carburos metálicos al rojo, sobre todo el de hierro, del agua de infiltración.

Sabatier y Senderens admiten que en las capas profundas de la tierra hay metales alcalinos y alcalinotérreos, en estado libre, así como sus carburos; el agua que se infiltra desprende con los metales libres hidrógeno, con los carbu-

ros acetileno, y que la mezcla de los dos se encuentra en las profundidades con los metales como el hierro, níquel, cobalto, formándose los aceites minerales.

Hay otra hipótesis que se llama cósmica, según la cual el aceite mineral se ha formado por condensación de los carburos simples que en otras épocas geológicas estaban contenidos en la atmósfera. Se hace valer en favor de esta teoría que en los espectros de varios cometas se encuentran rayas correspondientes a los carburos de hidrógeno y que en ciertos meteoritos se han encontrado inclusiones aceitosas parecidas a la nafta.

El grupo de origen orgánico es más numeroso.

La más importante parece ser la de Engler y Höfer. Ven en los restos de organismos animales o vegetales la primera materia que ha servido a la Naturaleza para la formación de los aceites minerales.

El punto más importante de todas las teorías es saber si los productos formados son idénticos a los naturales.

Claro es que por ambas teorías se obtienen carburos, pero hay que saber si los otros constituyentes menos importantes, pero característicos de los aceites minerales naturales, existen en ellos.

Podemos citar entre estos constituyentes las combinaciones oxigenadas, ácidos, fenoles, ceras; bases nitrogenadas, piridina; combinaciones sulfuradas, asfaltos y resinas.

La mayoría de estos cuerpos se pueden explicar por las dos teorías. Las resinas y asfaltos, por oxidación y polimerización de los hidrocarburos no saturados; las sulfuradas y nitradas, por la acción del hidrógeno sulfurado y del amoníaco; pero el hecho de que el azufre y el nitrógeno aumenten o disminuyan simultáneamente es una grave objeción a la hipótesis inorgánica, a menos de aceptar, lo cual es casi imposible, que los cuerpos que han formado los aceites han tenido siempre la ocasión de reaccionar con el hidrógeno sulfurado y con el amoníaco.

La hipótesis orgánica encuentra en las sustancias proteicas una fuente común a estas dos combinaciones y explica sin dificultad el paralelismo de los contenidos en azufre y en nitrógeno.

Las hipótesis inorgánicas deben explicar el gran contenido de muchos aceites, de carburos saturados, por la reducción por el hidrógeno, de las oleofinas y de los acetilenos, que se han formado primeramente. Pero entonces, como lo ha demostrado Philips, la ausencia de hidrógeno en los aceites y en casi todos los gases naturales es inexplicable.

Las experiencias de Hahn y Strutz están también en contradicción con la teoría inorgánica. Según éstos, los carburos metálicos no dan hidrocarburos, más que con el agua líquida, el vapor de agua húmedo, pero no bajo la acción del vapor de agua recalentado, y precisamente es éste el único que ha podido obrar en la tierra.

El argumento más importante que se presenta contra la hipótesis inorgánica y en favor de la orgánica, es el poder rotatorio de los aceites brutos.

Hay un hecho conocido que es el siguiente: En toda síntesis partiendo de sustancias que no tienen poder rotatorio, los productos obtenidos tampoco lo tienen.

Partiendo de este hecho, no se puede por síntesis inorgánica, formar aceite mineral, dotado del poder rotatorio.

En cambio, por síntesis orgánica se pueden formar aceites dotados de ese poder, por haber muchas sustancias entre los organismos vegetales y animales que lo tienen.

Claro es que puede pensarse que los cuerpos que dan el poder rotatorio a los aceites de origen orgánico, podrían dárselo a los inorgánicos. Así, entre los factores asimétricos que obran sobre la tierra, hay uno sólo que permite creer que su acción puede dar el poder rotatorio, sin haberse todavía demostrado palpablemente.

Este factor es la polarización de la luz del cielo, con re-

lación al campo magnético terrestre, que produce la polarización rotatoria de la luz. Ahora bien: la influencia de esta luz no se puede hacer sentir más que en la superficie de la tierra y poner en acción la actividad del protoplasma; el aceite mineral que se encuentra en las profundidades de la tierra no puede sufrir la acción de este factor. La asimetría del campo magnético terrestre, por la cual han querido algunos demostrar el poder rotatorio de los aceites minerales, no es bastante, según ha probado Byk.

Podría también creerse que el poder rotatorio de los aceites minerales, que primitivamente no lo poseían, provenía de la acción de microorganismos, pero los conocimientos que se poseen sobre los aceites, hacen que esta hipótesis sea desechada.

Hay aún la hipótesis de Chardin, según la cual la actividad óptica de los aceites minerales ha sido adquirida durante el curso de su emigración, por disolución de los restos de descomposición orgánica, tanto animal como vegetal, encontrados en su camino. Pero esta teoría no es cierta tampoco, porque hay aceites minerales que no han sufrido ninguna emigración y que sin embargo poseen el poder rotatorio, y también porque sería bien raro que todos los aceites minerales hubiesen encontrado durante su cambio de situación productos de descomposición orgánica.

Vemos, por lo tanto, que solamente la hipótesis de la formación orgánica de los aceites minerales, explica sin esfuerzos, tanto su composición química como su actividad óptica, mientras que la inorgánica necesita apoyarse sobre hipótesis nada posibles y desprovistas de bases experimentales.

La mayoría de los geólogos aceptan también el origen orgánico de los aceites minerales.

Claro es que, para ciertos casos particulares, puede ser aceptada la teoría inorgánica, como ocurre con los petróleos de Riom (Limagne) encontrados a 1.200 metros de pro-

fundidad, y en relación muy estrecha con rocas eruptivas, a los cuales Moissan ha dado como origen las reacciones inorgánicas.

Después de aceptada la hipótesis orgánica, hay evidentemente la cuestión de saber qué organismos han podido dar origen a los aceites brutos. Cuál era su composición. Qué transformaciones han sufrido hasta llegar al estado de aceites.

El estudiar a fondo esta cuestión, conduciría a una serie de controversias.

Expondremos la teoría de Engler, que es la mejor estudiada y la más extendida.

Partiendo de sus estudios experimentales, Engler opina que la primera materia más importante para la formación de los aceites minerales, han sido los diversos cuerpos grasos, grasas sólidas y líquidas, ceras-grasas y ceras, de los organismos muertos, tanto animales como vegetales.

Las albúminas pueden también ayudar indirectamente y en cantidad mínima, por eliminación de los ácidos grasos.

La fracción principal de la albúmina, así como las otras partes orgánicas de los animales y plantas, se destruye por putrefacción, lo que explica la poca cantidad de nitrógeno de la mayoría de los aceites.

La primera reacción de los cuerpos grasos en su destrucción, es la eliminación de la glicerina bajo la acción del agua o de los fermentos, y la separación de los ácidos grasos insolubles y libres.

El paso a aceite mineral de los ácidos grasos, así como el de las grasas y ceras no descompuestas, se hace en dos fases.

En la primera hay descomposición lenta, bien sea por destilación bajo presión, bien por el efecto del calor y la presión sin destilación.

En la segunda se reconstituyen lentamente las moléculas más complejas (aceites de engrase) por polimerización

y adición, y se forman naftenos por yuxtaposición de fragmentos no saturados, procedentes de la descomposición primaria, formándose a veces productos asfálticos, por fijación del oxígeno y del azufre.

Al producto primario de descomposición de las grasas y de los ácidos grasos, ricos en combinaciones no saturadas, lo llama Engler protopetróleo.

Hay sabios que aun creyendo en la formación orgánica de los petróleos, no admiten las teorías de Engler íntegramente; así, Zaloziecki y Walden creen que las resinas vegetales son una de las sustancias madres de los aceites vegetales de mas importancia.

Sobre los fenómenos de transformación de la sustancia primitiva, las opiniones son muy divergentes también.

A. Pictet, basándose sobre las experiencias de destilación del carbón en el vacío, ha emitido la hipótesis que el aceite mineral se ha formado en parte, por una destilación lenta a baja temperatura, de la hulla. Evidentemente que el alquitrán primario es muy parecido en su composición a los aceites brutos minerales, pero geológicamente es muy dudosa esta formación. Además, el alquitrán primario contiene gran cantidad de fenoles, y en los aceites minerales este cuerpo se encuentra en pequeñas proporciones.

Los ensayos de Mailhe sobre hidrogenación de los aceites, tanto vegetales como animales, viene a apoyar la hipótesis del origen orgánico de los aceites minerales, pudiendo admitir que la primera materia madre ha sido lo mismo vegetal que animal.

En efecto: bajo la acción de los óxidos, carbonatos o silicatos metálicos y la del calor terrestre, los aceites orgánicos han sufrido una descomposición, dando lugar a productos gaseosos H, CO, CO₂, CH₄ y los primeros términos de carburos de hidrógeno, así como productos líquidos, saturados y no saturados. En total, todos los hidrocarburos desde el primer término hasta el de los ácidos más superiores.

Al mismo tiempo el calor habrá provocado un cracking, tanto más completo, puesto que se ha efectuado bajo presión, dando también lugar a carburos de hidrógeno, que son los que se encuentran en los petróleos.

Dependerá de la temperatura a que se haya hecho la descomposición la clase de hidrocarburos formados.

Si la temperatura es baja, habrá simple cracking con formación de hidrocarburos de cadena larga (petróleos de Pensilvania).

A temperatura superior, hay ya reacciones pirogenadas que han cerrado por completo la cadena (petróleos del Cáucaso) o de una manera parcial (petróleos de Borneo, California y Rumania).

Una vez que ha tenido lugar esta primera descomposición, los hidrocarburos formados han sido hidrogenados en contacto con los metales muy divididos existentes en la corteza terrestre, que ha hecho se saturen los carburos etilénicos formados durante el primer cracking. Esta será la causa de la casi ausencia de ellos en los petróleos naturales.

Por saturación, los carburos etilénicos se habrán convertido en forménicos (Pensilvania), ciclohexámicos (Bakou) y si la temperatura de hidrogenación ha sido muy elevada, en bencina, tolueno, etc. (Rumania, Borneo).

Claro es que los aceites naturales tal y como se encuentran en la actualidad, pueden sufrir transformaciones.

Siempre hay evaporaciones y oxidaciones por el aire, dando lugar a asfaltos, y si los aceites son parafinosos, a la ozokerita.

Otro de los fenómenos de transformación de los aceites, y que se presenta con frecuencia, es debido a la emigración.

Un aceite mineral que se desplaza a consecuencia de la presión de los gases subterráneos o del agua, atraviesa una serie de capas porosas, habiendo modificaciones por filtración. Los componentes pesados, asfálticos, no saturados,

ácidos, sulfurados y coloreados, son retenidos más o menos por la capa filtrante, y el aceite filtrado es más ligero, más claro, más pobre en carburos no saturados y en combinaciones análogas que el aceite inicial.

Según la hipótesis emitida por Day, el aceite de Pensilvania, ligero, claro, rico en carburos saturados, debe haberse formado de este modo, partiendo del de Ohio, pesado, obscuro, rico en asfaltos y en azufre.

Kwitka, Herr y Rakusin admiten un origen análogo, para los aceites llamados blancos de Ssurachany, partiendo de los de Eybat.

Sobre el origen de los aceites minerales ligeros, se ha emitido la idea de que podrían proceder de la destilación de productos más pesados y profundos, y de su condensación en zonas más altas y frías.

INDUSTRIA DEL ALQUITRAN

Ya en el año 1683 Becher trató de extraer de la hulla un alquitrán mineral que fuese superior al alquitrán vegetal que se extraía en Suecia. Henry Haskins en 1746 pidió una patente inglesa sobre: *Un nuevo sistema para extraer del alquitrán una esencia y un aceite, y por el mismo procedimiento obtener la mejor brea.*

En 1758, el Príncipe de Nassau-Sarrebruck construyó una gran instalación para desarrollar el proyecto de preparar la brea por extracción de la hulla. En 1781, Lord Dundonal obtuvo la patente inglesa número 1.291, para la extracción y preparación partiendo de la hulla, del alquitrán, de la brea, de aceites líquidos, de álcalis líquidos, de ácidos minerales, de sales y de cok. En 1815, Accum destiló el alquitrán de hulla en recipientes cerrados, con el objeto de obtener un aceite que pudiese reemplazar a la esencia de trementina.

Los productos obtenidos del alquitrán no presentaban

por el momento ninguna importancia, en tanto no se obtuviese el alquitrán en gran cantidad, como producto secundario de la destilación de la hulla, a lo que se llegó, por la fabricación del gas del alumbrado.

La primera aplicación del alquitrán, obtenido como subproducto del gas del alumbrado, fué hecha por W. Murdoch, para la impregnación de las maderas empleadas en la construcción; un poco más tarde se empleó como combustible para la calefacción de las retortas de gas y para la fabricación de gas del alumbrado, gasificándolo en unas retortas mezcladas con cok.

Al principio de la industria del gas, el alquitrán era considerado como un subproducto bastante molesto, pues no se había ensayado la aplicación a la impregnación de las maderas y de los metales hasta más tarde. En Alemania se le empleaba para impermeabilizar las cubiertas, en substitución del alquitrán de madera, que se empleaba en Suecia con ese objeto.

En 1846, Brönnner extrajo del alquitrán los aceites ligeros formados principalmente de benzol, y un poco más tarde obtuvo también los aceites de creosota, vendiéndose los aceites pesados, que se emplearon en la impregnación de las traviesas de ferrocarril.

Entre tanto, la industria del gas del alumbrado se desarrolló grandemente en Inglaterra, y ya en 1830, la fábrica de productos químicos del Dr. Anderson, de Edimburgo, producía el cloruro amónico procedente de las aguas amoniacales y extraía del alquitrán una especie de nafta, que se redestilaba después de haberla tratado por el ácido sulfúrico. Este producto purificado por destilación, se le empleaba como disolvente del caucho en las fábricas Macintosh, de Glasgow, empleándose el residuo de la destilación en la fabricación del negro de humo.

En 1847, Mansfield fabricó industrialmente un benzol suficientemente puro, para emplearlo como sistema de

alumbrado y para preparar la esencia de mirbana o esencia artificial de almendras amargas.

En 1849, Guinon, en Lyon, aplicó el ácido pícrico para teñir la seda; este ácido se obtenía por la nitrificación del fenol extraído del alquitrán de hulla. En 1856, W. H. Perkin obtuvo el primer color de violeta derivado de la anilina: la malveína. En 1859, Verguin descubrió la fuchina y creó la industria de las materias colorantes, derivadas del alquitrán. En 1863 apareció el primer procedimiento práctico de la fabricación del negro de anilina. Entre 1863 y 1864 se creó la industria del amarillo Martius, del pardo de Manchester y de Bismarck. En 1868-69, como consecuencia de los trabajos de Grabe y de Liebermann, nació la industria de la alizarina artificial derivada del antraceno. La industria de las materias colorantes artificiales dió gran impulso a la industria del alquitrán, convirtiéndose este producto secundario en una buena fuente de beneficios para la industria del gas del alumbrado.

La primera destilería grande de alquitrán se instaló en Alemania el año 1860, empezándose en esta época el empleo de los aceites pesados para la impregnación de maderas, principalmente de traviesas del ferrocarril.

Al mismo tiempo, la industria de la destilación del alquitrán se desarrollaba notablemente en Inglaterra, favorecida por la gran cantidad de alquitrán producido en las fábricas de alumbrado. Al principio de la industria de los colorantes derivados del alquitrán, Alemania no disponía de la primera materia en cantidad suficiente, debiendo importar el alquitrán bruto o tratado en parte de Inglaterra y de Francia, en que la industria de los colorantes estaba en estado naciente. Las fábricas pequeñas de gas, debido al precio de los transportes del alquitrán, preferían quemarlo para calentar las retortas, en vez de destilarlo.

La industria de la alizarina artificial se desarrolló rápidamente en Alemania e Inglaterra, y en menos de diez

años, el producto natural fué completamente reemplazado por el artificial.

En 1870, el precio de la materia colorante pura era de 70 pesetas el kilogramo, y en 1884 la producción de alizarina artificial era de 1.350 toneladas. En 1900, de 2.000, en las que 1.600 procedían de Alemania. El precio era de 10 a 15 pesetas inferior en kilogramo al de la natural y en esta época, el valor de la exportación alemana de materias colorantes derivadas del antraceno era de unos 30 millones de pesetas.

En 1897, después de más de treinta años de investigaciones repetidas, el indigo artificial fué aplicado definitivamente, gracias a los trabajos de Bayer, en la gran industria. Este producto no ha reemplazado todavía completamente al producto natural, pero no pasará mucho tiempo sin que el producto sintético substituya por completo al natural. En 1913, Alemania exportó 66 millones de pesetas de indigo artificial.

Al mismo tiempo, Alemania ha encontrado una fuente riquísima de benzoles y alquitranes para su industria química, en los subproductos de los hornos de cok; además no importa más que la materia bruta, que la exporta transformado en productos puros.

Los subproductos de la destilación del alquitrán, como los aceites y breas, que no se emplean en la fabricación de productos químicos, se utilizan de distintas formas. Los aceites pesados se emplean mucho en la impregnación de maderas; la brea, que representa aproximadamente un 50 por 100 del alquitrán destilado, se utiliza como aglomerante de los menudos del carbón; una parte importante de alquitrán, privado de los elementos útiles en la fabricación de productos químicos, se emplea para la fabricación de cartones impermeables, de barnices al alquitrán, de alquitranes preparados, de asfaltos artificiales, de enlucidos para maderas, de tubos de asfalto, para el alquitranado de papeles y para el de carreteras.

Las materias colorantes artificiales constituyen la mayor parte de los derivados del alquitrán; las otras ramas comprenden los productos sintéticos, como los medicinales, explosivos, perfumes, etc.

Por los cálculos de C. Duisberg, la producción alemana de productos sintéticos, derivados del alquitrán, representaba en 1911 los tres cuartos de la producción mundial, con un valor de 625 millones de pesetas. El número de materias colorantes obtenidas por síntesis es de varios millares, y E. Noelting afirma que el número de productos químicos definidos que se encuentran en el comercio es superior a 2.000.

La mayor parte de las materias colorantes son colores nítricos, unos 350; los de anilina, unos 80; los de azufre, 50 a 60; los de alizarina, 30.

Como ya hemos dicho, el país más productor en materias colorantes derivadas del alquitrán es Alemania; sigue después Suiza; luego Inglaterra, Francia, Austria, Holanda y España.

Durante estos últimos diez años la industria de los derivados del alquitrán ha tomado un gran incremento, y aunque Alemania figura a la cabeza, ya no posee el monopolio de esta industria.

Así por ejemplo: los Estados Unidos, que en 1914 importaron 20.000 toneladas de materias colorantes de un valor de 9.502.712 dólares, en 1924 importaron solamente 1.281 toneladas de un valor de 2.830.698 dólares.

La industria italiana, que en 1914 era por así decirlo nula, en 1923 produjo 3.500 toneladas de negro de azufre en pasta. En 1927 ha producido 1.000 toneladas de colores nítricos y más de 100 de colores básicos y ácidos diversos, al mismo tiempo que el consumo del país en aceite y clorhidrato de anilina estaba cubierto por la producción natural. Vista en conjunto, la producción italiana actual suministra un 60 por 100 de las necesidades del país y ciertos de sus

productos intermedios son exportados a Francia, Suiza, Holanda y Polonia.

Si tenemos en cuenta que Italia no produce carbón, debiendo importar su casi total consumo, vemos un ejemplo palpable de lo que puede conseguir un pueblo que desea por todos cuantos medios están a su alcance hacerse independiente del Extranjero. Nosotros, que tenemos carbón en abundancia, que estamos viendo la crisis aguda por que atraviesa nuestra industria carbonera, que podemos ser completamente independientes de Inglaterra, Alemania, etcétera, debemos hacer todos los esfuerzos, aun sobrehumanos, para que primeramente baste y sobre a todas las necesidades actuales y futuras nuestra producción de combustibles, y en segundo lugar, para desarrollar las industrias de destilación y carbonización hasta tal punto, que los productos químicos, colorantes, carburantes, aceites de engrase, combustibles líquidos y cok metalúrgico *sean exclusivamente nacionales*.

Debemos también tener en cuenta, principalmente para nuestra Patria, que no es solamente el período de paz el que debe ser estudiado con interés, sino prever lo que sería de nosotros en el caso de un conflicto guerrero, en el que se nos suprimiese toda relación de aprovisionamiento.

Hoy en día, que una gran parte de la tracción es mecánica, empleándose para ello motores de aceites ligeros y pesados; que la aviación emplea los benzoles y esencias ligeras; que los barcos de guerra, tanto de superficie como submarinos emplean motores de combustión interna; que el desarrollo de los automóviles para usos particulares aumenta considerablemente; que la mayoría de los explosivos de gran potencia son de origen hidrocarburado; en fin, que la vida moderna toda consume miles y miles de toneladas diarias de combustibles líquidos, ligeros y pesados, ¿nos hemos dado cuenta los españoles lo que sería de nosotros y del tiempo que podría durar nuestra resistencia?

No es solamente, pues, la vida en período de paz lo que interesa; es la integridad y la defensa del suelo, y éste, sin una industria independiente en cuanto a carburantes y combustibles líquidos se refiere, está en un continuo compromiso.

Espíritus internacionalistas y soñadores nos dirán que es ridículo pensar en conflictos armados después de la constitución de la Sociedad de las Naciones y de la firma del pacto Kellogg; pero todos sabemos que los pactos y compromisos son papeles mojados el día que se atenta al honor de una nación.

Además, tenemos el ejemplo palpable de lo ocurrido últimamente en Inglaterra, que a pesar de formar parte de la Sociedad de las Naciones y ser una de sus grandes propagandistas, de haber firmado el pacto Kellogg y de hablar continuamente de paz, ha hecho durante el mes de agosto importantísimas maniobras de aviación para estudiar el grado de defensa de Londres.

Si los ingleses estuviesen tan convencidos de la paz, ¿para qué estudiar con tanto afán las defensas guerreras?

Indudablemente, la máxima *si vis pacem, para bellum*, es la que debe servir de norma a toda nación, que como la nuestra, debe mirar a su porvenir y grandeza.

Pero para la defensa de nuestro suelo, ¿qué tenemos hoy en día como industria propia?

Poco o nada. Nuestra industria siderúrgica produce escasamente lo necesario para las necesidades de paz, pero sería incapaz en tiempo de guerra.

Nuestra industria carbonera, por abandonos, negligencias y faltas de medios de transporte y explotación, no produce lo suficiente en cantidad y calidad para la industria actual. Importamos grandes cantidades de carbón extranjero, lo que supone una gran exportación de monedas y un desequilibrio en la balanza comercial, teniendo como tenemos riquezas enormes en carbones de todas clases desde

las antracitas hasta los lignitos, que permitirían hacernos independientes en combustibles sólidos naturales, en coques y para empezar, en gran cantidad de carburantes y combustibles líquidos, si se aplicasen métodos modernos de carbonización, cokización y transformación.

No sólo la explotación racional de nuestra riqueza carbonífera nos proporcionaría los elementos necesarios a unas industrias siderúrgica, química (colorantes), carburantes y combustibles líquidos, florecientes, sino que también los compuestos amoniacales ya obtenidos directamente en la recuperación de la destilación, como los de síntesis, nos proporcionarían los elementos necesarios para la fabricación de explosivos, abonos nitrogenados e industrias derivadas, que nos ahorrarían la exportación de grandes capitales y nos independizarían también en cuanto a la agricultura se refiere.

No debe olvidarse, igualmente, que se dispondría de gran cantidad de cok o semicok, que serviría para alimentar centrales térmicas, que vendrían en muchos casos a servir de reservas de las hidroeléctricas, y en todos, a aumentar la fuerza disponible, lo cual puede traducirse por un aumento de industria y por lo tanto de riqueza.

Otra consideración a favor del desarrollo de la industria carbonera y de sus derivados está en que desgraciadamente por el momento y sin que pueda precisarse si lo conseguiremos, nuestra producción de petróleos es nula y deberemos por lo tanto buscar los substitutivos en aquellos elementos que la Naturaleza nos ha prodigado, siendo cuestión de honor para el Cuerpo de Minas el marchar a la cabeza del movimiento de independencia en carburantes y combustibles líquidos y de encargarse de todo cuanto a las industrias derivadas del carbón corresponde.

DIFERENTES CLASES DE ALQUITRAN

Antes de pasar al estudio del tratamiento de los alquitranes y de la obtención de los distintos productos comerciales que de ellos pueden extraerse, conviene hacer una ligera reseña de los diferentes orígenes que pueden tener.

Las fuentes de alquitranes son abundantes:

Fabricación de gas del alumbrado, bien sea por destilación seca o por carbonización a baja temperatura, partiendo de la hulla.

Fabricación del cok metalúrgico.

Altos hornos.

Fabricación del gas de agua carburado.

Fabricación del gas de aceite.

Destilación o carbonización de lignitos.

Destilación de la turba.

Destilación de esquistos.

ALQUITRANES OBTENIDOS EN LA FABRICACION DEL GAS

En general, es la hulla la principalmente empleada para la fabricación del gas del alumbrado, aunque hay otras materias tales como la madera, turba, lignito, esquistos, etcétera, que destilados en vaso cerrado, producen gas de alumbrado.

Sin embargo, no todas las hullas se prestan a la fabricación del gas, por dar muy distintos resultados según su naturaleza.

Las mejores para el empleo en la fabricación del gas son las hullas bituminosas. Encierran de 75 a 90 por 100 de C y de 5 a 20 por 100 de O. Son muy utilizadas para usos domésticos, desprendiendo mucho humo en su combustión.

Cuando aglomeran, son las más llamadas a la fabricación del gas, por dar al mismo tiempo un cok compacto.

La destilación de las hullas para la fabricación del gas consiste en someterlas a la acción del calor, fuera del contacto del aire, hasta descomponer todos los elementos orgánicos en ellas encerrados, obteniéndose: productos gaseosos permanentes (gas del alumbrado), productos condensables (alquitrán y aguas amoniacaes), residuo sólido (cok); esta operación es la destilación seca y se opera a temperaturas que llegan hasta 1.100 grados.

La operación tiene lugar, introduciendo la hulla en un recipiente cerrado, retorta o cámara de destilación, calentando este recipiente en un horno y manteniendo la temperatura durante un cierto número de horas que en algunos casos llegan a veinticuatro y pasan. Bajo la acción del calor, los productos volátiles se desprenden y queda como residuo en la retorta o cámara el cok. Los productos volátiles tratados convenientemente, se separan en productos no condensables (gas) y en productos condensables (alquitrán y aguas amoniacaes).

Por experiencia se ha visto que el rendimiento en productos volátiles depende de una serie de factores, de los que los principales son:

Duración de la destilación.

Temperatura a la cual se ha efectuado.

Calidad del carbón destilado.

Forma de circulación de los gases, una vez desprendidos.

Estado físico del carbón empleado.

Grado de lleno, de la cámara de destilación.

Perfil de las cámaras, etc., etc.

Influencia de la calidad del carbón sobre los productos desfilados.—El mejor rendimiento se obtiene con los llamados carbones de gas. Debido a los progresos de esta

industria, el rendimiento en gas ha aumentado de una media de 225 metros cúbicos por tonelada en 1858 a la de 340 que se obtienen actualmente por procedimientos perfeccionados. En cuanto al poder luminoso depende de la cantidad de productos hidrocarburoados pesados contenidos, y los carbones muy bituminosos que los proporcionan dan en general un mal cok.

Según Burgess y Wheeler, el carbón contiene una substancia celulósica, que en el período de gasificación da hidrocarburos de la serie del metano, una resina o goma que aglomera la substancia celulósica y algunos hidrocarburos superiores que se descomponen entre los 700 y 800 grados. Esta opinión ha sido confirmada por los trabajos de Erdmann y Schäfer, que destilando la celulosa, han obtenido óxido de carbono, metano e hidrógeno y solamente trazas de hidrocarburos pesados; por un kilogramo de carbón estos químicos han obtenido: a 600 grados, 99 centímetros cúbicos; a 800 grados, 327 centímetros cúbicos; a 1.100 grados, 327 centímetros cúbicos.

Claro es que estos rendimientos de que hablamos se refieren a carbones bituminosos de gas, pues con los otros el rendimiento es mucho menor.

Según A. R. Warner, los productos de condensación a distintas temperaturas, es el siguiente:

| | DESTILADO ACUOSO | | | ACEITES | | | |
|----------------|------------------|---------------|-------------|-------------------|--------------|-------------|----------------------|
| | Agua % | Amoniaco % | Acidos % | Bases % | Fenoles % | Acidos % | Aceites neutros % |
| Hasta 90°.... | 7 | — | — | — | — | — | — |
| De 90 a 270°.. | 15 | 0,003 | 0,10 | Trazas | — | 0,002 | 0,007 |
| De 270 a 410°. | 2,5 | 0,002 | — | Trazas | — | 0,002 | 0,015 |
| De 410 a 550°. | 2 | 0,004 | — | No está examinado | | | |
| De 270 a 550°. | 1,7 | 0,04 | 0,01 | 0,02 | 0,65 | 0,023 | 0,300 |

Influencia de la carga.—Verdier y Teulon han demostrado que en las retortas horizontales las grandes cargas dan un alquitrán de mejor calidad.

Parece ser que los elementos constitutivos del alquitrán, que tienen sus moléculas más o menos complejas, se destruyen cuando permanecen algún tiempo en el espacio libre de la retorta y bajo la acción del calor. Esto parece explicar el porqué con una misma retorta el alquitrán se descompone mejor por cargas pequeñas que por grandes cargas y que para una misma carga, el alquitrán se descompone más en una retorta grande que en una pequeña.

| Alquitrán de barrilete | CARGA DE 800 KILOGRAMOS POR DÍA REPARTIDA EN: | | |
|-------------------------|-----------------------------------------------|------------------------------|----------------------------|
| | 4 cargas de 200 en 6 horas | 5 cargas de 160 en 4 h., 48' | 6 cargas de 135 en 4 horas |
| Densidad..... | 1,295 | 1,321 | 1,360 |
| Aceites ligeros %..... | 1,250 | 1,070 | 0,800 |
| Aceites pesados %..... | 21,480 | 19,800 | 20,120 |
| Brea %..... | 75,900 | 77,700 | 78,240 |
| Carbón insoluble %..... | 29,970 | 32,350 | 35,500 |

También la presión en el interior de la retorta tiene gran influencia en los productos de la destilación, así como la forma de la misma, como puede verse por el cuadro siguiente, establecido por Bertelsmann, con cuatro carbones diferentes y empleando cámaras o retortas:

| CLASE DE CARBÓN | Cok. — Kgs. | Alquitrán. — Kgs. | Agua amoniacal. — Kgs. | Gas. — Metros cúbicos. |
|-----------------------|-------------------|-------------------------|------------------------------|------------------------------|
| SARRE | | | | |
| Horno de cámaras..... | 70,52 | 7,23 | 4,74 | 30,07 |
| » de retortas..... | 67,10 | 6,10 | 5,76 | 30,14 |
| BOHEMIA | | | | |
| Horno de cámaras..... | 63,89 | 4,96 | 13,44 | 27,96 |
| » de retortas..... | 61,38 | 8,05 | 10,34 | 28,08 |
| SILESIA | | | | |
| Horno de cámaras..... | 69,18 | 3,57 | 6,71 | 29,16 |
| » de retortas..... | 68,20 | 5,58 | 5,50 | 29,80 |
| RUHR | | | | |
| Horno de cámaras..... | 70,81 | 3,85 | 7,07 | 28,13 |
| » de retortas..... | 70,84 | 5,67 | 4,20 | 26,48 |

Rendimiento calorífico.—Calculado el poder calorífico de cada uno de los elementos obtenidos en la destilación, gas, alquitrán y cok se obtendrá el poder calorífico de la hulla empleada. Teniendo en cuenta que una parte del cok obtenido se emplea en la calefacción en general, de 100 kilogramos destilados se obtienen 70 de cok, del que un 20 por 100 son empleados en la calefacción, quedando aproximadamente unos 50 para la venta.

Con los métodos modernos se obtienen unos 340 metros cúbicos de gas de 5.300 calorías, lo que corresponde a 18.000 calorías por 100 kilogramos.

El cok, cuando la instalación es buena, suele producir unos 135 a 165 kilogramos por cada 100 metros cúbicos, variando su calidad y cantidad según la temperatura de la destilación, la forma de los aparatos y el modo de trabajo.

Temperatura de destilación.—A medida que la temperatura aumenta, los hidrocarburos de la serie grasa, para-

finas, oleofinas, tienden a disminuir y los carburos aromáticos aumentan; la naftalina y el antraceno también aumentan, así como los derivados nítricos de la serie bencénica, disminuyendo los derivados nítricos aromáticos; el carbono fijo también aumenta.

En general, un buen rendimiento de la fabricación del gas es:

| | |
|----------------------------|-----------------------|
| Gas..... | 320 metros cúbicos. |
| Cok..... | 550 a 600 kilogramos. |
| Esencias..... | 8 a 10 » |
| Aceites pesados..... | 15 » |
| Hidrocarburos sólidos..... | 4 » |
| Brea..... | 20 » |

Hoy en día, en toda instalación de alguna importancia, después de la condensación de los alquitranes se extrae el benzol contenido en el gas y que varía entre 25 y 40 gramos por metro cúbico de gas. Si se tiene en cuenta que una tonelada de hulla produce por término medio 300 metros cúbicos, vemos que de los gases se pueden recuperar de 750 a 1.200 gramos de benzol por tonelada tratada, cantidad nada despreciable, sobre todo en países como el nuestro, en el que no se dispone de combustibles líquidos naturales, además de otras aplicaciones industriales, como la fabricación de explosivos, motivo que obligó durante la guerra al desbenzolaje en las fábricas de las naciones beligerantes. Con ello se disminuye en un 55 a 60 por 100 el poder lumínico del gas.

DESTILACIÓN A BAJA TEMPERATURA

Alquitrán primario.—Destilando en el vacío, Wheeler ha hecho las siguientes observaciones, aumentando progresivamente la temperatura durante diez y seis días. La mayor parte del H queda en el cok, aun a 400 grados, y aun con un vacío intenso. A 400 grados empieza la descomposición

de los compuestos hidrogenados, y el agua se ha desprendido entre los 200 y 450 grados. El alquitrán empieza a los 310 grados. Los gases contienen hidrocarburos volátiles de densidad 0,699 y de un punto de ebullición comprendido entre 35 y 125 grados. El rendimiento en alquitrán es de un 6,5 por 100.

Randohr, destilando el lignito en una corriente de vapor, ha obtenido resultados análogos a los obtenidos por destilación en el vacío. Pictet, con una hulla de gas y elevando la temperatura de 150 a 450 grados en cinco horas, con una presión de 15-17 milímetros al principio y de 40 al final y mientras se desprendían los gases, ha obtenido 4 por 100 de alquitrán y 1,5 por 100 de un líquido acuoso de reacción ácida que no contenía amoníaco.

Bornstein ha observado que el alquitrán obtenido en la destilación en el vacío y el de baja temperatura a presión ordinaria son diferentes al alquitrán ordinario; que no contienen naftalina y antraceno, pero en cambio tienen parafina y productos lubricantes; destilando distintas clases de carbón a 450 grados, el rendimiento en alquitrán varió de 3 a 9 por 100, el peso específico del alquitrán era inferior a la unidad.

Parr y Olin, destilando con vapor de agua entre 400 y 500 grados, han obtenido un alquitrán bastante fluido, con densidad 1,069, dando 18 por 100 de aceites ligeros por debajo de 210 grados y 28-30 por 100 de fracciones ácidas entre 210 y 235 grados, además de 1,35 por 100 de carbono libre; no había naftalina y el semicok contenía todavía un 18 por 100 de materias volátiles.

Roser, empleando un horno Thyssen, ha obtenido por 100 kilogramos de lignito bituminoso: 6,5 kilogramos de alquitrán y 150 metros cúbicos de gas de 4.000 calorías. La hulla tratada en estas condiciones, una hulla de gas, ha dado 13 por 100 de alquitrán, 150 metros cúbicos de gas de 7.000 calorías y 65 kilogramos de semicok.

Armstrong, con retortas Yeadon, ha obtenido por tonelada de carbón 134-138 litros de aceite bruto, 8,93 kilogramos de sulfato amónico, 334 metros cúbicos de gas y 669 kilogramos de semicok.

El alquitrán que se obtiene a baja temperatura es de un color pardo rojizo que se oscurece con bastante rapidez por la gran cantidad de productos fenólicos que contiene.

Suele estar mezclado a bastante cantidad de agua, de la que no es fácil separarlo por la pequeña diferencia existente entre las densidades de los dos.

El rendimiento en alquitrán primario varía mucho según del carbón de que se trate. Los carbones secos no producen nada, los grasos corrientes dan solamente el 3 por 100, las hillas grasas de llama larga dan alrededor del 10 por 100, ciertos carbones bituminosos llegan hasta el 20 por 100 y los lignitos, esquistos, turbas, etc., pueden llegar a dar un 75 por 100 de las materias volátiles que contienen.

El Instituto Fischer da como rendimiento en alquitrán, para los combustibles ensayados por el aparato de Fischer y Schrader bien conocido, los siguientes resultados:

| CLASE DEL CARBÓN | Alquitrán primario. |
|-----------------------|---------------------|
| Carbón seco..... | 1,5 por 100. |
| » graso..... | 3,5 » |
| » graso de gas..... | 6,0 » |
| » de llama larga..... | 12,9 » |
| » cannel coal..... | 20,0 » |
| » lignito sajón..... | 24,8 » |
| » » renano..... | 7,6 » |

El cuadro siguiente da los rendimientos en alquitrán de dos carbones, graso y graso de llama larga, destilado fraccionadamente:

| PRODUCTOS OBTENIDOS | Graso con 3 por 100 de alquitrán. | Graso de llama larga con 10 por 100 de alquitrán. |
|--------------------------|-----------------------------------|---------------------------------------------------|
| Aceites viscosos..... | 15,2 por 100. | 10 por 10 0. |
| Parafinas..... | 0,4 » | 1 » |
| Aceites no viscosos..... | 35,5 » | 15 » |
| Fenoles..... | 14,0 » | 30 » |
| Resinas..... | 4,2 » | 1 » |
| Brea..... | 19,2 » | 6 » |
| Pérdidas y agua..... | 13,5 » | 17 » |

Como se ve, el rendimiento del alquitrán primario al hacer la destilación fraccionada varía mucho según la clase de alquitrán y, aun partiendo del mismo carbón, su alquitrán primario presenta grandes variaciones en su composición, según la clase de horno empleado, la velocidad y la duración de la destilación.

Según Fischer, el rendimiento medio de un alquitrán primario es el siguiente:

| | | |
|-------------------------------|------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| De 20 a 100 grados..... | 3 | por 100 de esencias ligeras. |
| De 100 a 200 id. | 10 | por 100 de esencias ligeras medias. |
| De 200 a 300 id. | 12,5 | » » de aceites, en los que el 1 por 100 son parafinas sólidas y el 50 por 100 fenoles. |
| De 300 grados en adelante.... | 15 | » » de aceites de engrase, en los que el 1,5 por 100 son parafinas sólidas y el 9 por 100 resinas. |

Connerade da en los siguientes cuadros los rendimientos de varios carbones belgas, destilados en un horno Fischer:

| CARBONES TRATADOS | Cenizas | H ₂ O | Mat. vol. | N | Carbono |
|-------------------------|---------|------------------|-----------|------|-------------|
| Levant-Flenu Couche | | | | | |
| Horpe | 2,29 | 4,93 | 34,24 | 1,73 | 92,78 (I) |
| Hornu et Wasmes Couche | | | | | |
| Amie | 3,20 | 1,20 | 30,40 | 1,76 | 95,60 (II) |
| Hornu et Wasmes Couche | | | | | |
| Maton | 1,68 | 1,40 | 24,35 | 1,85 | 96,92 (III) |
| Grande Machine a feu de | | | | | |
| Dour Couche Chevalière | 3,54 | 1,50 | 18,62 | 1,68 | 94,96 (IV) |

RESULTADOS

| POR TONELADA TRATADA | I | II | III | IV |
|-------------------------------|--------|--------|-------|-------|
| | KGS. | KGS. | KGS. | KGS. |
| Alquitran primitivo | 133,62 | 129,90 | 98,32 | 62,65 |
| Esencias ligeras (gases)..... | 4,5 | 4,6 | 4,72 | 2,51 |
| Id. id. (alquitran).. | 12,6 | 12,3 | 9,4 | 6,5 |
| Aceites 200/250 grados..... | 8,4 | 8,5 | 4,7 | 2,6 |
| Id. 250/300 id. | 10,9 | 13,5 | 9,48 | 5,86 |
| Id. viscosos | 19,02 | 17,30 | 22,13 | 15,36 |
| Brea neutra..... | 24,80 | 30,50 | 27,37 | 19,02 |
| Fenoles | 44,8 | 34,5 | 13,12 | 7,74 |
| Betún ácido..... | 8,66 | 8,7 | 7,4 | 3,2 |

Por los estudios de Fischer, después de separados los fenoles y destilando el alquitran restante por medio del vapor de agua recalentado, se obtienen aceites de engrase cuyo aspecto es idéntico al obtenido por la destilación del carbón en el ácido sulfuroso líquido. Su viscosidad está comprendida entre 20 y 28 grados Engler, y su punto de inflamación es de 200 grados; el rendimiento es del 10 al 15 por 100 del alquitran, según la clase del carbón destilado.

Los aceites no viscosos son análogos al petróleo, conteniendo carburos no saturados y naftenos C_nH_{2n}.

Los hidrocarburos ligeros contenidos en los gases de la destilación dan carburos ligeros, con un punto de ebullición comprendido entre 20 y 100 grados, y representan el

0,2 a 0,3 por 100 del carbón; están completamente exentos de benzol y su peso específico máximo es de 0,65 a los 20 grados; no cristalizan ni a los 100 grados, y por destilación dan toda la serie de los derivados del petróleo: eter, ligroína, esencia ligera y esencia pesada.

Como la proporción de estos carburos es la misma en los alquitranes que en los gases, se obtiene un total de un 0,4 a 0,6 por 100 de ellos, del peso del carbón.

Sus constituyentes químicos son desconocidos, pero son mucho más ricos en H (14,5 por 100) que el benceno (7,5 por 100) o que sus homólogos.

En resumen: por la destilación a baja temperatura se pueden obtener todos los productos que se obtienen de los petróleos, existiendo la sola diferencia en la presencia de los fenoles en los alquitranes.

ALQUITRAN DE LA FABRICACION DEL COK METALURGICO

Las primeras experiencias de utilización de los subproductos procedentes de la fabricación del cok metalúrgico se hicieron en Inglaterra en 1763, en Newcastle-on-Tyne. La fabricación del cok era allí conocida desde mediados del siglo xvii, designándosele con el nombre de coak hasta fines del mismo siglo; esta misma denominación se usó en Francia hasta mediados del siglo xix.

Al principio la fabricación del cok se hacía al aire libre, en montones y empleando trozos gruesos; en 1823 se empezó a emplear el menudo y algo más tarde se hacía ya en una especie de horno panadero.

Los primeros hornos de recuperación de subproductos se instalaron en Francia en 1856, en Commentry, según una patente de Clovis Knab. En este sistema se empleaba, para la calefacción externa, el gas procedente de los subproduc-

tos. Carvés, en 1867, construyó su horno de cámaras alargadas en Saint-Etienne y el año 1873 en Garde.

Hacia el año 1870 se empezó en Alemania a ensayar la recuperación de subproductos de hornos de cok. En 1881 Hussener construyó 50 hornos sistema Carvés. En 1884 Hoffmann-Otto construyeron 20 hornos de su tipo, que fué el más empleado en Alemania hasta 1895.

En 1883, Franz Brunck, de Dortmund, obtuvo una patente para la extracción de subproductos de los hornos de cok, creando en 1887 la actual industria alemana del benzol, extraído de los gases de hornos de cok.

En el año 1900 solamente el 30 por 100 de los hornos instalados tenían recuperación; en 1909 eran el 83 por 100.

En Inglaterra en 1900 solamente recuperaban un 10 por 100 y en 1909 el 18 por 100.

En 1910 Alemania tenía 18.883 hornos con recuperación y 6.821 sin ella, mientras que Inglaterra tenía 19.478 sin recuperación y 6.736 con ella.

En los Estados Unidos los primeros hornos de recuperación se instalaron en Syracuse y el año 1913 tenían 5.688 hornos de recuperación de los sistemas Semet-Solvay, United-Otto, Rohberg, Koppers, Didier, Klönne y Roberts-Mass.

Hornos de recuperación.—En ellos se verifica una verdadera destilación de la hulla. El calor lo proporcionan los gases que se desprenden y que es conducido a unos canales que rodean las cámaras.

La regularidad de la calefacción tiene una importancia capital en la calidad del cok para reducir el tiempo necesario a la operación y para su uniformidad.

Los hornos de recuperación dan mejor rendimiento que los de alvéolos; esta diferencia es debida a que el carbono fijo no se quema y a la mejor descomposición de los hidrocarburos superiores con depósito de carbono libre sobre el cok.

Dada la forma de tratamiento del carbón, el gas de hornos de cok es diferente al de fábricas del gas por su composición tanto cualitativa como cuantitativa.

Durante la primera fase de la destilación, los gases son ricos en alquitrán e hidrocarburos y se le llama gas rico. En las otras fases, el gas es cada vez más pobre en alquitrán e hidrocarburos, aumentando la cantidad de H. Este es el gas que se emplea para la calefacción de los hornos y se le llama gas pobre.

Los subproductos obtenidos en la destilación, por tonelada de hulla, suelen ser:

40 kilogramos de alquitrán, 100 kilogramos de agua, dos kilogramos de amoníaco, que corresponden a:

9,6 kilogramos de sulfato amónico, 10 kilogramos de benzol, 300 metros cúbicos de gas.

Un metro cúbico de gas contiene:

133 gramos de alquitrán, 333 gramos de agua, ocho gramos de amoníaco, que corresponden a:

32 gramos de sulfato amónico y 33 gramos de benzol.

(Continuará.)

ESTADISTICA

Avance de la producción de combustibles durante el mes de noviembre de 1931

Asturias

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|----------------|
| Hulla | 358.962 |
| Antracita..... | 455 |
| TOTAL | 359.417 |

Coque..... 10.631 toneladas.
 Aglomerados..... 9.125 —

Baleares

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 2.534 |

Cataluña

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 222 |
| Lignito..... | 10.350 |
| TOTAL | 10.572 |

Producción de coque: toneladas de coque de gas.

Ciudad Real

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Hulla..... | 35.074 |

Córdoba

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla..... | 19.363 |
| Antracita..... | 10.971 |
| TOTAL | 30.334 |

Agglomerados..... 5.727 toneladas.
 Coque..... 3.625 —

Guipúzcoa

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 1.169 |

León

| CLASIFICACION | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla | 57.005 |
| Antracita | 25.960 |
| TOTAL | 82.965 |

Agglomerados 15.860 toneladas.
 Coque..... 2.370 —

Palencia

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|--------------------|---------------|
| Hulla | 18.976 |
| Antracita | 10.987 |
| TOTAL | 29.963 |

Agglomerados..... 16.236 toneladas.
 Coque..... 37 —

Santander

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|----------------|
| Lignito..... | 1.187 |
| Coque de gas..... | 333 toneladas. |

Sevilla

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------------|------------------|
| Hulla..... | 14.700 |
| Aglomerados de hulla... | 8.825 toneladas. |

Teruel

| CLASIFICACION | Toneladas |
|---------------|-----------|
| Lignito..... | 11.901 |

Valencia

| | |
|------------------------|------------------|
| Coque metalúrgico..... | 2.283 toneladas. |
|------------------------|------------------|

Valladolid

| | |
|---------------------------|----------------|
| Aglomerados de hulla..... | 240 toneladas. |
|---------------------------|----------------|

Vizcaya

| | |
|------------------|-----------------|
| Coque..... | 7.696 toneladas |
| Aglomerados..... | 3.455 — |

Zaragoza

| CLASIFICACIÓN | Toneladas |
|-------------------|--------------|
| Hulla..... | » |
| Lignito..... | 3.192 |
| TOTAL..... | 3.192 |

| | |
|-------------------|--------------|
| Aglomerados..... | » toneladas. |
| Coque de gas..... | 327 — |

Producción de combustibles durante los meses de enero a noviembre de 1931

| | Meses anteriores | Noviembre | TOTAL |
|------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Toneladas |
| Antracita..... | 466.981 | 48.373 | 515.354 |
| Hulla..... | 5.626.414 | 504.302 | 6.130.716 |
| Lignito..... | 294.987 | 30.333 | 325.320 |
| TOTAL..... | 6.388.382 | 583.008 | 6.971.390 |
| Coque metalúrgico..... | 517.011 | 27.302 | 544.313 |
| Aglomerados..... | 629.790 | 59.468 | 689.258 |

Producción nacional de aceites combustibles ⁽¹⁾

Meses de enero a noviembre de 1931:

Productos de baterías de hornos de coque (destilación de la hulla)

| | Meses anteriores | Noviembre | TOTAL |
|-------------------------------|------------------|----------------|------------------|
| | Kilogramos | Kilogramos | Kilogramos |
| Benzol 90 por 100 (ligero) .. | 2.177.505 | 102.724 | 2.280.229 |
| Benzol 50 por 100 (medio)... | 150.418 | 28.912 | 179.330 |
| Solvent-nafta (pesado)..... | 582.633 | 34.102 | 616.735 |
| Otros tipos..... | 480.706 | 22.796 | 503.502 |
| TOTAL..... | 3.391.262 | 188.534 | 3.579.796 |
| Aceites crudos (alquitranes) | 23.797.498 | 1.424.956 | 25.222.454 |

Productos de las pizarras carbonosas de Puertollano

| | | | |
|----------------------------|-----------|---------|-----------|
| Aceites crudos..... | 4.755.309 | 484.505 | 5.239.814 |
| Gasolinas y similares..... | 2.214.846 | 347.744 | 2.562.590 |

(1) Datos suministrados por el FOMENTO DE LA PRODUCCION DE ACEITES Y ESENCIAS MINERALES DE ESPAÑA.—Francisco Giner, 28.—Madrid.

Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de noviembre de 1931

Producción de minerales de hierro.

| DISTRITOS MINEROS | Toneladas |
|------------------------------------|------------------|
| Almería | 13.935 |
| Badajoz | » |
| Coruña (Galicia) | 2.357 |
| Guipúzcoa-Alava-Navarra | 2.617 |
| Granada-Málaga | 16.121 |
| Huelva | » |
| Jaén | 500 |
| Murcia | 3.420 |
| Oviedo | 3.609 |
| Santander | 16.600 |
| Sevilla | 8.236 |
| Valencia-Alicante-Castellón-Teruel | 3.025 |
| Vizcaya | 85.582 |
| Zaragoza | » |
| TOTAL | 156.002 |
| Meses anteriores | 2.779.988 |
| TOTAL A LA FECHA | 2.935.990 |

Producción siderúrgica.

| DISTRITOS MINEROS | FUNDICIÓN | ACERO | FERRO-MANGANEBO | FERRO-SILICIO | SILICO-MANGANEBO |
|----------------------|----------------|----------------|------------------|------------------|------------------|
| | Toneladas | Toneladas | Kgrs. | Kgrs. | Kgrs. |
| Barcelona | » | 67 | » | » | » |
| Coruña | » | » | 372.000 | 232.000 | » |
| Guipúzcoa | 936 | 2.345 | » | » | » |
| Oviedo | 5.837 | 8.329 | » | » | » |
| Santander | 2.678 | 740 | » | » | » |
| Sevilla | » | » | » | » | » |
| Valencia | 450 | 3.287 | » | » | » |
| Vizcaya | 7.716 | 17.780 | » | » | » |
| TOTAL | 17.617 | 32.548 | 372.000 | 232.000 | » |
| Meses anteriores | 439.766 | 538.538 | 9.559.281 | 3.071.680 | 1.648.100 |
| T. A LA FECHA | 457.383 | 571.086 | 9.931.281 | 3.303.680 | 1.648.100 |

Producción de mineral y metal de cinc.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|-------------------------|----------------|---------------|
| | Toneladas | Toneladas |
| Almería | » | » |
| Badajoz | » | » |
| Barcelona-Lérida | 506 | » |
| Ciudad Real | » | » |
| Córdoba | 76 | 108 |
| Guipúzcoa | 618 | » |
| Murcia | 598 | » |
| Oviedo | » | 655 |
| Santander | 6.030 | » |
| TOTAL | 7.828 | 763 |
| Meses anteriores | 98.053 | 9.279 |
| TOTAL A LA FECHA | 105.881 | 10.042 |

Producción de mineral de cobre y cobre metálico.

| Distritos mineros | MINERAL Toneladas | METAL | | | |
|-------------------|----------------------|------------------------|-------------------------|------------------------------|---------------------------|
| | | Cobre Blister Kgrs. | Cobre refinado Kgrs. | Cobre electrolítico Kgrs. | Cáscara de cobre Kgrs. |
| Córdoba | » | » | » | 731.175 | » |
| Huelva | 171.149 | 1.608.897 | » | » | » |
| Murcia | » | » | » | » | » |
| Oviedo | » | » | 48.684 | 40.968 | » |
| Sevilla | » | » | » | » | 16.000 |
| TOTAL | 171.149 | 1.608.897 | 48.684 | 772.143 | 16.000 |
| Meses anteriores | 2.432.143 | 13.263.998 | 475.121 | 7.069.908 | 176.000 |
| T. FECHA | 2.603.292 | 14.872.895 | 523.805 | 7.842.051 | 192.000 |

Producción de minerales de manganeso.

| | Toneladas |
|-------------------------|--------------|
| Huelva | 470 |
| Oviedo | 35 |
| TOTAL | 505 |
| Meses anteriores | 8.163 |
| TOTAL A LA FECHA | 8.668 |

Producción de mineral de plomo y plomo metálico.

| DISTRITOS MINEROS | MINERAL | METAL |
|--------------------------------|------------------|------------------|
| | <i>Toneladas</i> | <i>Toneladas</i> |
| Almería..... | » | » |
| Badajoz..... | 44 | » |
| Barcelona-Tarragona-Gerona . . | 198 | » |
| Baleares..... | » | » |
| Ciudad Real..... | 272 | » |
| Córdoba..... | 1.870 | 3.024 |
| Granada-Málaga..... | 101 | 1.275 |
| Guipúzcoa..... | 10 | 398 |
| Jaén..... | 4.101 | 1.038 |
| Murcia..... | 1.141 | 4.066 |
| Santander..... | 580 | » |
| Sevilla..... | » | » |
| TOTAL..... | 8.317 | 9.801 |
| Meses anteriores..... | 102.858 | 102.753 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 111.175 | 112.554 |

Producción de plata.

| DISTRITOS MINEROS | METAL |
|------------------------------|-------------------|
| | <i>Kilogramos</i> |
| Granada-Málaga..... | 700 |
| Jaén..... | 509 |
| Córdoba..... | 2.706 |
| TOTAL..... | 3.915 |
| Meses anteriores..... | 27.739 |
| TOTAL A LA FECHA..... | 31.654 |

SECCIÓN OFICIAL

Personal

Se nombra Ayudante principal a D. Luis Beaumont Colmeiro.

Con motivo de la jubilación del Sr. Revilla y Aya se produce el siguiente movimiento de escala:

Asciende a Inspector general, Presidente de Sección, D. Pedro Pérez Sánchez.

A Inspector general D. Luis de la Peña.

A Ingeniero Jefe de 1.^a clase D. Antonio Rodríguez Gutiérrez.

A Ingeniero Jefe de 2.^a clase D. José María López Callejas.

A Ingenieros primeros los Sres. D. Manuel Barandica y Llano y D. Luis Felipe Vereterra Polo, y por hallarse ambos en situación de supernumerarios, D. Santiago Echevarría Ugarte, a Ingeniero 2.^o D. Ramón de Arancibia y Lebario.

Ingresa como Ingeniero 3.^o D. Luis Basabe y Cotoner.

Por Decreto de 4 de diciembre se jubila al Ingeniero Jefe de 1.^a clase D. José María Carlos Tabares de Tolentino.

Con motivo de la anterior vacante se produce el siguiente movimiento de escala:

Asciende a Ingeniero Jefe de 1.^a clase D. Santiago de Aréchaga y Bergareche.

A Ingeniero Jefe de 2.ª clase D. Gumersindo Junquera Blanco.

Se concede el reingreso en el servicio activo del Cuerpo al Ingeniero 1.º D. José Contreras Vilches.

Se destituye del cargo de Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas a D. Francisco Gómez Rojas.

Se nombra Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas a D. Manuel Abbad y Boned.

Se dispone pase a formar parte del Consejo de Minería D. Francisco Gómez Rojas.

Se destina al Distrito minero de Huelva al Ayudante 1.º D. Juan M. Egea Sánchez.

Se destina al Distrito minero de Badajoz al Ayudante 1.º D. Eulalio Mora.

Se destina a la Sección de Estudios Geológicos al Ayudante 1.º D. Juan José de Ugarte.

Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de diciembre de 1931.

NEGOCIADO PRIMERO

a) Concesiones mineras. b) Concesiones e incidencias. c) Catalogación de yacimientos minerales. d) Camaras oficiales miner. s.

Concesiones mineras tituladas en el mes de diciembre de 1931.

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE — Hectáreas | PROPIETARIOS |
|-------------|------------------------------------|--------------------|------------|------------------------------|----------------------------------------------------------|
| Albacete... | Chinchilla | Aurora..... | Hierro.... | 24 | D. Pablo Fons Avellán. |
| Idem.... | Fuente-Alamo | El Porvenir..... | Idem..... | 16 | » José Roldán Castillo. |
| Idem..... | Hellín..... | San Juan..... | Idem..... | 62 | D.ª Pilar Velasco y Ortuño |
| Cuenca.... | Salvacañete..... | La Serrana..... | Lignito... | 20 | D. Román Blasco Alamán. |
| Idem.... | Salvacañete y Salinas del Manzano. | Promesa..... | Petróleo.. | 560 | » Jaime Codina Martí, P. P. de «Industrial Fiduciaria» |
| Gerona.... | Anglés..... | Ricarda..... | Hierro.... | 53 | D. José M.ª Bonmati Pujol. |
| Idem.... | Caixáns y otros..... | San Francisco..... | Idem..... | 400 | » Francisco Lacambra Lacambra. |
| Idem..... | La Molina y otros..... | Santa Teresa..... | Idem..... | 300 | Idem. |
| Idem..... | Oix..... | Elvira..... | Idem..... | 40 | D. Pedro Surribas Alsina y D. Juan Lladó Vallés. |
| Idem.... | Ribas de Freser..... | Nuria..... | Carbón... | 20 | D. Dionisio Subirá Capelleras y D. Ramón Caminal Tarrés. |
| Idem..... | Idem..... | Santa Bárbara..... | Idem..... | 20 | Idem |

| PROVINCIA | TÉRMINO MUNICIPAL | NOMBRE DE LA MINA | SUBSTANCIA | SUPERFICIE Hectáreas | PROPIETARIOS |
|--------------------|-----------------------------------------------------------|-------------------------------|-----------------|-------------------------|----------------------------------------|
| Lérida. | Guardia de Tremp, Sellés, San Germi y Llimians | Julia..... | Petróleo... | 479 | D. Luis Santa Susana. |
| Navarra.... | Baztán..... | Ampliación a Mourgue. | Hierro..... | 57 | D. Francisco Echeverría Goñi |
| Idem..... | Idem..... | Ampliación a Mariquita | Idem..... | 53 | Idem. |
| Sta. Cruz Tenerife | Adeje..... | Las Torres..... | Indeterminado . | 20 | D. Felipe Méndez Martín. |
| Idem..... | Arato..... | Los Pilonos.. | Idem..... | 60 | » Bernabé Marrero Pérez. |
| Idem..... | Idem..... | Lomo de Agua Midaria | Idem..... | 20 | » Antonio Hernández Alonso. |
| Idem..... | Idem..... | El Porvenir de Avance. | Idem..... | 30 | » Rogelio Padrón Sosa. |
| Idem..... | Arico..... | Guajara..... | Idem..... | 40 | » Francisco González y González. |
| Idem..... | Idem..... | Los Naranjos..... | Idem..... | 30 | Comunidad «Los Naranjos» |
| Idem..... | El Paso (La Palma).... | Mina del Pino de la Virgen... | Idem..... | 20 | D. Pedro Arce y Rueda. |
| Idem..... | El Sauzal y Rosario... | Río de las Crucitas . . . | Idem..... | 45 | » Antonio Batista Alvarez. |
| Idem..... | Orotava..... | Carmen..... | Idem..... | 21 | » Eliseo López Pérez. |
| Idem..... | Idem..... | Ntra. Sra. del Carmen. | Idem..... | 60 | Comunidad El Pino. |
| Idem..... | La Orotava..... | Montaña Blanca..... | Idem..... | 200 | D. Juan Fernández Oliva. |
| Idem..... | Idem y Santa Ursula.. | San Antonio Abad | Idem..... | 45 | » José Marrero García. |
| Idem..... | Guimar..... | La Auxiliadora..... | Idem..... | 45 | » Alejo Fariña Núñez. |
| Idem..... | Idem..... | Rincón..... | Idem..... | 80 | » Antonio Marrero García. |
| Idem..... | La Matanza..... | San Diego..... | Idem..... | 30 | » Manuel Chávez Estrada. |
| Idem..... | La Victoria..... | El Madroño..... | Idem..... | 108 | » Virgilio Janer Díaz. |
| Idem..... | Los Silos..... | Talavera..... | Idem..... | 21 | Comunidad Talavera. |
| Idem..... | Idem..... | María del Carmen..... | Idem..... | 9 | Idem. |
| Idem..... | Idem..... | María Teresa..... | Idem..... | 24 | Idem. |
| Idem..... | Rosario y Candelaria.. | Bordonazo..... | Idem..... | 40 | D. Juan Bacallado González. |
| Soria..... | Ciria..... | Guadalupe..... | Carbón..... | 291 | D. Francisco Mesa y Salvadó. |
| Vizcaya.... | Erandio (Aspe)..... | Mariate..... | Hierro..... | 60 | D. Francisco Emiliano Bravo y Aguirre. |

- 1130 -

Se ha practicado la rectificación mensual del catastro
minero de las provincias de Albacete, Cuenca, Gerona,
Lérida, Navarra, Santa Cruz de Tenerife, Soria y Vizcaya.

Catastro minero.

Legislación

MINISTERIO DE FOMENTO

Orden disponiendo que durante el próximo mes de diciembre rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes de noviembre. ("Gaceta" del 1.)

Ilmo. Sr.: De conformidad con la propuesta del Consejo de Administración del Consorcio del Plomo en España,

Este Ministerio ha tenido a bien disponer que durante el próximo mes de diciembre rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo efectuada por dicho organismo, los mismos precios vigentes en el mes de noviembre actual, o sean los establecidos en 30 del pasado octubre. (*Gaceta* del 31 del mismo mes.)

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 28 de noviembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Órdenes aprobando los Planes de estudios y Reglamentos, que se insertan, de las Escuelas de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Huelva y Linares. ("Gaceta" del 2.)

Ilmo. Sr.: Visto el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Huelva, formulado con arreglo a lo preceptuado en el artículo 4.º del Real decreto número 2.506 de 13 de noviembre de 1930:

Vistos los informes favorables emitidos por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas y el Consejo de Minería,

Este Ministerio ha tenido a bien aprobar el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces Facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Huelva que a continuación se inserta.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 23 de noviembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.



REGLAMENTO PARA LA ESCUELA DE CAPATACES FACULTATIVOS DE MINAS Y FÁBRICAS METALÚRGICAS DE HUELVA

TÍTULO PRIMERO

OBJETO DE LA ESCUELA Y DE LA ENSEÑANZA

Artículo 1.º La Escuela de Capataces facultativos y Fábricas metalúrgicas de Huelva tiene por objeto dar la enseñanza necesaria para formar Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Art. 2.º Constituirán la enseñanza de la Escuela:

1.º Las lecciones orales y de Dibujo dadas por los Profesores y Auxiliares.

2.º Los ejercicios gráficos y prácticos que exigen estas lecciones.

3.º El estudio de los minerales y rocas que constituyen las colecciones formadas de los más frecuentes que se encuentran en los criaderos españoles, y en particular los correspondientes a la provincia de Huelva.

4.º El levantamiento de planos topográficos y de minas.

5.º Las visitas y prácticas en las minas, fábricas meta-

lúrgicas, calcinaciones y diferentes talleres y máquinas que tengan relación con la minería que estén próximas.

Art. 3.º La enseñanza de la Escuela se dará en cuatro años, y comprenderá las materias y número de lecciones semanales que a continuación se expresan:

Primer año.

Aritmética y Álgebra elemental, 70 lecciones durante el curso.

Geometría, 45 lecciones durante el curso.

Física y nociones de Química inorgánica, 40 lecciones durante el curso.

Ejercicios y prácticas.

Dibujo lineal geométrico y de construcción.

Segundo año.

Trigonometría, 15 lecciones durante el curso.

Nociones de Química analítica y Docimasia, 35 lecciones durante el curso.

Mineralogía y Geología, 50 lecciones durante el curso.

Nociones de Mecánica y máquinas, 50 lecciones durante el curso.

Ejercicios y prácticas.

Dibujo de máquinas, croquis, cortes y proyecciones.

Tercer año.

Topografía, 40 lecciones durante el curso.

Laboreo de minas, 40 lecciones durante el curso.

Preparación mecánica de las menas y carbones, 20 lecciones durante el curso.

Metalurgia general y Siderurgia, 30 lecciones durante el curso.

Ejercicios y prácticas.

Dibujo de planos y rotulación.

Cuarto año.

Electricidad, 40 lecciones durante el curso.

Construcción, 25 lecciones durante el curso.

Legislación y Contabilidad minera y Legislación social, 20 lecciones durante el curso.

Metalurgia especial: «cobre», «plomo», «plata» y «cinc», 30 lecciones durante el curso.

Ejercicios y prácticas.

Dibujo topográfico.

Las prácticas de la enseñanza consistirán: para el primer año, en la resolución de problemas y ejercicios referentes a las teorías en él estudiadas; para el segundo, en el reconocimiento de minerales, dándoles preferencia a los de la región, y manejo de máquinas; para el tercero, en levantamiento de planos exteriores y de laboreo subterráneo, visitas de minas y talleres de preparación mecánica y fábricas metalúrgicas, y para el cuarto, problemas de electricidad, visitas a minas y construcciones.

Art. 4.º La extensión en que han de estudiarse las materias enumeradas en el anterior artículo se fijará detalladamente en los correspondientes programas, que tendrán que ser aprobados por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas.

Art. 5.º Los cursos orales principiarán en 1.º de octubre y terminarán el 15 de junio siguiente. Los ejercicios gráficos y prácticas y visitas a las minas, talleres y máquinas, podrán tener lugar simultáneamente y también durante el verano, según lo permita la índole de cada asignatura.

Art. 6.º La Junta de Profesores señalará para cada curso las horas correspondientes a las diversas clases, ateniéndose a lo dispuesto en el artículo 3.º y procurando que, en lo posible, sean compatibles con las ocupaciones de los obreros.

TÍTULO II

DEL PERSONAL Y MATERIAL DE LA ESCUELA

Art. 7.º El personal de la Escuela lo formarán:

Un Director, que lo será el que desempeñe este cargo en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas.

Los Profesores, Ingenieros del Cuerpo nacional de Minas, fijados por la ley de Presupuestos, y

Un Conserje.

Art. 8.º El Profesor de más categoría en el Cuerpo será el Subdirector de la Escuela. El que le siga en categoría será el Bibliotecario, y el más moderno ejercerá las funciones de Secretario.

Los Profesores, Ingenieros del Cuerpo, reunidos, constituirán una Junta, que se convocará cuando lo acuerde el Subdirector. El más moderno hará de Secretario.

Art. 9.º El material de la Escuela se compondrá:

1.º Del mobiliario.

2.º De la biblioteca y colecciones de planos y dibujos.

3.º De las colecciones de minerales y rocas, modelos, instrumentos, aparatos y útiles que exija la enseñanza.

TÍTULO III

DE LAS OBLIGACIONES Y ATRIBUCIONES DEL PERSONAL DE LA ESCUELA

Art. 10. Corresponde al Subdirector de la Escuela, en representación del Director-Jefe de la misma:

1.º Cuidar de la exacta observancia del Reglamento y del cumplimiento de las órdenes que reciba del Director.

2.º Dictar por sí las órdenes e instrucciones que sean conducentes a la conservación del buen régimen y disciplina de la Escuela.

3.º Proponer al Director la distribución de los fondos que en concepto de subvención por las Corporaciones ofi-

ciales o particulares obtenga la Escuela. El presupuesto formado de ingresos y gastos deberá ser acordado en Junta de Profesores de la Escuela. No podrá efectuarse pago alguno que no esté incluido en el presupuesto después de aprobado.

4.º Proponer al Director cuanto estime oportuno en el régimen ordinario, incidentes que ocurran y mejoras que puedan introducirse en la enseñanza.

De los Profesores.

Art. 11. Los Profesores serán nombrados por la Superioridad, a propuesta del Director de la Escuela y entre los Ingenieros del Cuerpo y Auxiliares.

Art. 12. La enseñanza se distribuirá entre los Profesores, cuya distribución se hará por acuerdo tomado en Junta y con la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

Art. 13. Las prácticas de visitas de talleres y de minas estarán a cargo de los Profesores de las asignaturas correspondientes, los cuales tendrán también a su cargo los demás ejercicios gráficos y prácticos.

Art. 14. Las obligaciones de los Profesores son:

1.º Enseñanza de las respectivas asignaturas con arreglo a los programas aprobados.

2.º Auxiliar al Subdirector en cuanto concierne al mejor régimen y disciplina de la Escuela, cumpliendo las órdenes que dicte para este fin y proponiendo lo que crean más conveniente para mejorar la enseñanza.

Del Conserje.

Art. 15. Será responsable de la custodia de la Escuela y de su material, del cual se hará cargo mediante inventario duplicado, del que conservará una copia firmada por el Secretario y autorizada por el Subdirector.

TITULO IV

DE LA ENSEÑANZA

Art. 16. La admisión de alumnos tendrá lugar todos los años, siempre que hayan cumplido los requisitos que se indican en el artículo anterior.

Art. 17. Para ser admitido en la Escuela se necesita únicamente que el candidato lo solicite del Subdirector, acreditando, por certificado del Registro Civil, que ha cumplido diez y seis años de edad antes del 1.º de octubre del año de ingreso, y sufrir ante los Profesores de la misma un examen de lectura y escritura al dictado, elementos de Gramática castellana, de Geografía y un ejercicio teórico y práctico para demostrar el conocimiento de las operaciones fundamentales de Aritmética con números enteros.

Para la admisión de alumnos será necesario acreditar estar trabajando en minas, talleres o fábricas relacionadas con la industria minera o metalúrgica, o haber estado trabajando en ellas.

Los ejercicios de exámenes de ingreso se convocarán para los meses de junio y septiembre.

Obligaciones de los alumnos.

Art. 18. Los alumnos tendrán obligación de asistir a las clases a las horas que se les señalen y estar en ellas cuando el Profesor respectivo dé principio a la lección.

El Profesor pasará lista y tan sólo se le tolerará al alumno la tardanza de cinco minutos, pasados los cuales se le anotará una falta de puntualidad, aunque el alumno entre después en clase. Estas faltas se contarán como cuarto de falta de asistencia.

Una vez empezada la clase, no podrá el alumno salir de ella sin permiso del Profesor respectivo, el cual podrá concedérsele por justa causa.

Art. 19. Las clases se darán los sábados y domingos, siendo su duración de hora y media para las orales y dos horas para los dibujos.

El horario y distribución de horas se hará por la Junta de Profesores, con la aprobación del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas.

Art. 20. Los alumnos estarán sujetos a castigos disciplinarios cuando cometan faltas de insubordinación.

Se reputará por falta de insubordinación la desobediencia a los Profesores, la infracción de las reglas establecidas para el buen régimen y aprovechamiento de las clases, las respuestas ofensivas por la esencia o el modo como se dieren y todas las palabras y actos contrarios a la disciplina de la Escuela.

Art. 21. Las faltas se corregirán, según su mayor o menor gravedad:

1.º Con reprensión privada o pública.

2.º Con anotación de un número de faltas de orden, que no podrá exceder de cinco cada vez.

3.º Con pérdida de curso.

4.º Con expulsión de la Escuela.

Art. 22. El primer castigo podrá ser impuesto por cualquiera de los Profesores.

El segundo y tercero, por los Profesores reunidos en Junta; el cuarto, por el Director, a propuesta de esta misma Junta y oyendo a la de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas.

Art. 23. El alumno que reúna diez faltas de orden en un mismo curso no podrá sufrir examen de ninguna materia hasta el mes de septiembre.

Del régimen de la enseñanza y de los derechos de los alumnos.

Art. 24. Para cursar el primer año basta haber sido aprobado en el examen de ingreso.

Para cursar el segundo o tercero es preciso haber ganado respectivamente el primero y segundo.

Para cursar el cuarto es preciso haber aprobado el tercero.

Para ganar un año es preciso haber sido aprobado en todas las asignaturas que lo constituyen.

Art. 25. Los alumnos que hubiesen hecho más de cinco faltas sin justificación o más de veinte justificadas en una asignatura no serán admitidos a examen de ella en ninguna de las dos épocas.

Para justificar las faltas será preciso que presenten los documentos que les exija la Junta de Profesores.

Art. 26. El alumno que pierda dos veces un mismo curso será expulsado de la Escuela.

Cuando un alumno repita curso por cualquier motivo tendrá obligación de asistir a las clases que no haya ganado.

Art. 27. Los exámenes se verificarán únicamente en los meses de junio a septiembre.

Cada ejercicio de examen no podrá comprender más materias que las que contenga una asignatura; los trabajos gráficos y prácticos serán también objeto de otro examen.

Los alumnos que no hayan merecido el castigo señalado en el artículo 23 podrán examinarse en junio. Si no fueran aprobados, tendrán derecho a repetir los ejercicios en el próximo septiembre; pero si en esta época no fueran aprobados no podrán sufrir nuevo examen hasta junio del año siguiente.

Los exámenes se verificarán ante un Tribunal compuesto por Profesores de la Escuela, sustituibles éstos,

caso de no poder asistir, por otros Ingenieros del Cuerpo, nombrados por el Subdirector entre los Ingenieros residentes en la localidad.

Art. 28. Los ejercicios se calificarán por puntos, en la forma siguiente: de 0 a 20, para los orales; de 0 a 12, para los gráficos y prácticos; de 0 a 9 se considerarán desaprobados en los orales, y de 0 a 5, en los trabajos gráficos y prácticos.

Se considerará como desaprobado el alumno que se retire sin terminar un ejercicio.

Terminados los exámenes de septiembre procederá la Junta de Profesores a la calificación de los alumnos o examinandos, que se hará sumando las notas numéricas siguientes:

1.º De cada uno de los ejercicios orales.

2.º De todas las clases orales, tomando para cada asignatura el término medio de la nota atribuida a las distintas lecciones explicadas por el alumno.

3.º De cada uno de los ejercicios gráficos y prácticos.

A esta suma se agregará el número de puntos o faltas de asistencia que resten al alumno hasta las veinte, a que se refiere el artículo 25.

La clasificación de los alumnos se hará de mayor a menor, según las clasificaciones numéricas que arroje la suma anterior.

Si el alumno hubiese sufrido examen de alguna asignatura en junio y septiembre, se tomará el término medio de las dos notas obtenidas en ambas épocas, en vez de los sumandos señalados en primero y tercer lugar, según se trate de unos u otros exámenes.

La Junta de Profesores, en virtud de las citadas calificaciones, dará las notas de Sobresaliente, Muy bueno y Bueno.

Art. 29. Para la clasificación de fin de carrera se tendrá en cuenta todas las notas obtenidas durante la carrera, con arreglo a lo que determina el artículo anterior.

Art. 30. Los alumnos que en la calificación de fin de carrera obtengan por lo menos la nota de Bueno tienen derecho a que se les expida por la Superioridad el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Art. 31. Para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas será necesario la presentación de una Memoria que versará sobre explotaciones mineras, cuyos temas y aprobación serán hechos por la Junta de Profesores de esta Escuela.

Art. 32. Los alumnos que por cambio de residencia quisieran continuar sus estudios en otra Escuela de Capataces lo solicitarán del Subdirector de la misma acompañando certificación que acredite los estudios aprobados, en vista de los cuales éste elevará su informe proponiendo la posibilidad y forma de adaptación al plan de estudios de la nueva Escuela al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas para que resuelva lo que proceda.

TÍTULO V

DISPOSICIONES GENERALES

Art. 33. Las dudas que ocurran en la aplicación de este Reglamento sobre personal se resolverán por el Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas; sobre los demás extremos, por la Junta de Profesores de la misma.

Ilmo. Sr.: Visto el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Linares, formulado con arreglo a lo preceptuado en el artículo 4.º del Real decreto número 2.506 de 13 de noviembre de 1930:

Vistos los informes favorables emitidos por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas y el Consejo de Minería,

Este Ministerio ha tenido a bien probar el Plan de es-

tudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Linares que a continuación se inserta.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 18 de noviembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

ESCUELA DE CAPATACES FACULTATIVOS DE MINAS Y FÁBRICAS METALÚRGICAS DE LINARES

REGLAMENTO Y PLAN DE ESTUDIOS

CAPÍTULO PRIMERO

Objeto de la Escuela.

Artículo 1.º La Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Linares continuará instalada en el local que se halla destinado actualmente para la enseñanza de Maestros mineros, y dispondrá de todo el material y enseres con que la misma cuenta.

Art. 2.º Gozará la Escuela de capacidad jurídica para adquirir, poseer y administrar sus bienes, bajo la inspección directa de su Junta de Profesores y la del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, pudiendo, por lo tanto, aceptar fondos para becas, obvenciones escolares, material, y cualquier género de legados o donaciones destinados a los fines docentes que le están encomendados.

Art. 3.º Proporcionará las enseñanzas necesarias para adquirir el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Primer curso.

Art. 4.º Las enseñanzas en la Escuela se distribuirán en la forma siguiente: Aritmética, Nociones de Contabilidad Minera y Teneduría de Libros, Geometría, Nociones de Física y Química, de Mineralogía, Dibujo lineal y ejercicios prácticos.

Segundo curso.

Elementos de Mecánica y trazados, Nociones de Topografía, de Laboreo, Legislación Social, Nociones de Metalurgia y Siderurgia, Dibujo, a pulso, de croquis y ejercicios prácticos.

Tercer curso.

Álgebra, Trigonometría y Nociones de Geometría descriptiva, Física, Química, Mineralogía, Topografía y Transportes, Dibujo topográfico y trabajos prácticos.

Cuarto curso.

Mecánica con elementos de construcción, Electricidad, Geología, Laboreo de minas, Preparación mecánica de las menas, Metalurgia general, Dibujo de máquinas y hornos y trabajos prácticos.

Art. 5.º La extensión con que han de estudiarse las materias antes expresadas se señalarán en programas formados por los respectivos Profesores, que, una vez acordados por la Junta de Profesores de esta Escuela, se remitirán al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas para su aprobación.

CAPÍTULO II

Condiciones para ingresar en la Escuela.

Art. 6.º Para ingresar en la Escuela se necesita:

1.º Solicitarlo del Subdirector dentro del plazo señalado en la convocatoria.

2.º Acompañar a la solicitud certificaciones que acrediten la buena conducta.

3.º No padecer defecto físico que impida trabajar en minas.

4.º Haber cumplido diez y seis años antes del 1.º de octubre del año de ingreso.

5.º Ser obrero de minas, fábricas o talleres relacionados con la industria minerometalúrgica, lo que se acreditará por certificado de la Dirección del Centro de trabajo donde preste o haya prestado sus servicios.

6.º Demostrar por un ligero examen algunos conocimientos empíricos del oficio que ejerza, y

7.º Sufrir ante los Profesores de la Escuela un examen de lectura y de escritura, breves nociones de Aritmética y de Dibujo geométrico.

Art. 7.º Los exámenes de ingreso tendrán lugar en los meses de junio y septiembre.

CAPÍTULO III

Art. 8.º Las asignaturas que integran la enseñanza se distribuirán según determina el siguiente cuadro, dedicándose a cada una de ellas, por lo menos, el número de clases que en el mismo se indican:

Asignaturas.—Primer año.

Aritmética, Nociones de Contabilidad Minera, Teneduría de Libros y Geometría, 60 clases al año.

Nociones de Física, Química y Mineralogía, 35.

Dibujo (dos horas de clase), 30.

Segundo año.

Elementos de Mecánica y trazados, 30 clases al año.

Nociones de Laboreo de minas, Topografía y Legislación social, 60.

Nociones de Metalurgia y Siderurgia, 30.

Dibujo (dos horas de clase), 30.

Tercer año.

Álgebra, Trigonometría y Nociones de Geometría descriptiva, 50 clases al año.

Física, Química y Mineralogía, 30.

Topografía y Transportes, 40.

Dibujo (dos horas de clase), 30.

Cuarto año.

Elementos de Mecánica aplicada, Construcción y Electricidad, 40 clases al año.

Geología, Laboreo y Preparación de las menas, 50.

Metalurgia general y especial del plomo, cinc, cobre y plata, 30.

Dibujo (dos horas), 30.

Art. 9.º Dentro del curso, y cuando la extensión de las asignaturas permita abarcar gran parte del mismo, se distribuirán éstas en un número fijo de clases semanales, explicándose las asignaturas más breves en los períodos restantes, y siempre que fuera posible, procurando que su orden se acomode a la conveniencia de los estudios.

Art. 10. El Subdirector, con la Junta de Profesores, están autorizados para que exceda el número de clases del mínimo señalado, siempre que lo consideren oportuno.

Art. 11. Todos los cursos empezarán en 1.º de octubre, y concluirán el 15 de junio, verificándose seguidamente los exámenes correspondientes. También habrá exámenes en septiembre para los alumnos que hayan sido suspensos en

los exámenes de junio, o que no hubieran podido presentarse en los mismos.

Art. 12. Los Tribunales se constituirán con Profesores de la Escuela y un Ingeniero de Minas, por cada Tribunal, que sea Director de Minas o esté al servicio de una Empresa industrial, haciendo el nombramiento el Subdirector de la Escuela previo acuerdo con el interesado, y publicación del Tribunal así constituido en la tablilla de anuncios, no pudiendo ser substituido el Ingeniero de Minas afecto al Tribunal más que por un Profesor de la Escuela.

Art. 13. Si por cualquier circunstancia no se hubiese dado el número mínimo de clases que previene el Reglamento, se prolongará el curso en lo que fuese necesario.

Art. 14. Las prácticas de campo de los dos últimos cursos, consistirán: para el tercer año, en el levantamiento de planos, nivelaciones y trazados, relacionados con trabajos topográficos; para el cuarto, en trabajos mineros de preparación mecánica, instalaciones eléctricas, de beneficio, obras en construcción y talleres mecánicos.

Art. 15. Terminados los exámenes de cada asignatura, el Tribunal calificará a los alumnos con las notas de Sobresaliente, Muy bueno, Bueno y Suspenso (si el examen ha sido en junio), o Desaprobado (si ha sido en septiembre); extendiéndose de ello una relación que firmarán todos los Vocales, teniendo en cuenta, además de los resultados de los ejercicios, las notas obtenidas durante el curso y el número de faltas.

Art. 16. Para pasar al año siguiente será condición indispensable la aprobación de las asignaturas que constituyen el curso seguido, y la aprobación de los ejercicios prácticos que los Profesores correspondientes hubieran impuesto.

Art. 17. Los alumnos que por cambio de residencia quisieran continuar sus estudios en otra Escuela de Capataces, lo solicitarán del Subdirector de ésta, acompañando a la instancia certificación de estudios aprobados, en vista

de los cuales, el Subdirector elevará su informe proponiendo la posibilidad y forma de adaptación al plan de estudios de la nueva Escuela, al Director de la Escuela especial de Ingenieros de Minas, para que resuelva lo que proceda.

Art. 18. Para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas se precisan las condiciones siguientes:

- a) Ser español.
- b) Haber efectuado durante seis meses, después de terminados los estudios, prácticas individuales de permanencia en minas, a las órdenes de un Ingeniero de la Escuela de Madrid, y de tres meses en fábricas metalúrgicas, lo que se acreditará con los correspondientes certificados.
- c) Presentar en la Escuela una Memoria descriptiva de la mina o de la fábrica en que hicieran las prácticas, que comprenderá la descripción de los criaderos, los métodos de explotación que se empleen, detalles de los servicios de extracción y desagüe, y las principales particularidades del establecimiento de que se trate. La entrega del trabajo se hará en la Secretaría de la Escuela mediante recibo.
- d) Sufrir un examen ante tres Profesores de la Escuela que formarán Tribunal, dando las explicaciones y ampliaciones que se le pidán sobre el contenido de la Memoria a que se hace referencia anteriormente. A este fin se constituirá el referido Tribunal en la fecha que fije el Subdirector, pero siempre dentro de los quince días siguientes a la presentación de la Memoria, si ésta se ha efectuado desde el 1.º de octubre al fin de los exámenes de junio, o, en otro caso, dentro de la primera quincena de octubre.

Art. 19. Los títulos de Capataz facultativo a que se refiere el artículo anterior, serán expedidos por el Director general de Minas y Combustibles, en vista de la propuesta que elevará el Subdirector por conducto del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, con remisión de las notas de calificación.

CAPITULO IV

De los Profesores.

Art. 20. La enseñanza será desempeñada por los Ingenieros de Minas destinados oficialmente a la misma. Cuando en la plantilla de la Escuela figure algún Ayudante facultativo, éste coadyuvará a la labor docente prestando el concurso que le señale la Junta de Profesores, de lo cual se dará conocimiento al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

Art. 21. La dirección de la Escuela corresponde al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, desempeñando el cargo de Subdirector el Ingeniero más antiguo, y el de Secretario, el Ingeniero más moderno o el Ayudante, si así se dispusiese.

Art. 22. Las obligaciones de los Profesores son:

- a) Dar las lecciones orales y de aplicación y dirigir los ejercicios prácticos de las asignaturas que tengan a su cargo, con sujeción a los programas aprobados.
- b) Concurrir a la Junta y demás actos del servicio, ayudando al Subdirector en cuanto concierne al mantenimiento del régimen y disciplina de la Escuela.
- c) Pasar a Secretaría parte en que se exprese el número y objeto de la lección, las faltas y censuras de los alumnos.
- d) Constituir los Tribunales de exámenes y calificar sus ejercicios; y
- e) Todas las demás que consigne este Reglamento.

Art. 23. Disfrutarán los Profesores de las vacaciones reglamentarias, sin que a juicio de la Junta de Profesores queden desatendidos los servicios.

Art. 24. El cargo de Profesor será compatible con cualquier ocupación del Ingeniero de Minas, que no impida, en los días prefijados, la asistencia a clase o a algunos de los

ejercicios de la enseñanza establecidos en este Reglamento.

Art. 25. Los Profesores, con el Secretario, presididos por el Subdirector, constituyen la Junta de Profesores, a la que corresponde:

a) Discutir y aprobar, para elevarlos a la Superioridad, los programas de las materias que son objeto de la enseñanza de la Escuela.

b) Acordar la distribución de los fondos dedicados a la enseñanza, y examinar y aprobar las cuentas.

c) Formar el plan de trabajos prácticos, señalados en este Reglamento, para los alumnos, y el horario para las clases orales y prácticas.

d) Acordar, para que sean sometidos a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, la distribución de los días señalados para dar clase, así como las horas de las mismas, combinando días y horas del mejor modo posible, a fin de que los alumnos puedan asistir con el menor perjuicio de sus tareas ordinarias.

e) Todas las demás que le confiera este Reglamento.

CAPITULO V

Del Subdirector.

Art. 26. Corresponde al Subdirector:

a) Cuidar de la exacta observancia del Reglamento y de que se cumplan las órdenes de la Superioridad.

b) Dictar las disposiciones que estime oportuno para la buena marcha y disciplina de la Escuela.

c) Presidir las Juntas de Profesores, hacer que se cumplan sus acuerdos, y consultar cuanto crea conveniente con el Director.

d) Proponer al Director cuanto estime conveniente para el buen régimen de la Escuela y mejoras en el servicio.

e) Rendir al Director un parte mensual de clases dadas por los Profesores, así como del resultado de los exámenes

de junio y septiembre, y relación de los alumnos matriculados cada año.

f) Ejercer la función de Ordenador de pagos, sometiendo a la aprobación de la Junta las cuentas de todos los ingresos y gastos que tenga la Escuela, rindiendo a la Superioridad las que correspondan, conforme a las disposiciones que rigen en la materia.

g) Todas las atribuciones que le concede este Reglamento.

CAPITULO VI

Del Secretario.

Art. 27. Además de las clases que le puedan corresponder, el Secretario tendrá a su cargo la organización y dirección de cuantos registros y documentos pertenecen a la Secretaría de la Escuela, siendo del mismo las obligaciones siguientes:

a) Redactar la correspondencia oficial, rubricando al margen la comunicación que ha de firmar el Subdirector.

b) Expedir las certificaciones sobre todo género de actos del servicio de la Escuela, que someterá al visado del Subdirector.

c) Cuidar de los archivos, guardando en ellos ordenadamente toda la documentación de la Escuela.

d) Llevar los libros que se anotan a continuación.

e) Inspeccionar y comprobar anualmente con el Subdirector el Inventario general de la Escuela.

f) Todas las obligaciones que consigna este Reglamento.

Art. 28. El Secretario llevará los libros siguientes:

Un libro de matrículas, con los antecedentes necesarios para la debida identificación de cada alumno. Otro donde conste el historial académico de los mismos. Otro en que se copien comunicaciones oficiales recibidas. Otro donde se

consigne los documentos que han salido de la Escuela. Libro de actas de las Juntas de Profesores celebradas, y otro para copiar los resúmenes mensuales de los partes de clase que se envíen al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

CAPITULO VII

De los alumnos.

Art. 29. Las obligaciones de los alumnos, son:

a) Dar conocimiento a Secretaría de las señas de sus domicilios a principio de cada curso, y cuantas veces varíen de residencia.

b) Cumplir estrictamente todas las disposiciones emanadas del Subdirector, Ingenieros y Ayudantes afectos a la Escuela, en lo que atañe a los deberes de los alumnos, al orden de las clases y al régimen de la enseñanza.

c) Indemnizar los desperfectos que causen en el material de enseñanza que manejen, por incuria o mal trato.

d) Las demás impuestas en este Reglamento.

Art. 30. La asistencia a las clases es obligatoria. El alumno que durante el año cometa faltas de asistencia cuya suma parcial en cada asignatura exceda del 20 por 100 del número de clases dadas en ella, perderá el derecho de ser examinado de ella en junio. Si el número de faltas es mayor al 25 por 100 del de clases, tampoco podrá examinarse en septiembre.

Art. 31. No obstante lo dispuesto en el anterior artículo, podrá elevarse las cifras citadas al 25 y 30 por 100, respectivamente, cuando en concepto de la Junta de Profesores, y previa solicitud del interesado, quede justificado que las faltas se han cometido por motivos totalmente independientes de la voluntad del alumno.

Art. 32. En el caso de que las faltas dependiesen del servicio militar y previa justificación, la Junta de Profesores

res acordará si cabe proponer un límite mayor o si procede en justicia imponer la suspensión de estudios.

Art. 33. La asistencia durante un curso no eximirá al alumno de la obligación de asistir en el curso siguiente a las clases de las asignaturas que no hubiere aprobado, en las mismas condiciones de los que cursan por primera vez, salvo lo que se dispone en el artículo siguiente.

Art. 34. Los alumnos que hubiesen aprobado todas las asignaturas del primero, segundo o tercer año, menos una, podrán cursar el siguiente, con la condición indispensable de aprobar antes que las de éste, la asignatura pendiente.

Art. 35. Los alumnos estarán sujetos a correcciones disciplinarias cuando faltan a lo dispuesto en este Reglamento, así como a la subordinación y compostura.

Art. 36. Estas faltas se corregirán según su gravedad:

1.º Con reprensión privada o pública.

2.º Con trabajos extraordinarios que consistirán en la ejecución de trabajos gráficos o analíticos en plazos determinados y horas distintas de las señaladas para las clases.

3.º Con pérdida de examen en junio.

4.º Con pérdida de curso, y

5.º Con expulsión de la Escuela.

Art. 37. La primera y segunda corrección se podrá imponer por el Subdirector o por los Profesores. La tercera y cuarta por el Subdirector, previo acuerdo de la Junta de Profesores. La quinta corrección se impondrá por el Director, previa propuesta de la Junta de Profesores de la Escuela.

Art. 38. Durante el curso deberán los alumnos contestar a las preguntas que el Profesor les dirija en las clases orales y efectuar los ejercicios que se les señalen para las clases de aplicación.

Art. 39. Las explicaciones que den los alumnos en clase cuando fueren preguntados y el aprovechamiento que demuestren en los exámenes, así como en las Memorias y

demás trabajos, serán juzgados por los Profesores respectivos con puntos comprendidos entre 0 y 20, indicando el 10 el número de puntos necesarios para la aprobación.

Art. 40. El alumno que no pueda obtener la aprobación de alguna asignatura durante tres cursos será excluido de la Escuela.

Art. 41. Los alumnos podrán interrumpir la continuidad en los estudios a que se refieren los artículos anteriores cuando sea por enfermedad o cualquier otra causa, no estén en situación de proseguir un curso comenzado o de comenzar los sucesivos. Cuando así ocurra podrán solicitar y obtener la suspensión de estudios, sin que se considere perdido el curso empezado.

Art. 42. Para que cese la suspensión de estudios bastará con que el interesado solicite la continuación de ellos antes de 1.º de octubre.

CAPITULO VIII

Del Conserje.

Art. 43. El Conserje estará a las inmediatas órdenes del Subdirector y su nombramiento se efectuará por el Director general de Minas y Combustibles.

Art. 44. Es el encargado responsable del aseo y custodia de la Escuela y de los objetos que encierra. A ser posible deberá habitar en la misma y permanecer en ella durante las horas que se le señalen.

Art. 45. Al tomar posesión de su destino se formará por duplicado un inventario general de todos los enseres y objetos contenidos en el establecimiento y se hará cargo de ellos, conservando en su poder un ejemplar, archivándose el otro. Los inventarios serán firmados por el Secretario y el Conserje y autorizados por el Subdirector, debiendo revisarse anualmente.

Art. 46. Son obligaciones del Conserje:

a) Cuidar del aseo y limpieza de todas las dependencias de la Escuela, dando cuenta al Subdirector de cuantas novedades ocurran.

b) Realizar las compras de los efectos que deban adquirirse para el servicio de la Escuela cuando lo ordene el Subdirector y ateniéndose a sus instrucciones.

c) Cumplir cuantas órdenes se le transmitan por el Subdirector o por los Profesores relativas al servicio del Establecimiento.

ARTÍCULOS ADICIONALES

1.º Los alumnos que tengan ya aprobadas en ella alguna de las asignaturas correspondientes a los estudios de Maestro minero, Fundidor, Maquinista, podrán continuar los estudios en la forma dispuesta en el Reglamento correspondiente de 20 de abril de 1925, respetándoseles, por lo tanto, los derechos adquiridos, siempre que la continuación tenga lugar sin interrupción en los estudios.

2.º Los alumnos que tengan aprobados en todo o en parte los estudios de Maestro minero, Fundidor, Maquinista, podrán ampliarlos para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas, aplicando las normas contenidas en el artículo 17 referentes al traslado de matrículas, especialmente en lo que se refiere a las nuevas asignaturas que hayan de cursar.

Ordenes aprobando los Planes de estudios y Reglamentos, que se insertan, de las Escuelas de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bilbao, Cartagena y Mieres. ("Gaceta" del 3.)

Ilmo. Sr.: Visto el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bilbao, formulado con arreglo a lo preceptuado en el artículo 4.º del Real decreto de 13 de noviembre de 1930:

Vistos los informes favorables emitidos por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas y el Consejo de Minería,

Este Ministerio ha tenido a bien aprobar el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bilbao que a continuación se inserta.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 18 de noviembre de 1931.—P. D., F. Gordón Ordás.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

ESCUELA DE CAPATACES FACULTATIVOS DE MINAS Y FABRICAS METALURGICAS DE BILBAO

REGLAMENTO

CAPITULO PRIMERO

Objeto de la Escuela.

Artículo 1.º La Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bilbao continuará instalada en el lugar que se halla destinado actualmente para la enseñanza de Capataces facultativos de Minas y de Maestros Mineros, Fundidores y Maquinistas y dispondrá de todo el material y enseres con que la misma cuenta.

Art. 2.º Gozará la Escuela de capacidad jurídica para adquirir, poseer y administrar sus bienes, bajo la inspección directa de su Junta de Profesores y la del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, pudiendo, por tanto, aceptar fondos para becas, obvenciones escolares, material y cualquier género de legados o donaciones destinadas a los fines docentes que le están encomendados.

Art. 3.º Estos fines son:

Facilitar los medios de cultura a la clase obrera para

que pueda adquirir los conocimientos indispensables al desempeño de la carrera de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Art. 4.º La enseñanza en la Escuela se distribuirá en cuatro cursos, cada uno de los cuales comprenderá las asignaturas siguientes:

Primer curso.

Aritmética, Algebra, Geometría, Trigonometría rectilínea, Aplicaciones geométricas, Dibujo lineal y ejercicios prácticos.

Segundo curso.

Física, Química y nociones de Docimasia mecánica, Dibujo a pulso de croquis y ejercicios prácticos.

Tercer curso.

Resistencia de materiales y construcción, Electricidad, Metalurgia, Dibujo topográfico y ejercicios prácticos.

Cuarto curso.

Topografía, Mineralogía y Geología, Laboreo y preparación mecánica, Dibujo de máquinas y hornos y ejercicios prácticos.

Art. 5.º La extensión con que han de estudiarse las materias enumeradas en el artículo anterior se señalarán en programas formados por los respectivos Profesores, que, una vez discutidos y aprobados por la Junta de Profesores de esta Escuela, se remitirán al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas para su aprobación.

CAPITULO II

Condiciones para ingresar en la Escuela.

Art. 6.º Para ingresar en la Escuela se necesita:

Primero. Solicitarlo del Subdirector dentro del plazo marcado en la convocatoria.

Segundo. Acompañar a la solicitud certificaciones que acrediten la buena conducta y hallarse trabajando en minas, fábricas o talleres relacionados con la industria mine-rometalúrgica.

Tercero. No padecer defecto físico que le impida trabajar en minas o fábricas.

Cuarto. Haber cumplido diez y seis años antes del 1.º de octubre del año de su ingreso.

Quinto. Sufrir ante los Profesores de la Escuela un examen de escritura y breves nociones de Aritmética y de Dibujo lineal.

Art. 7.º Los exámenes de ingreso tendrán lugar en los meses de junio y septiembre. Las solicitudes tendrán que presentarse en el plazo que señale el Subdirector para la convocatoria del mes de junio.

CAPITULO III

Art. 8.º Las asignaturas que integran la enseñanza se distribuirán, según lo que expresa el siguiente cuadro, dedicándose a cada una de ellas, por lo menos, el número de clases que en el mismo se indican.

Primer curso.

Aritmética-Algebra.—Potencias y raíces, números primos, m. c. d. y m. c. m., operaciones algebraicas, potencias y raíces, proporciones, ecuaciones de primero y segundo grado, sistemas de ecuaciones, progresiones y logaritmos, regla de cálculo, Aritmética mercantil, Contabilidad; 60 clases al año.

Geometría, Trigonometría rectilínea y aplicaciones geométricas.—Definiciones, Geometría plana y del espacio, sistemas de coordenadas, proyecciones octogonales y planos acotados, ideas de perspectiva y sombras; 60 clases al año.

Dibujo.—Lineal y ejercicios prácticos; 60 clases al año.

Segundo curso.

Física.—Mecánica, óptica y acústica, Termología, Magnetismo y Electricidad; 35 clases al año.

Química y nociones de Docimasia.—Química general y descriptiva, rudimentos de Química analítica, ensayos sobre carbones y minerales; 25 clases al año.

Mecánica.—Cinemática, estática, dinámica, hidráulica, mecanismos, máquinas y aparatos, motores hidráulicos, térmicos, neumáticos; 55 clases al año.

Dibujo.—A pulso, de croquis y ejercicios prácticos; 60 clases al año.

Tercer curso.

Resistencia de materiales y construcción.—Materiales, resistencia de materiales, cálculo de vigas, armaduras, muros y bóvedas, estática gráfica, hormigón armado; 30 clases al año.

Electricidad.—Corrientes alternas, Electrometría, generadores y motores, transformadores, transmisión y distribución, alumbrado; 30 clases al año.

Metalurgia.—Metalurgia general, Siderurgia, fundición y moldeo, Metalurgia especial, trabajo de metales; 60 clases al año.

Dibujo.—Topográfico y ejercicios prácticos; 60 clases al año.

Cuarto curso.

Topografía.—Métodos generales de levantamiento de planos, aparatos y su manejo, procedimiento numérico, nivelación, meridianas, Taquimetría, trazado y replanteo de vigas, prácticas de campo; 60 clases al año.

Mineralogía y Geología.—Cristalografía, caracteres físicos y químicos de los minerales, Mineralogía descriptiva, ideas generales de Geología, criaderos; 25 clases al año.

Laboreo y preparación mecánica.—Labores de investi-

gación y beneficio, servicios complementarios, Legislación Social, preparación mecánica; 35 clases al año.

Dibujo.—De máquinas y hornos y ejercicios prácticos; 60 clases al año.

Art. 9.º Dentro del curso, y cuando la extensión de las asignaturas permita abarcar gran parte del mismo, se distribuirán éstas en número fijo de clases semanales, aplicándose las asignaturas más breves en los períodos restantes y siempre que fuera posible, procurando que su orden se acomode a la conveniencia de los estudios.

Art. 10. El Subdirector, con la Junta de Profesores, está autorizado para que exceda el número de clases del mínimo señalado, siempre que lo consideren oportuno.

Art. 11. Todos los cursos empezarán en 1.º de octubre y concluirán el 15 de mayo, verificándose los exámenes a partir del primer día hábil de junio. Se podrán efectuar en la segunda quincena de mayo prácticas de cualquier asignatura, cuando así lo acuerde la Junta de Profesores.

También habrá exámenes en septiembre para los alumnos que hayan sido suspensos en junio o que no hubieran podido presentarse en dicho mes. Las fechas de estos exámenes serán fijadas por el Subdirector.

Art. 12. Los Tribunales se constituirán con Profesores de la Escuela, y cabrá apelar al auxilio de Ingenieros de Minas extraños a la misma.

Art. 13. Si por cualquier causa no se hubiese dado el número mínimo de clases que previene el Reglamento, se prolongará el curso en lo que fuere necesario.

Art. 14. Las prácticas de campo de los dos últimos cursos consistirán: para el tercer año, visitas a fábricas de fundición, talleres y fábricas de electricidad; para el cuarto año, en levantamiento de planos, nivelaciones y trazados relacionados con trabajos topográficos, visitas a trabajos mineros de preparación mecánica y de beneficio.

Art. 15. Terminados los exámenes de cada asignatura,

el Tribunal calificará a los alumnos con las notas de Sobresaliente, Muy bueno, Bueno o Suspenso (si el examen ha sido en junio) o Desaprobado (si ha sido en septiembre), extendiéndose de ello una relación que firmarán todos los Vocales, teniendo en cuenta, además de los resultados de los ejercicios, las notas obtenidas durante el curso y el número de faltas. En los exámenes de ingreso las calificaciones son las consignadas y aplicables en forma análoga.

Art. 16. Para pasar al año siguiente será necesario haber aprobado todas las asignaturas que constituyen el curso seguido o todas menos una, pero con la condición indispensable, en este caso, de aprobarla antes que las del curso siguiente.

Art. 17. Para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas, además de todas las condiciones indicadas, se necesita:

Primero. Ser español.

Segundo. Haber efectuado durante seis meses, después de haber terminado los estudios, prácticas individuales de permanencia en minas a las órdenes de un Ingeniero de Minas de la Escuela de Madrid, y de tres meses en fábricas metalúrgicas, lo que se acreditará con los correspondientes certificados.

Tercero. Presentar en la Escuela una Memoria descriptiva de la mina o de la fábrica en que se hicieran las prácticas, que comprenderá la descripción de los criaderos, los métodos de explotación que se empleen, detalles de los servicios de extracción y desagüe y las particularidades principales del establecimiento de que se trate. La entrega de este trabajo se verificará en la Secretaría de la Escuela, bajo recibo.

Cuarto. Estas Memorias serán examinadas por un Tribunal formado por tres Profesores, el cual las aprobará o desaprobará. En el primer caso se dará curso al expediente para la obtención del título, y en el segundo caso, que-

dará obligado el alumno a presentar una nueva Memoria en el plazo señalado por el Tribunal. Estos Tribunales se constituirán en las fechas que fije el Subdirector, pero siempre dentro del plazo del 1.º de octubre a 30 de junio.

Art. 18. Los títulos de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas a que se refiere el artículo anterior serán expedidos por el Director general de Minas y Combustibles en vista de la propuesta que elevará el Subdirector por conducto del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas de Madrid, con remisión de las notas de calificación.

CAPITULO IV

De los Profesores.

Art. 19. La enseñanza será desempeñada por los Ingenieros de Minas destinados oficialmente a la misma.

Cuando en la plantilla de la Escuela figure algún Ayudante facultativo o Auxiliar, éste coadyuvará a la labor docente, prestando el concurso que su Jefe directo le señale, de lo cual se dará conocimiento al Director de la Escuela de Ingenieros.

Art. 20. La dirección de la Escuela corresponde al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, desempeñando el cargo de Subdirector el Ingeniero más antiguo, y el de Secretario el Ingeniero más moderno o el Auxiliar, si así se dispusiese.

Art. 21. Las obligaciones de los Profesores son:

Primero. Dar las lecciones orales y de aplicación y dirigir los ejercicios prácticos de las asignaturas que tengan a su cargo, con sujeción a los programas aprobados.

Segundo. Concurrir a las Juntas y demás actos del servicio, ayudando al Subdirector en cuanto concierne al mantenimiento del régimen y disciplina de la Escuela.

Tercero. Pasar a Secretaría parte diario en que se exprese el número y objeto de la lección, las faltas y censuras de los alumnos.

Cuarto. Constituir los Tribunales de examen y calificar los ejercicios.

Quinto. Todas las demás que consigna este Reglamento.

Art. 22. Disfrutarán los Profesores de las vacaciones reglamentarias, sin que, a juicio del Subdirector, queden desatendidos los servicios.

Art. 23. El cargo de Profesor será compatible con cualquier ocupación del Ingeniero de Minas que no impida en los días prefijados la asistencia a clase o a alguno de los ejercicios de la enseñanza establecidos en este Reglamento; mas para ello es preciso, en cada caso, la autorización de la Superioridad, previos los informes del Subdirector de la Escuela y del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas.

Art. 24. Los Profesores, con el Secretario, presididos por el Subdirector, constituyen la Junta de Profesores, a la que corresponde:

Primero. Discutir y aprobar, para elevarlos a la Superioridad, los programas de las materias que son objeto de la enseñanza.

Segundo. Acordar y someter a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas la distribución de los fondos dedicados a la enseñanza y examinar y aprobar las cuentas.

Tercero. Formar el plan de trabajos prácticos señalados en este Reglamento para los alumnos.

Cuarto. Acordar, para que sean sometidos a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, la distribución de los días señalados para dar clase, así como las horas de las mismas, combinando días y horas del mejor modo posible, a fin de que los alumnos puedan asistir con el menor perjuicio de sus tareas ordinarias.

Quinto. Todas las demás que confiere este Reglamento.

CAPITULO V

Del Subdirector.

Art. 25. Corresponde al Subdirector:

Primero. Cuidar de la exacta observancia del Reglamento y de que se cumplan las órdenes de la Superioridad.

Segundo. Dictar las disposiciones que estime oportunas para la buena marcha y disciplina de la Escuela.

Tercero. Presidir las Juntas de Profesores, hacer que se cumplan sus acuerdos y consultar cuanto fuera conveniente con el Director.

Cuarto. Proponer al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas cuanto estime conveniente para el buen régimen de la Escuela y mejoras en el servicio.

Quinto. Rendir al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas un resumen mensual de los partes de clases pasados por los Profesores a la Secretaría, así como el resultado de los exámenes de junio y septiembre, y relación de los alumnos matriculados cada año.

Sexto. Ejercer las funciones de Ordenador de pagos, sometiendo a la aprobación de la Junta la cuenta de todos los ingresos y gastos que tenga la Escuela, rindiendo a la Superioridad las que correspondan, conforme a las disposiciones que rigen en la materia.

Séptimo. Todas las atribuciones que le concede este Reglamento.

CAPITULO VI

Del Secretario.

Art. 26. Además de las clases que le puedan corresponder, el Secretario tendrá a su cargo la organización y dirección de cuantos registros y documentos pertenecen a la Secretaría de la Escuela, siendo obligación del mismo las siguientes:

Primero. Redactar la correspondencia oficial, rubri-

cando al margen las comunicaciones, que ha de firmar el Subdirector.

Segundo. Expedir las certificaciones sobre todo género de actos del servicio de la Escuela, que someterá al visado del Subdirector.

Tercero. Cuidar de los archivos de la Escuela, guardando en ellos ordenadamente los partes de clase que diariamente rindan los Profesores y demás documentos que deban archivarse.

Cuarto. Llevar los libros que prescribe el artículo siguiente.

Quinto. Inspeccionar y comprobar anualmente con el Subdirector el inventario general de la Escuela.

Sexto. Todas las demás obligaciones que consigna este Reglamento.

Art. 27. El Secretario llevará los libros siguientes:

Primero. Un libro de matrículas con los antecedentes necesarios para la completa identificación de cada alumno.

Segundo. Otro donde conste el historial académico de los mismos.

Tercero. Otro en el que se copien las comunicaciones oficiales recibidas.

Cuarto. Otro donde se consignen los documentos que han salido de la Escuela.

Quinto. Libro de actas de las Juntas de Profesores celebradas.

Sexto. Y otro para copiar los resúmenes mensuales de los partes de clase que se remitan al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

CAPITULO VII

De los alumnos.

Art. 28. Las obligaciones de los alumnos son:

Primera. Dar conocimiento a Secretaría de las señas de sus domicilios a principios de cada curso y cuantas veces varien de residencia.

Segunda. Cumplir estrictamente las disposiciones emanadas del Subdirector e Ingenieros y Auxiliar afectos a la Escuela en lo que atañe a los deberes de los alumnos, al orden de las clases y al régimen de la enseñanza.

Tercera. Indemnizar los desperfectos que por incuria o mal trato causen en el material de enseñanza que manejan.

Cuarta. Las demás impuestas en este Reglamento.

Art. 29. La asistencia a las clases es obligatoria; el alumno que durante el año cometa faltas de asistencia cuya suma parcial en cada asignatura exceda del 15 por 100 del número reglamentario de clases (aunque sean más las dadas) perderá el derecho de examen de la misma en junio. Si el número de faltas es mayor del 20 por 100 del de clases, perderá igualmente el derecho en septiembre.

Art. 30. No obstante lo dispuesto en el artículo anterior podrán elevarse las cifras citadas al 20 y 25 por 100, respectivamente, cuando en concepto de la Junta de Profesores, y previa solicitud del interesado, quede justificado que las faltas se han cometido por motivos totalmente independientes de la voluntad del alumno.

Art. 31. En el caso de que las faltas dependiesen del servicio militar obligatorio, y previa siempre análoga justificación, la Junta de Profesores acordará si cabe proponer un límite mayor o si procede en justicia imponer la suspensión de estudios.

Art. 32. La asistencia durante un curso no eximirá al alumno de la obligación de asistir en el curso siguiente a

las clases de las asignaturas que no hubiesen aprobado en las mismas condiciones de los que las cursan por primera vez, salvo lo que se dispone en el artículo 33.

Art. 33. Los alumnos que hubiesen aprobado todas las asignaturas del primero, segundo y tercer año, menos una, podrán cursar el siguiente con la condición indispensable de aprobar antes que las de éste la asignatura pendiente.

Art. 34. Estarán sujetos los alumnos a correcciones disciplinarias cuando falten a lo prescrito en este Reglamento, así como a la subordinación y compostura.

Art. 35. Estas faltas se corregirán, según su mayor o menor gravedad:

Primero. Con reprensión privada o pública.

Segundo. Con trabajos extraordinarios, que consistirán en la ejecución de trabajos gráficos o analíticos en plazos determinados y a horas distintas de las señaladas para las clases.

Tercero. Con pérdida de examen en junio.

Cuarto. Con pérdida de curso.

Quinto. Con expulsión de la Escuela.

Art. 36. La primera y segunda corrección se podrán imponer por el Subdirector o por los Profesores, dando cuenta a aquél. La tercera y cuarta por el Subdirector, previo acuerdo de la Junta de Profesores.

La quinta corrección se impondrá por el Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, previa propuesta de la Junta de Profesores de la Escuela.

Art. 37. Durante el curso deberán los alumnos contestar a las preguntas que el Profesor les dirija en las clases orales y efectuar los ejercicios que se les señalen para las clases de aplicación.

Art. 38. Las explicaciones que los alumnos den en clase cuando fueren preguntados y el aprovechamiento que demuestren en los exámenes, así como en las Me-

morias y demás trabajos, serán juzgados por los Profesores respectivos, con puntos comprendidos entre 0 y 20; el número 10 señala el mínimo de puntos necesarios para la aprobación.

Art. 39. El alumno que no pueda obtener la aprobación de ninguna asignatura durante tres cursos, será excluido de la Escuela.

Art. 40. Los alumnos podrán interrumpir la continuidad de los estudios a que se refieren los artículos anteriores en caso de que por enfermedad o por cualquier otra causa no estén en situación de proseguir un curso comenzado o de comenzar los sucesivos. Cuando así ocurra, podrán solicitar y obtener la suspensión de estudios, sin que se considere perdido el curso comenzado.

Art. 41. Para que cese la suspensión de estudios bastará con que el interesado solicite la continuación de ellos antes del 1.º de octubre.

Art. 42. Los alumnos que por cambio de residencia quisieran continuar sus estudios en otra Escuela de Capataces, lo solicitarán del Subdirector de ésta, acompañando a la instancia certificación de estudios aprobados, en vista de los cuales el Subdirector elevará su informe proponiendo la posibilidad y forma de adaptación al plan de estudios de la nueva Escuela al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas para que resuelva lo que proceda.

CAPITULO VIII

Del Conserje.

Art. 43. El Conserje estará a las inmediatas órdenes del Subdirector, y su nombramiento se efectuará por el Director general de Minas y Combustibles.

Art. 44. Es el encargado responsable del aseo y custodia de la Escuela y de los objetos que encierra.

A ser posible deberá habitar en el Establecimiento y per-

manecer en él durante las horas que señale el Subdirector.

Art. 45. Al tomar posesión de su destino se formará por duplicado un inventario general de todos los enseres y objetos contenidos en el Establecimiento, y se hará cargo de ellos, conservando en su poder un ejemplar y conservándose archivado el otro.

Los inventarios serán firmados por el Secretario y el Conserje y autorizados por el Subdirector, debiendo revisarse anualmente.

Art. 46. Son obligaciones del Conserje:

Primero. Cuidar del aseo y limpieza de todas las dependencias del edificio destinado a la Escuela, dando parte al Subdirector de cuantas novedades ocurran.

Segundo. Realizar las compras de los efectos que deban adquirirse para el servicio de la Escuela cuando lo ordene el Subdirector y acomodándose a sus instrucciones.

Tercero. Cumplir cuantas órdenes se le transmitan por el Subdirector o por los Profesores relativas al servicio del Establecimiento.

* * *

Ilmo. Sr.: Visto el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Cartagena, formulado con arreglo a lo preceptuado en el artículo 4.º del Real decreto, número 2.596, de 13 de noviembre de 1930:

Vistos los informes favorables emitidos por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas y el Consejo de Minería,

Este Ministerio ha tenido a bien aprobar el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Cartagena que a continuación se inserta.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 18 de noviembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás.*

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Reglamento y Plan de enseñanza para la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Cartagena.

CAPITULO PRIMERO

Objeto de la Escuela.

Artículo 1.º La Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Cartagena continuará instalada en el lugar que hoy ocupa, o en el que más adelante se pueda habilitar a estos fines, y dispondrá de todo el material y enseres con que la misma cuenta.

Art. 2.º Gozará la Escuela de capacidad jurídica para adquirir, poseer y administrar sus bienes, bajo la inspección directa de su Junta de Profesores y la del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas de Madrid, pudiendo, por tanto, aceptar fondos para becas, obenciones escolares, material, y cualquier género de legados o donaciones destinadas a los fines docentes que la están encomendados.

Art. 3.º El objeto de la Escuela es proporcionar las enseñanzas necesarias para adquirir el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Art. 4.º Las enseñanzas en la Escuela comprenderán las materias siguientes:

Primer curso.

Aritmética y Algebra, incluyendo nociones de Aritmética Mercantil y Contabilidad. Geometría métrica, plana y del espacio. Dibujo lineal, geométrico y de construcción.

Segundo curso.

Trigonometría y Geometría proyectiva, Física, Química y Docimasia. Mecánica, Dibujo lineal de máquinas y croquis acotados.

Tercer curso.

Topografía, Construcción y Transportes. Electricidad, Dibujo topográfico.

Cuarto curso.

Mineralogía y Geología. Laboreo de minas, incluyendo nociones de Administración y Legislación social. Topografía (segundo curso). Preparación mecánica, Metalurgia general y especial. Dibujo de planos de minas.

Art. 5.º La extensión con que han de estudiarse las materias enumeradas en el artículo anterior se señalará en programas formados por los respectivos Profesores, que, una vez discutidos y acordados por la Junta de Profesores de la Escuela, se remitirán al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas para su aprobación por el Claustro de Profesores de la misma. Cualquier modificación que en lo sucesivo se considere conveniente seguirá los mismos trámites.

CAPÍTULO II

Condiciones para ingresar en la Escuela.

Art. 6.º Para ingresar en la Escuela se necesita:

1.º Ser español y haber cumplido diez y seis años antes de 1.º de octubre del año de la convocatoria.

2.º Solicitarlo del Subdirector de la Escuela, dentro del plazo marcado en la convocatoria, acompañando a la solicitud los documentos siguientes:

a) Certificado de nacimiento del Registro civil.

b) Certificado médico acreditando no tener defecto físico que le dificulte el ejercicio de la profesión. no padecer ninguna enfermedad infecciosa y estar vacunado.

c) Certificado de buena conducta expedido por el Alcalde del pueblo en que resida.

d) Cédula personal.

e) Certificado de estar trabajando como obrero en minas, fábricas o talleres relacionados con la industria metalúrgica.

3.º Sufrir un examen de lectura y escritura al dictado, y breves nociones de Aritmética.

Art. 7.º Los exámenes de ingreso tendrán lugar en los meses de junio y septiembre.

CAPÍTULO III

Régimen de enseñanza.

Art. 8.º Las asignaturas que integran la enseñanza se distribuirán según lo expresado en el siguiente cuadro, dedicándose a cada una de ellas, por lo menos, el número de clases que en el mismo se indican.

Asignaturas.—Primer año.

Aritmética y Algebra, 50 clases al año.

Geometría métrica, 50.

Dibujo lineal, geométrico y de construcción, 50, de dos horas.

Ejercicios prácticos.

Segundo año.

Trigonometría y Geometría proyectiva, 15.

Física, 30.

Química y Docimasia, 25.

Mecánica, 30.

Dibujo lineal de máquinas y croquis acotados, 50, de dos horas.

Ejercicios prácticos y prácticas de Laboratorio.

Tercer año.

Topografía (primer curso), 50.

Electricidad, 40.

Construcción y Transportes, 30.

Dibujo topográfico, 50.

Ejercicios prácticos y prácticas de Laboratorio.

Cuarto año.

Mineralogía y Geología, 25.

Laboreo de minas, 50.

Topografía (segundo curso), 15.

Preparación mecánica de las menas, 20.

Metalurgia, 50.

Dibujo de planos de minas, 50.

Ejercicios prácticos y estudios de las colecciones de minerales, rocas y fósiles.

Art. 9.º Dentro del curso, y cuando la extensión de las asignaturas permita abarcar gran parte del mismo, se distribuirán éstas en un número fijo de clases semanales, aplicándose las asignaturas más breves en los periodos restantes, y siempre que fuera posible, procurando que su orden se acomode a la conveniencia de los estudios.

Art. 10. El Subdirector, con la Junta de Profesores, está autorizado para que exceda el número de clases del mínimo señalado, siempre que lo considere oportuno.

Art. 11. Todos los cursos empezarán en 1.º de octubre y concluirán el 15 de mayo, verificándose los exámenes en la primera quincena de junio.

También habrá exámenes en septiembre, para los alumnos que hayan sido suspensos en junio o que no hubieran podido presentarse en dicho mes.

Art. 12. Los Tribunales se constituirán con Profesores de la Escuela, apelando al auxilio de Ingenieros de Minas extraños a la misma, cuando las circunstancias lo aconsejen.

Art. 13. Si por cualquier causa no se hubiese dado el número de clases que previene el Reglamento, se prolongará el curso en lo que fuere necesario.

Art. 14. Además de los ejercicios prácticos y prácticas

de Laboratorio y de gabinete que se efectúen en la Escuela, los alumnos de los dos últimos cursos efectuarán prácticas de campo, que consistirán: para los de tercer año en levantamiento de planos, nivelaciones y trazados relacionados con trabajos topográficos y visitas e instalaciones eléctricas y obras en construcción. Para los de cuarto año, en visitas de minas y levantamiento de planos de labores interiores, y en visitas de talleres de preparación mecánica y fábricas de beneficio.

Art. 15. Terminados los exámenes de cada asignatura, el Tribunal calificará a los alumnos con las notas de Sobresaliente, Muy bueno, Bueno y Suspenso (si el examen ha sido en junio) o Desaprobado (si ha sido en septiembre); extendiéndose de ello una relación que firmarán todos los Vocales teniendo en cuenta, además de los resultados de los ejercicios, las notas obtenidas durante el curso y el número de faltas.

Art. 16. Para pasar al año siguiente será condición indispensable haber aprobado todas las asignaturas que constituyen el año seguido o todas menos una, pero con la condición indispensable, en este caso, de aprobarla antes que las del curso siguiente.

Art. 17. Para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas, se necesita:

1.º Haber aprobado todas las asignaturas que integran el Plan de enseñanza

2.º Haber efectuado durante seis meses, después de terminados los estudios, prácticas individuales de permanencia en minas, a las órdenes de un Ingeniero de Minas de la Escuela de Madrid, y de tres meses en Fábricas metalúrgicas, lo que se acreditará con los correspondientes certificados.

3.º Presentar en la Escuela una Memoria descriptiva de la mina en que se hicieran las prácticas, que comprenderá la descripción de los criaderos, los métodos de explo-

tación que se empleen, detalles de los servicios de extracción y desagüe, y las particularidades principales del establecimiento de que se trata.

La entrega de este trabajo se verificará en la Secretaría de la Escuela, bajo recibo.

4.º Sufrir un examen ante el Tribunal formado por tres Profesores de la Escuela, dando las explicaciones y ampliaciones que se le pidan sobre el contenido de la Memoria a que se hace referencia en el párrafo anterior.

A este fin, se constituirá el referido Tribunal en la fecha que fije el Subdirector, pero siempre dentro de los quince días siguientes a la presentación de la Memoria, si ésta se ha efectuado desde 1.º de octubre al 15 de mayo, o, en otro caso, en la primera quincena de octubre.

Art. 18. Los títulos de Capataces a que se refiere el artículo anterior, serán expedidos por el Director general de Minas y Combustibles, en vista de la propuesta que elevará el Subdirector por conducto del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas de Madrid, con remisión de las notas de calificación.

CAPITULO IV

De los Profesores.

Art. 19. La enseñanza será desempeñada por los Ingenieros de Minas destinados oficialmente a la misma.

Cuando en la plantilla de la Escuela figure algún Auxiliar éste coadyuvará a la labor docente, prestando el concurso que su Jefe directo le señale, de lo cual se dará conocimiento al Director de la Escuela de Ingenieros.

Art. 20. La dirección de la Escuela corresponde al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, desempeñando el cargo de Subdirector el Ingeniero más antiguo, y el de Secretario el Ingeniero más moderno o el Auxiliar, si así se dispusiese.

Art. 21. Las obligaciones de los Profesores son:

1.^a Dar lecciones orales y de aplicación y dirigir los ejercicios prácticos de las asignaturas que tengan a su cargo, con sujeción a los programas aprobados.

2.^a Concurrir a las Juntas y demás actos de servicio, ayudando al Subdirector en cuanto concierne al mantenimiento del régimen y disciplina de la Escuela.

3.^a Pasar a Secretaría parte diario en que se exprese el número y objeto de la lección, las faltas y censuras de los alumnos.

4.^a Constituir los Tribunales de examen y calificar sus ejercicios; y

5.^a Todas las demás que consigna este Reglamento.

Art. 22. Disfrutarán los Profesores de las vacaciones reglamentarias, sin que, a juicio del Subdirector, queden desatendidos los servicios.

Art. 23. El cargo de Profesor será compatible con cualquier ocupación del Ingeniero de Minas que no impida, en los días prefijados, la asistencia a clase o a alguno de los ejercicios de la enseñanza establecidos en este Reglamento; mas para ello es preciso en cada caso la autorización de la Superioridad, previos los informes del Subdirector de la Escuela y del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas.

Art. 24. Los Profesores, con el Secretario, presididos por el Subdirector, constituyen la Junta de Profesores, a la que corresponde:

1.º Discutir y aprobar, para elevarlo a la Superioridad, los programas de las materias que son objeto de la enseñanza de la Escuela.

2.º Acordar y someter a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas la distribución de los fondos dedicados a la enseñanza y examinar y aprobar las cuentas.

3.º Formar el plan de trabajos prácticos señalados en este Reglamento para los alumnos.

4.º Acordar que sean sometidos a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas la distribución de los días señalados para dar clase, así como las horas de las mismas, combinando días y horas del mejor modo posible, a fin de que los alumnos puedan asistir con el menor perjuicio de sus tareas ordinarias.

5.º Todas las demás que le confiere este Reglamento.

CAPÍTULO V

Del Subdirector.

Art. 25. Corresponde al Subdirector:

1.º Cuidar de la exacta observancia del Reglamento y de que se cumplan las órdenes de la Superioridad.

2.º Dictar las disposiciones que estime oportunas para la buena marcha y disciplina de la Escuela.

3.º Presidir las Juntas de Profesores, hacer que se cumplan sus acuerdos y consultar cuanto fuera conveniente con el Director.

4.º Remitir al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas un resumen mensual de los partes de clases pasados por los Profesores a Secretaría, así como del resultado de los exámenes de junio y septiembre, y relación de los alumnos matriculados cada año.

5.º Ejercer las funciones de Ordenador de pagos, sometiendo a la aprobación de la Junta las cuentas de todos los ingresos y gastos que tenga la Escuela, rindiendo a la Superioridad las que correspondan, conforme a las disposiciones que rigen en la materia.

6.º Todas las atribuciones que le concede este Reglamento.

CAPITULO VI

Del Secretario.

Art. 26. Además de las clases que le puedan corresponder, el Secretario tendrá a su cargo la organización y dirección de cuantos registros y documentos pertenezcan a la Secretaría de la Escuela, siendo obligaciones del mismo las siguientes:

1.^a Redactar la correspondencia oficial, rubricando al margen las comunicaciones que ha de firmar el Subdirector.

2.^a Expedir las certificaciones de todo género de actos del servicio de la Escuela, que someterá al visado del Subdirector.

3.^a Cuidar de los archivos de la Escuela, guardando en ellos ordenadamente los partes de clase que diariamente rindan los Profesores, y demás documentos que deban archivarse.

4.^a Llevar los libros que prescribe el artículo siguiente.

5.^a Inspeccionar y comprobar anualmente con el Subdirector el inventario general de la Escuela.

Art. 27. El Secretario llevará los libros siguientes:

1.^o Un libro de matrículas, con los antecedentes necesarios para la completa identificación de cada alumno.

2.^o Otro donde conste el historial académico de los mismos.

3.^o Otro en el que se copien las comunicaciones oficiales recibidas.

4.^o Otro donde se consignen los documentos que han salido de la Escuela.

5.^o Libros de Actas de las Juntas de Profesores celebradas.

6.^o Y otro para copiar los resúmenes mensuales de los partes de clase que se remitan al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

CAPITULO VII

De los alumnos.

Art. 28. Las obligaciones de los alumnos son:

1.^a Dar conocimiento a Secretaría de las señas de sus domicilios a principios de cada curso, y cuantas veces varien de residencia.

2.^a Cumplir estrictamente las disposiciones emanadas del Subdirector e Ingenieros y Auxiliar, afectos a la Escuela, en lo que atañe a los deberes de los alumnos, al orden de las clases y al régimen de la enseñanza.

3.^a Indemnizar los desperfectos que por incuria o maltrato causen en el material de enseñanza que manejan.

4.^a Las demás impuestas en este Reglamento.

Art. 29. La asistencia a la clase es obligatoria; el alumno que durante el año cometa faltas de asistencia cuya suma parcial en cada asignatura exceda del 15 por 100 del número de clases dadas en ella, perderá el derecho de ser examinado de la misma en junio. Si el número de faltas es mayor del 20 por 100 del de clases, tampoco podrá examinarse en septiembre.

Art. 30. No obstante lo dispuesto en el artículo anterior, podrán elevarse las cifras citadas al 20 y 25 por 100, respectivamente, cuando, en concepto de la Junta de Profesores, y previa solicitud del interesado, quede justificado que las faltas se han cometido por motivos totalmente independientes de la voluntad del alumno.

Art. 31. En el caso de que las faltas dependiesen del servicio militar obligatorio, y previa, siempre análoga justificación, la Junta de Profesores acordará si cabe proponer un límite mayor o si procede, en justicia, imponer la suspensión de estudios.

Art. 32. En el caso en que las faltas de asistencia impusieran la pérdida de un curso, no eximirá al alumno de la

obligación de asistir en el curso siguiente a las clases de las asignaturas que no hubiera aprobado, en las mismas condiciones de los que las cursan por primera vez, salvo lo que dispone el artículo 33.

Art. 33. Los alumnos que hubiesen aprobado todas las asignaturas del primero, segundo y tercer año, menos una, podrán cursar el siguiente con la condición indispensable de aprobar, antes que las de éste, la asignatura pendiente.

Art. 34. Estarán sujetos los alumnos a correcciones disciplinarias cuando falten a lo prescrito en este Reglamento, así como a la subordinación y compostura.

Art. 35. Esas faltas se corregirán según su mayor o menor gravedad:

- 1.º Con reprensión privada o pública.
- 2.º Con trabajos extraordinarios, que consistirán en la ejecución de trabajos gráficos o analíticos, en plazo determinado y a horas distintas de las señaladas para la clase.
- 3.º Con pérdida del examen de junio.
- 4.º Con pérdida de curso.
- 5.º Con la expulsión de la Escuela.

Art. 36. La primera y segunda corrección se podrá imponer por el Subdirector o por los Profesores, dando cuenta a aquél. La tercera y cuarta por el Subdirector, previo acuerdo de la Junta de Profesores.

La quinta corrección se impondrá por el Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, previa propuesta de la Junta de Profesores de la Escuela en que la falta se hubiese cometido.

Art. 37. Durante el curso deberán los alumnos contestar a las preguntas que el Profesor les dirija en las clases orales y efectuar los ejercicios que se les señale para las clases de aplicación.

Art. 38. Las explicaciones que los alumnos den en clase cuando fuesen preguntados y el aprovechamiento que demuestren en los exámenes, así como en las Memorias y

demás trabajos, serán juzgados por los respectivos Profesores, con puntos comprendidos entre 0 y 20; el número 10 señala el mínimo de puntos necesarios para la aprobación.

Art. 39. El alumno que no pueda obtener la aprobación de alguna asignatura durante tres cursos, será excluido de la Escuela.

Art. 40. Los alumnos podrán interrumpir la continuidad de los estudios a que se refieren los artículos anteriores en caso de que, por enfermedad o por cualquier otra causa, no estén en situación de proseguir un curso comenzado o de comenzar los sucesivos. Cuando así ocurra, podrán solicitar y obtener la suspensión de estudios, sin que se considere perdido el curso comenzado.

Art. 41. Para que cese la suspensión de estudios bastará con que el interesado solicite la continuación de ellos antes de 1.º de octubre.

Art. 42. Los alumnos que por cambio de residencia quisieran continuar sus estudios en otra Escuela de Capataces, lo solicitarán del Subdirector de ésta, acompañando a la instancia certificación de estudios aprobados, en vista de los cuales el Subdirector elevará su informe proponiendo la posibilidad y forma de adaptación al plan de estudios de la nueva Escuela al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, para que resuelva lo que proceda.

CAPITULO VIII

Del Conserje.

Art. 43. El Conserje estará a las inmediatas órdenes del Subdirector, y su nombramiento se efectuará por la Superioridad.

Art. 44. Es el encargado responsable del aseo y custodia de la Escuela y de los objetos que encierra.

A ser posible, deberá habitar en el Establecimiento y permanecer en él durante las horas que señale el Subdirector.

Art. 45. Al tomar posesión de su destino, se formará por duplicado un inventario general entre todos los enseres y objetos contenidos en el Establecimiento y se hará cargo de ellos, conservando en su poder un ejemplar y archivándose el otro.

Los inventarios serán firmados por el Secretario y el Conserje, y autorizados por el Subdirector, debiendo revisarse anualmente.

Art. 46. Son obligaciones del Conserje:

Cuidar del aseo y limpieza de todas las dependencias del edificio destinado a Escuela, dando parte al Subdirector de cuantas novedades ocurran.

Realizar las compras de los efectos que deben adquirirse para el servicio de la Escuela, cuando lo ordene el Subdirector, y acomodándose a sus instrucciones.

Cumplir cuantas órdenes se le transmitan por el Subdirector o por los Profesores, relativas al servicio del Establecimiento.

* * *

Ilmo. Sr.: Visto el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Mieres, formulado con arreglo a lo preceptuado en el artículo 4.º del Real decreto, número 2.506, de 13 de noviembre de 1930:

Vistos los informes favorables emitidos por la Junta de Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas y el Consejo de Minería,

Este Ministerio ha tenido a bien aprobar el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Mieres que a continuación se inserta.

Lo que comunico a V. I. para su conocimiento y efectos. Madrid, 13 de noviembre de 1931.—P. D. *F. Gordón Ordás*.

Señor Director general de Minas y Combustibles.

Reglamento y Plan de estudios para la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Mieres.

CAPITULO PRIMERO

Objeto de la Escuela.

Artículo 1.º La Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Mieres continuará instalada en el local que se halla destinado actualmente para la enseñanza, en la villa de Mieres.

Art. 2.º Gozará la Escuela de capacidad jurídica para adquirir, poseer y administrar sus bienes, bajo la inspección directa de su Junta de Profesores y la del Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, pudiendo, por tanto, aceptar fondos para becas, obviaciones escolares, material y cualquier género de legados o donaciones destinados al fin docente que le está encomendado.

Art. 3.º Este fin es el siguiente: proporcionar la enseñanza necesaria para adquirir el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas metalúrgicas.

Art. 4.º La enseñanza se dividirá en cuatro cursos, que empezarán el primer sábado de octubre y terminarán el último domingo de la segunda quincena de junio, verificándose los exámenes ordinarios en la primera quincena de julio, y los extraordinarios en la primera quincena de septiembre.

Para la enseñanza dentro de la Escuela, de acuerdo con su tradición, se utilizarán las tardes de los sábados y mañanas de los domingos, a fin de que los alumnos puedan recibir la enseñanza sin pérdida de jornales o los menores desembolsos; pero para ciertas prácticas de campo y visitas a minas y fábricas, podrán ser habilitadas las mañanas del sábado y, si aun fuese preciso, las tardes de los domingos.

A fin de mantener la continuidad de la enseñanza y conservar el contacto entre Profesores y alumnos, se les pondrán a éstos ejercicios y trabajos prácticos sobre las materias de las diversas asignaturas para ser desarrolladas durante los días que no concurren a la Escuela.

La enseñanza se graduará según el encadenamiento lógico de los acontecimientos que han de ser objeto de la carrera, dedicando al efecto el primer curso al estudio de las Matemáticas elementales; el segundo a las ciencias Físicoquímica y Naturales, en relación con las aplicaciones que especializan la profesión, y, por último, se dedicarán dos cursos al estudio de dichas aplicaciones.

Se completarán las enseñanzas teóricas con el Dibujo geométrico, topográfico e industrial, y las prácticas de las asignaturas experimentales de aplicación.

Art. 5.º La extensión con que han de estudiarse las materias enumeradas en el artículo anterior, se señalará en programas formados por los respectivos Profesores, los que una vez discutidos y aprobados por la Junta de Profesores de esta Escuela, se remitirán al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas para su aprobación.

CAPITULO II

Condiciones para ingresar en la Escuela.

Art. 6.º Para ingresar en la Escuela se necesita:

1.º Ser español y haber cumplido diez y seis años antes de 1.º de octubre del año de ingreso.

2.º Solicitarlo del señor Subdirector de la Escuela, dentro del plazo de la convocatoria.

3.º A la solicitud acompañará la cédula personal, un certificado del Registro civil, por el que se acredite la edad, certificación de estar trabajando en las minas, fábricas o talleres relacionados con la industria minerometalúrgica,

firmada por el Director facultativo de la misma, y certificado de buena conducta.

4.º No poseer defecto físico que le impida trabajar en la mina ni en la fábrica metalúrgica.

5.º Demostrar por un ligero examen algunos conocimientos empíricos del oficio que ejerce.

6.º Sufrir, ante los Profesores de la Escuela, un examen de lectura y escritura, breves nociones de Aritmética y de Dibujo geométrico y Geografía.

Art. 7.º Los exámenes de ingreso tendrán lugar en los meses de junio y septiembre.

CAPITULO III

Estudios dentro de la Escuela.

Art. 8.º Las asignaturas que integran la enseñanza se distribuirán según se indica en el siguiente cuadro, dedicándose a cada una de ellas, por lo menos, el número de clases que en el mismo se indican.

| ASIGNATURAS | NUMERO DE CLASES | | NUMERO DE HORAS | |
|-----------------------------|------------------|---------|-----------------|---------|
| | Semanales | Anuales | Semanales | Anuales |
| PRIMER AÑO | | | | |
| <i>Matemáticas. Grupo A</i> | | | | |
| Aritmética | » | 30 | » | » |
| Algebra | 2 | 30 | 3 | 105 |
| Trigonometría | » | 10 | » | » |
| <i>Grupo B</i> | | | | |
| Geometría métrica | » | 50 | » | » |
| Idem descriptiva | 2 | 20 | 3 | 105 |
| Dibujo geométrico | 1 | 35 | 2 | 70 |

| ASIGNATURAS | NÚMERO DE CLASES | | NÚMERO DE HORAS | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|--------------|-----------------|--------------|
| | Sema- nales | Anua- les | Sema- nales | Anua- les |
| SEGUNDO AÑO | | | | |
| Elementos de Física industrial..... | 2 | 70 | 3 | 105 |
| Idem de Química y Mineralogía..... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Topografía..... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Dibujo topográfico y práctico..... | 1 | 35 | 2 | 70 |
| TERCER AÑO | | | | |
| Máquinas y motores..... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Electrotecnia..... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Geología y yacimientos..... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Preparación mecánica de los minera- les y metalurgia general..... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Dibujo industrial, croquización y prác- ticas..... | 1 | 35 | 2 | 70 |
| CUARTO AÑO | | | | |
| Laboreo de minas, nociones de legis- lación social y minera y contabili- dad minera..... | 2 | 70 | 3 | 105 |
| Construcciones y transportes..... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Siderurgia y metalurgia especial.... | 1 | 35 | 1 1/2 | 52 1/2 |
| Dibujos de planos mineros, rotulación y prácticas..... | 1 | 35 | 2 | 70 |

En total habrá cinco clases semanales, o sean 175 al año, con ocho horas semanales de clase y 280 al año, en cada curso.

La extensión de las referidas asignaturas se fijará en los correspondientes programas.

Art. 9.º El Subdirector, con la Junta de Profesores, estará autorizado para que exceda el número de clases del minimum señalado, siempre que lo considere oportuno.

Art. 10. Todos los cursos empezarán el primer sábado de octubre, y se darán por terminados el último sábado de la segunda quincena de junio, verificándose los exámenes en la primera quincena de julio.

También habrá exámenes en septiembre para los alum-

nos que hayan sido suspensos en los exámenes de julio, o que no hubieran podido presentarse en dicha fecha a los exámenes correspondientes.

Durante el curso no habrá más fiesta que una semana, en Navidad, y el día de Santa Bárbara, el año que este día caiga en sábado o en domingo.

Art. 11. Los Tribunales se constituirán con Profesores de la Escuela, y un Ingeniero de Minas por cada Tribunal, que sea Director de Minas o esté al servicio de una Empresa industrial; haciendo el nombramiento el Subdirector de la Escuela, previo acuerdo con el interesado, y publicación del Tribunal así constituido en la tablilla de anuncios, no pudiendo ser substituído el Ingeniero de Minas afecto al Tribunal más que por un Profesor de la Escuela.

Art. 12. Si por cualquier causa no se hubiera dado el número mínimo de clases que previene el Reglamento, se prolongará el curso con el número de clases que fueran necesarias.

Art. 13. Las prácticas que se indican en el Plan de estudios, se referirán al levantamiento de planos, nivelaciones y trazados relacionados con trabajos topográficos, trabajos mineros de preparación mecánica, instalaciones eléctricas de beneficio, obras de construcción y talleres mecánicos, y, en general, en todas aquellas que, a juicio de los respectivos Profesores, redunden en beneficio de la enseñanza.

Art. 14. Terminados los exámenes de cada asignatura el Tribunal calificará a los alumnos con las notas de Sobresaliente, Muy bueno, Bueno, Aprobado y Suspenso (si el examen ha sido en julio), y Aprobado y Desaprobado, si ha sido en septiembre; extendiéndose de ello una relación que firmarán todos los Ingenieros que constituyan el Tribunal examinador, y para ello deberán también tener en cuenta, además de los resultados de los ejercicios, las notas obtenidas durante el curso y el número de faltas.

Art. 15. Los alumnos que hubieran terminado la enseñanza de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas aprobando los ejercicios que se indican en el Plan de estudios y las demás condiciones que se señalan en el artículo 16, tendrán derecho a que se les conceda el título correspondiente.

Art. 16. Para obtener el título de Capataz facultativo de Minas y Fábricas Metalúrgicas de Mieres, además de las condiciones anteriormente enumeradas, se precisan:

1.^a Ser español.

2.^a Acreditar, después de haber terminado los estudios en la Escuela, el haber efectuado las prácticas necesarias en los diferentes servicios de laboreo de una mina, cifiéndose a las instrucciones que detalladamente deberán ser fijadas por el Claustro de Profesores de la Escuela, exigiéndose un *mínimum* de ciento cincuenta días de práctica. Estos días deberán ser controlados por el Profesorado, debiéndose acompañar también un diario de las visitas efectuadas, autorizado por la Dirección de la Sociedad donde haya verificado estas prácticas.

Art. 17. El título de Capataz a que se refiere el anterior artículo, será expedido por el Director general de Minas y Combustibles, en vista de la propuesta que le elevará el Subdirector, por conducto del Director de la Escuela de Madrid, con remisión de las notas de calificación.

CAPITULO IV

De los Profesores.

Art. 18. La enseñanza será desempeñada por los Ingenieros de Minas destinados oficialmente a la misma. Cuando en la plantilla de la Escuela figure algún Ayudante facultativo Auxiliar, éste coadyuvará a la labor docente, prestando el concurso que su Jefe director le señale, de lo cual se dará conocimiento al Director de la Escuela de Ingenieros.

Art. 19. La dirección de la Escuela corresponde al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, desempeñando el cargo de Subdirector el Ingeniero de más categoría, y el de Secretario, el Auxiliar más antiguo de la plantilla de esta Escuela.

Art. 20. Las obligaciones de los Profesores son:

1.^o Dar lecciones orales y de aplicación, y dirigir los ejercicios prácticos de las asignaturas que tengan a su cargo, con sujeción a los programas aprobados.

2.^o Concurrir a las Juntas y demás actos de servicio, ayudando al Subdirector en cuanto concierne al mantenimiento del régimen y disciplina de la Escuela.

3.^o Pasar a Secretaría parte diario en que se exprese el número y objeto de la lección, las faltas y censuras de los alumnos.

4.^o Constituir los Tribunales de examen y calificar sus ejercicios.

5.^o Todas las obligaciones que le confiere el Reglamento referente a la Institución «Premio Adaro».

6.^o Todas las demás que se consignan en este Reglamento.

Art. 21. Disfrutarán los Profesores de las vacaciones reglamentarias, siempre que a juicio del Subdirector no queden desatendidos los distintos servicios que a ellos están encomendados.

Art. 22. El cargo de Profesor será compatible con cualquiera de Ingeniero de Minas que no impida en los días prefijados la asistencia a las clases o a alguno de los ejercicios de la enseñanza establecidos en este Reglamento; mas para ello es preciso, en cada caso, la autorización de la Superioridad, previos los informes del Subdirector de la Escuela y del Director de la Especial de Ingenieros de Minas de Madrid.

Art. 23. Los Profesores, con el Secretario, presididos por el Subdirector, constituyen la Junta de Profesores, a la que corresponde:

1.º Discutir y aprobar, para elevarlos a la Superioridad, los programas de las materias que son objeto de la enseñanza de esta Escuela.

2.º Acordar y someter a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas de Madrid la distribución de los fondos destinados a la enseñanza y examinar y aprobar las cuentas.

3.º Formar el plan de trabajos prácticos señalados en este Reglamento para los alumnos.

4.º Acordar, para que sean sometidas a la aprobación del Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, la distribución de los días señalados para dar clase, así como las horas de las mismas, combinando días y horas del mejor modo posible, a fin de que los alumnos puedan asistir con el menor perjuicio de sus tareas ordinarias de trabajo.

5.º Todas las demás que le confiere este Reglamento.

CAPITULO V

Del Subdirector.

Art. 24. Corresponden al Subdirector:

1.º Cuidar de la exacta observancia del Reglamento y que se cumplan las órdenes de la Superioridad.

2.º Dictar las disposiciones que estime oportunas para la buena marcha y disciplina de la Escuela.

3.º Presidir las Juntas de Profesores, hacer que se cumplan sus acuerdos y consultar cuanto estime conveniente con el Director.

4.º Proponer al Director de la Escuela de Minas cuanto estime conveniente para la buena marcha y disciplina de la Escuela y mejoras en el servicio.

5.º Rendir al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas un resumen mensual de los partes de clases pasados por los Profesores a Secretaría, así como el resumen de los exámenes de junio y septiembre y relación de los alumnos matriculados en el año.

6.º Ejercer las funciones de Ordenador de Pagos, sometiéndolo a la aprobación de la Junta todos los ingresos y gastos que tenga la Escuela, rindiendo a la Superioridad las que corresponda conforme a las disposiciones que rigen en la materia.

7.º Todas las obligaciones que le confiere el Reglamento referentes a la Institución «Premio Adaro».

8.º Todas las atribuciones que le confiere el presente Reglamento.

CAPITULO VI

Del Secretario.

Art. 25. Además de las clases prácticas que le pueden corresponder, el Secretario tendrá a su cargo la organización y dirección de cuantos registros y documentos pertenecen a la Secretaría de la Escuela, siendo obligaciones del mismo:

1.º Redactar la correspondencia oficial, rubricando al margen las comunicaciones que ha de firmar el Subdirector.

2.º Expedir las certificaciones sobre todo género de actos del servicio de la Escuela, que someterá al visado del Subdirector.

3.º Cuidar de los archivos de la Escuela, guardando en ellos ordenadamente los partes de las clases que diariamente rindan los Profesores, y demás documentos que deban archivarse.

4.º Llevar los libros que prescribe el artículo siguiente.

5.º Inspeccionar y comprobar anualmente con el Subdirector el Inventario general de la Escuela.

6.º Todas las demás obligaciones que consigne este Reglamento.

Art. 26. El Secretario llevará los libros siguientes:

1.º Un libro de matrículas, con los antecedentes necesarios para la completa identificación de cada alumno.

2.º Otro donde conste el historial académico de los mismos.

3.º Otro en el que se copien las comunicaciones oficiales recibidas.

4.º Otro en el que consignen los documentos que han salido de la Escuela.

5.º Libros de actas de las Juntas de Profesores celebradas.

6.º Y otro para copiar los resúmenes necesarios de los partes de clases que se remiten al Director de la Escuela de Ingenieros de Minas.

CAPITULO VII

De los alumnos.

Art. 27. Las obligaciones de los alumnos son:

1.º Dar conocimiento a Secretaría de las señas de su domicilio a principio de cada curso y cuantas veces varíen de residencia.

2.º Cumplir estrictamente las disposiciones emanadas del Director, Ingenieros y Auxiliares afectos a la Escuela, en lo que atañe a los deberes de los alumnos, al orden de las clases y al régimen de la enseñanza.

3.º Indemnizar los desperfectos que por incuria o mal trato causen en el material de enseñanza que manejan.

4.º Los demás impuestos en este Reglamento.

Art. 28. La asistencia a clase es obligatoria. El alumno que durante el año cometa faltas de asistencia cuya suma parcial en cada asignatura exceda de 15 por 100 del número de clases dadas en ella, perderá el derecho a ser examinado de la misma en junio. Si el número de faltas es superior a 20 por 100 del de clases, tampoco podrá ser examinado en septiembre.

Art. 29. No obstante lo dispuesto en el artículo anterior, podrán elevarse las cifras citadas al 20 y 25 por 100, respec-

tivamente, cuando en concepto de la Junta de Profesores y previa solicitud del interesado, quede justificado que las faltas se han cometido por motivos totalmente independientes de la voluntad del alumno.

Art. 30. En caso de que las faltas dependiese del servicio militar obligatorio y previa, siempre análoga justificación, la Junta de Profesores acordará si cabe poner un límite mayor o si procede en justicia imponer la suspensión de estudios.

Art. 31. En caso de que las de un curso no eximiera al alumno de la obligación de asistir en el curso siguiente a las clases de las asignaturas que no hubiera aprobado en las mismas condiciones de los que las cursan por primera vez, salvo lo que dispone el artículo 32.

Art. 32. Los alumnos que hubiesen aprobado todas las asignaturas del primero, segundo y tercer año, menos una, podrán cursar el siguiente, con la condición indispensable de aprobar antes que las de éste la asignatura pendiente.

Art. 33. Estarán sujetos los alumnos a correcciones disciplinarias cuando falten a lo prescrito en este Reglamento, así como a la subordinación y compostura.

Art. 34. Estas faltas se corregirán según su mayor o menor gravedad:

1.º Con reprensión privada.

2.º Con trabajos extraordinarios, que consistirán en la ejecución de trabajos gráficos o analíticos y en horas distintas de las señaladas para las clases.

3.º Con pérdida de curso.

4.º Con expulsión de la Escuela.

Art. 35. La primera y segunda corrección a que se refiere el artículo anterior se podrá imponer directamente por el Subdirector o por los Profesores, dando cuenta a aquél. La tercera, por el Subdirector, previo acuerdo de la Junta de Profesores. La cuarta corrección se impondrá por

el Director de la Escuela de Ingenieros de Minas, previa propuesta de la Junta de Profesores de esta Escuela.

Art. 36. Durante el curso deberán los alumnos contestar a las preguntas que el Profesor les dirija en las clases orales y efectuar los ejercicios que se les señalen para las clases de aplicación.

Art. 37. Las explicaciones que los alumnos den en clase cuando fueren preguntados y el aprovechamiento que demuestren en los exámenes, así como las Memorias y demás trabajos, serán juzgados por los Profesores respectivos con puntos comprendidos entre el 0 y 20. El número 10 señala el mínimo de puntos necesarios para la aprobación.

Art. 38. El alumno que no pueda obtener la aprobación de alguna asignatura durante tres cursos será excluido de la Escuela.

Art. 39. Los alumnos podrán interrumpir la continuidad de los estudios a que se refieren los artículos anteriores en caso de que por enfermedad o cualquier otra causa no estén en condiciones de proseguir un curso comenzado o de comenzar los sucesivos.

Cuando así ocurra, podrán solicitar y obtener la suspensión de estudios sin que se considere perdido el curso comenzado.

Art. 40. Para que cese la suspensión de estudios bastará con que lo solicite el interesado antes del día 1.º de octubre.

CAPITULO VIII

Del Conserje y personal subalterno.

Art. 41. El personal subalterno de la Escuela estará formado por un Conserje.

Art. 42. El Conserje estará a las órdenes del Subdirector y su nombramiento se efectuará por el Director general de Minas y Combustibles.

Art. 43. El Conserje estará encargado y será responsable del aseo y limpieza de la Escuela.

De ser posible deberá habitar en el Establecimiento y permanecer en él durante las horas que el Subdirector le señale.

Art. 44. El Conserje, al tomar posesión de su destino, recibirá un duplicado de inventario de los enseres que existen en el Establecimiento, haciéndose cargo de ellos y conservando el inventario en su poder, archivándose un duplicado.

Los inventarios serán firmados por el Secretario, el Conserje y el Subdirector, debiendo revisarse anualmente.

Art. 45. Son obligaciones del Conserje:

1.º Dar parte al Subdirector de cuantas novedades ocurran en el Establecimiento.

2.º Realizar las compras de los efectos que deban adquirirse para el servicio de la Escuela, cuando lo ordene el Subdirector y acomodándose a sus instrucciones.

3.º Cumplir cuantas órdenes se le transmitan por el Subdirector o por los Profesores relativas al servicio del Establecimiento.

CAPITULO IX

Traslado de matrículas.

Art. 46. Los alumnos que por cambio de residencia quisieran continuar sus estudios en otra Escuela de Capataces lo solicitarán del Subdirector de ésta, acompañando a la instancia certificación de estudios aprobados, en vista de los cuales el Subdirector elevará su informe proponiendo la posibilidad y forma de adaptación al plan de estudios de la nueva Escuela al Director de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, para que resuelva lo que proceda.

Orden declarando subsistente en todas sus partes la Real orden número 198 de 6 de junio de 1929, que prohíbe a las entidades pertenecientes a los Sindicatos que se indican intervenir en la compra, almacenamiento, descarga o entrega de cargamentos de carbón consignados a consumidores que no hubiesen importado directamente más del 50 por 100 de su consumo antes de la constitución del Sindicato correspondiente. ("Gaceta" del 8.)

Ilmo. Sr.: Vista la instancia elevada al Excmo. Sr. Ministro de Fomento en fecha 23 del actual por Rodolfo Alber y Compañía, pertenecientes al Sindicato de Almacenistas e Importadores de carbón del puerto de Bilbao, en la que solicita se declare de un modo terminante si sigue en vigor la Real orden número 198 de 6 de junio de 1929, que prohíbe a las entidades pertenecientes a estos Sindicatos intervenir en la compra, almacenamiento, descarga o entrega de cargamentos de carbón consignados a consumidores que no hubiesen importado directamente más del 50 por 100 de su consumo antes de la constitución del Sindicato correspondiente:

Resultando que constituidos los Sindicatos de Almacenistas e Importadores de carbón en diversos puertos de la Península, con la obligación de traficar con una determinada cantidad de carbón nacional y autorizados los consumidores para importar directamente sus carbones por cargamentos o bodegas completas, al amparo de ese Decreto se simulaban por algunos almacenistas importaciones consignadas directamente a diferentes consumidores para reducir sus compras de carbón nacional y forzar indebida e ilegalmente los cupos correspondientes:

Considerando que esta manera de proceder producía y volvería a producir al derogarse la citada disposición un grave daño para el resto de los almacenistas y una evi-

dente infracción de las disposiciones reglamentarias que no se puede consentir:

Considerando que las razones expuestas que motivaron la Real orden subsisten enteramente, pues el Decreto de 1.º de octubre inspirado, lo mismo que el derogado número 1.180, en un criterio de protección al consumo de carbón nacional, no puede amparar ni autorizar actos u operaciones que desvirtuarían por completo su eficacia y producirían un grave trastorno en el funcionamiento de los Sindicatos,

Este Ministerio ha resuelto declarar, con carácter general, subsistente en todas sus partes la citada Real orden número 198 de 6 de junio de 1929.

Madrid, 2 de diciembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*,
Señor Director general de Minas y Combustibles.

Orden excluyendo temporalmente del derecho público de registro de minas los terrenos abarcados en las dos zonas que se indican. ("Gaceta" del 8.)

Ilmo. Sr.: Vista la propuesta que formula en 1.º del corriente el Instituto Geológico y Minero de España referente a que el Estado se reserve el terreno abarcado por las dos zonas, cuya designación hace, una en la provincia de Málaga y otra en la de Cádiz, ante la posibilidad de que en fecha próxima se realicen en las mismas sondeos para investigaciones petrolíferas cuyos resultados pudieran ser satisfactorios:

Vista la Ley de 24 de julio de 1918 y el Reglamento para su aplicación de 23 de octubre del mismo año, que autorizan al Ministro de Fomento para acordar estas reservas temporalmente:

Considerando que parece de la mayor conveniencia, como medida de alta previsión, hacer uso en el presente caso de dichos preceptos,

Este Ministerio, de conformidad con la propuesta del expresado Instituto, ha acordado:

1.º Excluir temporalmente del derecho público de re-

gistro de minas los terrenos abarcados en las dos zonas, cuyas designaciones son las siguientes:

1.^a En la provincia de Málaga.—La zona que el Estado deberá reservarse en las inmediaciones de Ronda se puede delimitar así: Se tomará como punto de partida el poste kilométrico número 1 de la carretera de San Pedro de Alcántara. Desde este punto y en dirección al Este se medirán 5.000 metros y se colocará la primera estaca. Desde ésta y con rumbo al Norte, 5.000 metros, y se colocará la segunda estaca. En dirección al Oeste, 5.000 metros, y se colocará la tercera; y, por último, en dirección al Sur, 5.000 metros, llegando así al punto de partida. Estos rumbos se entenderán referidos al Norte verdadero.

2.^a En la provincia de Cádiz.—Las zonas reservadas de la provincia de Cádiz deben delimitarse así: Se tomará como punto de partida el poste kilométrico número 61 de la carretera de Villamartín a Ubrique. Desde él y en dirección al Norte verdadero se medirán 2.000 metros y se colocará la primera estaca. De aquí y con rumbo al Oeste se medirán 4.000 metros y se colocará la segunda estaca. De aquí y con rumbo al Sur se medirán 2.000 metros y se colocará la tercera estaca; y de aquí con rumbo al Este, 4.000 metros, volviendo al punto de partida. Estos rumbos se entenderán referidos al Norte verdadero.

2.º Que esta suspensión del derecho de registro de minas en dichas zonas será por dos años, prorrogables por plazos iguales si a su tiempo se juzga conveniente.

Lo que de Orden ministerial digo a V. I. para su conocimiento y efectos, debiendo publicarse estas resoluciones en la *Gaceta de Madrid* y comunicarse a los Ingenieros Jefes de Minas de Granada y Sevilla para su inserción en los *Boletines Oficiales* de las provincias de Málaga y Cádiz respectivamente.

Madrid, 5 de diciembre de 1931.—P. D., *F. Gordón Ordás*.
Señor Director general de Minas y Combustibles.

Decreto disponiendo que los propietarios de minas de plomo que forman parte del Sindicato de Linares-La Carolina dispongan en lo sucesivo de un voto por cada 500 toneladas de producción anual. ("Gaceta" del 11.)

La Comisión designada, de acuerdo con lo dispuesto en el artículo 5.º del Decreto de 11 de junio último, para que propusiera las modificaciones a establecer en el régimen de primas con cargo al fondo regulador del Consorcio del Plomo a favor de los explotadores de minas adheridos a los Sindicatos de Linares-La Carolina y Cartagena Mazarrón, así como para investigar actuaciones anteriores, había cumplido satisfactoriamente la primera de las misiones que le fueron encomendadas y su propuesta en orden a una más justa distribución de aquellas primas fué objeto del correspondiente Decreto promulgado en 25 de agosto último.

Al subscribir en 21 de septiembre pasado la misma Comisión la segunda parte del informe que le había sido recabado, formula, entre otras, algunas conclusiones que por modificar preceptos del Reglamento por que se rige el Sindicato Minero de Linares-La Carolina deben ser objeto del correspondiente Decreto, si han de ser tomadas en consideración. Ello es ineludible desde el momento en que se limitan a poner esos preceptos más en armonía con el espíritu que presidió el antes citado Decreto de 25 de agosto.

Si los obreros manuales a que hace referencia dicha disposición han de formar parte del Sindicato, lógico es que tengan una representación en la Junta plenaria y en el Consejo directivo de aquel organismo, y a reglamentar la forma de hacer efectiva esa participación, así como a una justa reforma en el modo de computar los votos de los sindicatos propietarios, y a la previsión de una mayor movilidad de los componentes del Consejo directivo, consecuencia de una disminución en la duración de su mandato, de indudable conveniencia, se contraen las reformas propuestas.

Fundado en las anteriores consideraciones, como Presidente del Gobierno de la República, de acuerdo con el Ministro de Fomento y en relación con el Reglamento por que se rige el Sindicato de Minas de Plomo de Linares-La Carolina,

Vengo en decretar lo siguiente:

1.º Los propietarios de minas de plomo que formen parte del Sindicato de Linares-La Carolina dispondrán en lo sucesivo de un voto por cada 500 toneladas de producción anual, debiendo los que no lleguen a esa producción agruparse con otro u otros cuyas producciones sumadas a las suyas alcancen dicha cifra, nombrando entre ellos el que haya de representarlos y no pudiendo en ningún caso tener un solo propietario más de tres votos.

2.º Los explotadores de tercios mineros se agruparán y nombrarán por elección dos síndicos por la zona de Linares y uno por la de La Carolina que los representen en la Junta plenaria y los terreristas de Linares-La Carolina designarán en igual forma un síndico con el mismo objeto.

3.º Los sacageneristas y terreristas estarán representados en el Consejo directivo por uno de sus síndicos que ellos mismos nombrarán por votación.

4.º El Consejo directivo habrá de renovarse por mitad anualmente. Al efecto, en el plazo de un mes, a partir de la publicación del presente Decreto en la *Gaceta de Madrid*, se verificará el sorteo entre los Vocales que actualmente lo constituyen para determinar los que hayan de cesar y se convocará a los sindicatos para la provisión de esas vacantes.

Una vez renovado en esa forma el Consejo directivo elevará en el plazo de tres meses al Ministerio de Fomento un proyecto de nuevo Reglamento en que se recojan debidamente las normas que anteceden y las establecidas en el Decreto de 25 de agosto último.

Dado en Madrid a nueve de diciembre de mil novecientos treinta y uno.—*Manuel Asaña*.—El Ministro de Fomento, *Álvaro de Albornoz y Liminiana*.

Decreto disponiendo que el Reglamento provisional de Policía minera de 28 de enero de 1910 quede adicionado y modificado en la forma que se indica. ("Gaceta" del 11.)

Señaladas por la Comisión del Grisú ciertas adiciones y modificaciones que estima convendría introducir en el vigente Reglamento de Policía minera, por lo que se refiere al empleo de los explosivos de seguridad de que se dispone en España, y habiendo merecido las mismas el favorable informe del Consejo de Minería, como Presidente del Gobierno de la República y a propuesta del Ministro de Fomento, Vengo en decretar lo siguiente:

Artículo único. El Reglamento provisional de Policía minera de 28 de enero de 1910 queda adicionado y modificado en la forma que a continuación se expresa:

a) Se adiciona como párrafo cuarto al artículo 60 lo siguiente:

«Cuando el explotador de una mina grisuesa pretenda que ésta sea clasificada como mina sin grisú deberá solicitarlo presentando en el Gobierno Civil, juntamente con la instancia, los resultados de los ensayos verificados sobre el contenido de grisú y hechos por lo menos semanalmente durante un período mínimo de tres meses, ensayos que deberán ir autorizados con la firma del Ingeniero Director de la explotación en cuestión. Para la resolución definitiva, la Jefatura de Minas comprobará (después de suprimida la ventilación de la mina durante veinticuatro horas) el contenido de grisú de las distintas labores, sirviéndose de lámparas grisumétricas (Piñler, Chesneau o análogas) y tomando muestras de aire que se ensayarán en el laboratorio, si los resultados de las pruebas con las lámparas antedichas hubieran sido negativos.»

b) Los artículos 122, 123, 124 y 125 se entenderán redactados en la siguiente forma:

Art. 122. El empleo de la pólvora negra está prohibido en las minas de carbón con o sin grisú.

Art. 123. Los explosivos cuyo empleo se autoriza en las minas con grisú o con polvo de carbón se considerarán, según su aplicación, divididos en los tres grupos siguientes:

- 1.º Explosivos de seguridad para capa de carbón.
- 2.º Explosivos de seguridad para roca.
- 3.º Explosivos ordinarios para roca.

PRIMER GRUPO

Explosivos de seguridad para capa de carbón.

Se autoriza el empleo en toda clase de labores, en las minas con grisú o con polvo de carbón y bajo las condiciones que se indican a continuación, de los explosivos de seguridad siguientes:

| | TARIFADOS | | NO TARIFADOS | |
|------------------------|-----------|-------------|--------------|-----------------|
| | Núm. 7. | Núm. 7 bis. | Núm. 7 ter. | Núm. 5 bis (a). |
| Nitroglicerina | 11,76 % | 11,76 % | 11,76 % | 4 % |
| Algodón nitrado | 0,24 % | 0,24 % | 0,24 % | |
| Nitrato amónico | 88,00 % | 80,00 % | 83,00 % | 82 % |
| Nitrato potásico | — | — | 5,00 % | — |
| Cloruro potásico | — | 6,00 % | — | 10 % |
| Serrín | — | 2,00 % | — | — |
| Harina | — | — | — | 4 % |

Explosivo núm. 11, no tarifado, cuya composición es la siguiente:

| | | |
|---------------------------|-------|----------|
| Trinitrotolueno | 16,00 | por 100. |
| Nitrato amónico | 54,00 | > |
| Perclorato potásico | 9,50 | > |
| Cloruro sódico | 20,50 | > |

Corresponde a esta composición la del explosivo llamado «Sabulita B».

(a) Corresponde a esta composición el explosivo llamado «Amoncarbonita».

La carga máxima de estos explosivos será la siguiente: Barrenos perforados en carbón, 500 gramos. Barrenos perforados en roca, 1.000 gramos.

La carga y atacado de estos barrenos se hará ajustándose a las reglas generales que se indican después; pero su carga máxima no rebasará de los límites antes indicados, aun cuando se despojen a los cartuchos de su envolvente parafinada. No se emplearán distintos explosivos de los que se acaban de reseñar en los trabajos hechos en el techo y en el muro de los avances en carbón.

Si existiera a menos de 15 metros del barreno polvo de carbón con más de 12 por 100 de materias volátiles se observarán las precauciones a que se refiere el Real decreto de 5 de abril de 1929 y la Real orden de 4 de junio del mismo año. No se utilizarán explosivos si en el frente de arranque existiere más de dos y medio por ciento de grisú o polvo flotante de carbón con más de 12 por 100 de materias volátiles.

SEGUNDO GRUPO

Explosivos de seguridad para roca.

Tanto en las minas con grisú como con polvo de carbón se autoriza el empleo, bajo las condiciones que se indican a continuación, de los explosivos de seguridad siguientes:

| | TARIFADO | NO TARIFADOS | |
|------------------------|----------|--------------|-------------|
| | Núm. 2. | Núm. 2 bis. | Núm. 2 ter. |
| Nitroglicerina | 29,10 % | 29,10 % | 29,10 % |
| Algodón nitrado | 0,90 % | 0,90 % | 0,90 % |
| Nitrato amónico | 70,00 % | 62,00 % | 65,00 % |
| Nitrato potásico | — | — | 5,00 % |
| Cloruro potásico | — | 6,00 % | — |
| Serrín | — | 2,00 % | — |

La carga máxima de estos explosivos será de 500 gramos, si se emplean con envolvente parafinada, y de 1.000 gramos si se quita dicho envolvente.

Estos explosivos no podrán emplearse más que en roca (siempre que ésta no sea del techo o muro de la capa, en cuyo caso está prohibido en absoluto su empleo), en las labores de avance de transversales y galerías en dirección que estén en falla, por el estrechamiento de la capa, con la condición de que no haya en dichas labores más de dos y medio por ciento de grisú o polvo flotante de carbón con más de 12 por 100 de materias volátiles.

Si existiera a menos de 15 metros del barreno polvo de carbón con más de 12 por 100 de materias volátiles, se observarán las precauciones a que se refiere el Real decreto de 5 de abril de 1929 y la Real orden de 4 de junio del mismo año.

TERCER GRUPO

Explosivos ordinarios para roca.

Queda autorizado el empleo de los explosivos ordinarios para roca que se indican a continuación, tanto en minas con grisú como con polvo de carbón, siempre que se cumplan las condiciones que luego se expresan:

| | DINAMITAS GOMAS ESPECIALES | |
|----------------------|----------------------------|---------|
| | Núm. 1. | Núm. 2. |
| Nitroglicerina..... | 70,50 % | 37,50 % |
| Algodón soluble..... | 4,20 % | 1,56 % |
| Nitrato amónico..... | 23,00 % | 60,94 % |
| Celulosa..... | 2,30 % | — |

La carga máxima será de 1.000 gramos por barreno, incluyendo en ellos el cebo empleado.

No podrán emplearse estos explosivos más que para barrenos en *roca*, en labores transversales o en dirección fuera de las capas de carbón y a más de *treinta metros de distancia*, según galería o chimenea, de todo taller de explotación o sitios donde existan depósitos o acumulaciones de polvo de carbón, galería de arrastre de carbones o zona

de vetas carbonosas con más de 10 por 100 de carbón, siempre que en todos estos casos se trate de carbón en estado seco, con más de 12 por 100 de materias volátiles. En el caso de galerías de transporte, la distancia podrá reducirse a *quinze metros*, si son suficientemente húmedas.

Si la mina fuera grisuesa no podrán emplearse estos explosivos más que en labores a nivel o descendentes, suspendiéndose su uso si el grisú que se observara diariamente pasa de 1/4 por 100 (0,25 por 100), y al aproximarse a capas, fallas o zonas que puedan dar lugar a desprendimientos de grisú.

El reconocimiento diario de grisú se hará con lámparas Piéler o Chesneau o sus análogas, en las labores en que estos explosivos se emplean, comprobándose sus indicaciones con muestras de aire ensayadas en el laboratorio y consignándose los resultados en un libro-registro especial para las labores en que se empleen estos explosivos.

Art. 124. Se autoriza el empleo, como cebo para los explosivos que comprende el tercer grupo, de medio cartucho de dinamita de la siguiente composición:

| | |
|--------------------------------------------|----------------|
| Nitroglicerina..... | 40,00 por 100. |
| Nitrato sódico..... | 47,00 » |
| Harina de madera..... | 12,00 » |
| Carbonato sódico, magnésico o cálcico..... | 1,00 » |

Art. 125. El atacado o relleno de los barrenos cargados con los explosivos antes autorizados se hará con el mayor cuidado, empleando materias plásticas solamente o bien materias pulverulentas, cubierta del lado de la boca del barreno por un taco de madera plástica.

En ningún caso el atacado se hará con materias carbonosas o susceptibles de arder.

Cuando el atacado sea todo él plástico, la altura del mismo no será inferior a *veinte centímetros* para los prime-

ros *cientos* gramos de la carga, con adición de *cinco centímetros* para cada *cientos* gramos más, pero sin pasar en ningún caso de *cincuenta centímetros*.

Si se emplea un taco de materias pulverulentas se atenderá a lo dispuesto en la Real orden de 4 de julio de 1929, pero sin ser el taco arcilloso de menor longitud que *diez centímetros*.

En ningún caso se podrá suprimir el taco arcilloso.

Las materias que constituyen los tacos no se prepararán en el interior de la mina, sino que serán traídos del exterior.

El detonador se colocará siempre en el cartucho más próximo al exterior del barreno y hacia la boca del mismo, no permitiéndose el empleo de cápsulas ni opérculos de aluminio en dichos detonadores.

Dado en Madrid a nueve de diciembre de mil novecientos treinta y uno.—*Manuel Azaña*.—El Ministro de Fomento, *Alvaro de Albornoz y Liminiana*.

DIRECCION GENERAL DE MINAS Y COMBUSTIBLES

Personal.

Anunciando la vacante de una plaza de Ingeniero subalterno en la Sección de Combustibles. (“Gaceta del 15”).

Vacante en la Sección de Combustibles una plaza de Ingeniero subalterno,

Esta Dirección general ha resuelto se anuncie la provisión de la misma entre Ingenieros de dicha categoría, en servicio activo, de acuerdo con lo que dispone la Orden ministerial de 24 del pasado mes de agosto (*Gaceta* del 26).

Los aspirantes a la referida vacante la solicitarán del Negociado de Personal de esta Dirección general durante el plazo de veinte días hábiles, por el conducto reglamentario de sus Jefes, a contar del día siguiente al de la publicación de este anuncio en la *Gaceta de Madrid*, y expirando

el mismo a las trece horas del día en que corresponda el vencimiento.

Madrid, 9 de diciembre de 1931.—El Director general, *F. Gordón Ordás*.

Decreto disponiendo que el Ministerio de Economía Nacional se denomine en lo sucesivo Ministerio de Agricultura, Industria y Comercio, declarando afectas al mismo las Direcciones generales de Agricultura, Industria y Comercio y las de Minas, Montes y Ganadería; y que el Ministerio de Fomento se denomine Ministerio de Obras Públicas. (“Gaceta” del 17.)

Con objeto de establecer más lógica y adecuada organización administrativa en los servicios que afectan a los Ministerios de Economía Nacional y Fomento, coordinándolos e imprimiendo la debida unidad de dependencia a los que ya están necesariamente enlazados por su objeto y contenido, a propuesta del Presidente del Consejo de Ministros,

Vengo a decretar lo siguiente:

Artículo 1.º El Ministerio de Economía Nacional se denominará en lo sucesivo Ministerio de Agricultura, Industria y Comercio.

A este Ministerio están afectas las Direcciones generales de Agricultura, Industria y Comercio y las de Minas, Montes y Ganadería, que se segregan del antiguo Ministerio de Fomento.

La Inspección general de Seguros pasa a depender del Ministerio de Trabajo y Previsión social.

Art. 2.º El Ministerio de Fomento, con los servicios que le quedan adscritos en virtud de lo dispuesto en el artículo anterior, se denominará Ministerio de Obras Públicas.

Art. 3.º Pasan a depender del Ministerio de Instrucción pública y Bellas Artes todas las Escuelas Especiales de Ingenieros civiles que hasta ahora dependían de los Mi-

nisterios de Fomento y Economía Nacional, así como las Escuelas de Veterinaria.

Cuando las Cortes voten los créditos necesarios, se creará en el Ministerio de Instrucción pública y Bellas Artes una Dirección general de Enseñanza técnica y superior.

Art. 4.º Con los servicios que se transfieren a los Ministerios de Agricultura, Industria y Comercio, Instrucción pública y Trabajo y Previsión se entenderán transferidos los créditos afectos a los mismos, haciéndose en el proyecto de presupuesto las modificaciones consiguientes.

Art. 5.º Por los respectivos Ministerios se dictarán las disposiciones necesarias para el cumplimiento de este Decreto.

Dado en Madrid a diez y seis de diciembre de mil novecientos treinta y uno.—*Niceto Alcalá-Zamora y Torres*.—El Presidente del Consejo de Ministros, *Manuel Azaña*.

INDICE

| | <u>Páginas</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| <i>Tratamiento de petróleos, alquitranes y derivados,</i> por el Ingeniero de Minas D. José María Simón y Saint-Bois..... | 1071 |
| ESTADÍSTICA: | |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de noviembre de 1931..... | 1120 |
| Producción de combustibles durante los meses de ene- ro a noviembre de 1931..... | 1123 |
| Producción nacional de aceites combustibles durante los meses de enero a noviembre de 1931..... | 1123 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de noviembre de 1931..... | 1124 |
| SECCIÓN OFICIAL: | |
| Personal..... | 1127 |
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Mi- nas e Industrias Metalúrgicas durante el mes de diciembre de 1931..... | 1129 |
| LEGISLACIÓN: | |
| Ministerio de Fomento.— Orden disponiendo que du- rante el próximo mes de diciembre rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la com- pra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes de noviembre..... | 1132 |

| | <u>Páginas</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Ordenes aprobando los Planes de estudios y Reglamentos, que se insertan, de las Escuelas de Capacidades facultativas de Minas y Fábricas metalúrgicas de Huelva y Linares | 1132 |
| Ordenes aprobando los Planes de estudios y Reglamentos, que se insertan, de las Escuelas de Capacidades facultativas de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bilbao, Cartagena y Mieres | 1155 |
| Orden declarando subsistente en todas sus partes la Real orden número 198 de 6 de junio de 1929, que prohíbe a las entidades pertenecientes a los Sindicatos que se indican intervenir en la compra, almacenamiento, descarga o entrega de cargamentos de carbón consignados a consumidores que no hubiesen importado directamente más del 50 por 100 de su consumo antes de la constitución del Sindicato correspondiente | 1196 |
| Orden excluyendo temporalmente del derecho público de registro de minas los terrenos abarcados en las dos zonas que se indican..... | 1197 |
| Decreto disponiendo que los propietarios de minas de plomo que forman parte del Sindicato de Linares-La Carolina dispongan en lo sucesivo de un voto por cada 500 toneladas de producción anual..... | 1199 |
| Decreto disponiendo que el Reglamento provisional de Policía minera de 28 de enero de 1910 quede adicionado y modificado en la forma que se indica..... | 1201 |
| Dirección general de Minas y Combustibles.— Personal.— Anunciando la vacante de una plaza de Ingeniero subalterno en la Sección de Combustibles | 1206 |
| Decreto disponiendo que el Ministerio de Economía Nacional se denomine en lo sucesivo Ministerio de Agricultura, Industria y Comercio, declarando afectas al mismo las Direcciones generales de Agricultura, Industria y Comercio y las de Minas, Montes y Ganadería; y que el Ministerio de Fomento se denomine Ministerio de Obras Públicas..... | 1207 |

INDICE ALFABETICO

DE LAS

MATERIAS CONTENIDAS EN EL AÑO 1931

Artículos técnicos.

| | <u>Páginas.</u> |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| <i>Ensayos industriales para caracterización de los aceites y grasas en sus principales aplicaciones industriales. (Combustión y engrase.)</i> Por los Ingenieros de Minas D. Ceferino López Sánchez Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget..... | 3, 111, 209 y 295 |
| <i>Ensayo y caracterización de aceites y grasas industriales,</i> por el Ingeniero de Minas D. Luis Torón Villegas..... | 363, 477, 611, 683, 755, 835 y 907 |
| <i>Tratamiento de petróleos, alquitranes y derivados,</i> por el Ingeniero de Minas D. José M. ^a Simón y Saint-Bois. | 1.071 |

Estadística.

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de diciembre de 1930 | 94 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a diciembre de 1930..... | 97 |
| Producción nacional de aceites combustibles.— Meses de enero a diciembre de 1930..... | 97 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de diciembre de 1930..... | 98 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de enero de 1931..... | 190 |
| Producción de combustibles durante el mes de enero de 1931 | 193 |
| Producción nacional de aceites combustibles.— Mes de enero de 1931..... | 193 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de enero de 1931..... | 194 |

| | Paginas . |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de febrero de 1931 | 274 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero y febrero de 1931 | 277 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero y febrero de 1931 | 277 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de febrero de 1931 | 278 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de marzo de 1931 | 342 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a marzo de 1931 | 345 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a marzo de 1931 | 345 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de marzo de 1931 | 346 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de abril de 1931 | 440 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a abril de 1931 | 443 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a abril de 1931 | 443 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de abril de 1931 | 444 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de mayo de 1931 | 588 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a mayo de 1931 | 591 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a mayo de 1931 | 591 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de mayo de 1931 | 592 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de junio de 1931 | 660 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a junio de 1931 | 663 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a junio de 1931 | 663 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de junio de 1931 | 664 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de julio de 1931 | 716 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a julio de 1931 | 719 |

| | Páginas |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a julio de 1931 | 719 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de julio de 1931 | 720 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de agosto de 1931 | 808 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a agosto de 1931 | 811 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a agosto de 1931 | 811 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de agosto de 1931 | 812 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de septiembre de 1931 | 858 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a septiembre de 1931 | 861 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a septiembre de 1931 | 861 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de septiembre de 1931 | 862 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de octubre de 1931 | 1022 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a octubre de 1931 | 1025 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a octubre de 1931 | 1025 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de octubre de 1931 | 1026 |
| Avance de la producción de combustibles durante el mes de noviembre de 1931 | 1120 |
| Producción de combustibles durante los meses de enero a noviembre de 1931 | 1123 |
| Producción nacional de aceites combustibles.—Meses de enero a noviembre de 1931 | 1123 |
| Avance de la producción de minerales y metales en España durante el mes de noviembre de 1931 | 1124 |

Legislación.

A

Páginas

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Ministerio de la Gobernación.—Real orden resolviendo el expediente incoado por D. Pablo Fábrega Coello, como representante de la propiedad del Balneario de Caldas, de Orense, en solicitud de que, al amparo del artículo 13 del vigente Estatuto de Baños y Aguas minero-medicinales, se le señale un perímetro de protección para dicho balneario, declarado de utilidad pública.... | 105 |
| Ministerio de Fomento.—Orden concediendo una zona de protección de 1.300 hectáreas para defender los alumbramientos de agua de la Sierra de San Cristóbal, que abastecen las ciudades de Cádiz y Puerto de Santa María..... | 603 |
| Decreto derogando el Real decreto de 16 de agosto de 1930 disponiendo que los mineros no podrán, sin autorización especial, disponer de las aguas que alumbren sus minas más que para las necesidades del laboreo..... | 744 |

C

| | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Real orden anunciando un Concurso para premiar proyectos relativos a las industrias minera y metalúrgica con arreglo a las Bases que se insertan..... | 286 |
| Fijando los precios mínimos de venta de la tonelada de aglomerados producidos en las fábricas de Levante... | 289 |
| Convocando oposiciones para cubrir seis plazas de Capacitades facultativas en el Cuerpo Auxiliar de Minas..... | 465 |
| Anunciando a concurso la provisión de la Cátedra de Química analítica y Docimasia. | 469 |
| Orden convocando a una Conferencia nacional minera, que habrá de reunirse dentro del mes actual..... | 727 |
| Orden designando a D. Luis de la Peña, Director del Instituto Geológico y Minero de España, y a D. Antonio Marín, Vocal del mismo, para que asistan al Congreso Internacional de Geografía, que se ha de celebrar en París los días 16 al 24 de septiembre próximo..... | 728 |
| Decreto desestimando petición formulada por D. Juan J. Olarzabal, dueño de la fábrica de cemento «Olarzabal y Compañía»..... | 735 |

Páginas

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| Anunciando hallarse vacantes tres plazas de Ingenieros subalternos del Cuerpo de Minas en la Sección de Combustibles y otra de Jefe de dicha Sección..... | 825 |
| Decreto relativo a los Sindicatos de Almacenistas e Importadores de Carbón..... | 871 |
| Fijando los precios de venta de la tonelada de aglomerados sobre vagón fábrica en los puntos que se indican... | 888 |
| Decreto declarando con subsistencia legal, en tanto que, como consecuencia de un detenido estudio, se modifiquen o ratifiquen definitivamente los Decretos leyes números 1.377 y 1.390, dictados en 1927 para implantar el Régimen de la Economía del Carbón y la Ordenación de Depósitos flotantes..... | 890 |
| Disponiendo que los importadores de hulla inglesa que deseen acogerse al beneficio de reducción de derechos arancelarios habrán de presentar en este Ministerio dentro del mes actual instancia con los datos que se indican y con arreglo al modelo que se inserta..... | 1034 |
| Orden disponiendo quede constituida por los Ingenieros de Minas que se mencionan y con destino a la Sección de Combustibles la Comisión investigadora creada por el artículo 6.º del Decreto de 1.º de octubre próximo pasado..... | 1037 |
| Circular a los Ingenieros Jefes de los Distritos mineros sobre la distribución de trabajos, ya sean de oficina o de campo..... | 1065 |

D

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Decreto aprobando y ratificando, con carácter de Ley, dos decretos de 11 de junio..... | 730 |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-----|

E

| | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Convocando a examen para el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas a los Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas y programa para los referidos exámenes..... | 599 |
| Decreto derogando el de 4 de enero de 1929 sobre provisión de vacantes de Profesores en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, restableciendo en todo su vigor el Reglamento de dicho Centro..... | 744 |

I

Orden resolviendo la propuesta formulada por el Consejo de Minería en relación con el cuadro de incompatibilidades a que hace referencia el artículo 7.º de la Orden de 24 de agosto del corriente año..... 1062

M

Decreto disponiendo que el Ministerio de Economía Nacional se denomine en lo sucesivo Ministerio de Agricultura, Industria y Comercio, declarando afectas al mismo las Direcciones generales de Agricultura, Industria y Comercio y las de Minas, Montes y Ganadería; y que el Ministerio de Fomento se denomine Ministerio de Obras Públicas..... 1207

N

Decreto nombrando Vocal del Consejo de Administración de las minas de Almadén y Arrayanes al Ingeniero de Minas D. Primitivo Hernández San Pelayo..... 821
Nombrando Ayudantes de Minas a los señores que se mencionan..... 828
Orden confirmando los nombramientos de los señores que se mencionan, Profesores de la Escuela Especial de Ingenieros de Minas..... 881
Orden confirmando el nombramiento de Ingeniero auxiliar, afecto al Instituto Geológico y Minero de España, con carácter temporal, de D. José Meseguer y Pardo.. 883

O

Convocando oposiciones para cubrir seis plazas de Capacitades facultativas en el Cuerpo Auxiliar de Minas..... 465
Orden disponiendo quede constituido en la forma que se indica el Tribunal para las oposiciones a plazas del Cuerpo auxiliar de Minas..... 729

P

Movimiento de personal: 101, 197, 281, 349, 447, 595, 667, 723, 815, 865, 1029 y..... 1127

Real orden disponiendo se conceda un premio de 5.000 pesetas al trabajo que lleva por lema «Elhuyar», del que son autores D. Ceferino López Sánchez-Avecilla y D. Laureano Menéndez y Puget, y accésit de 3.000 pesetas al que tiene por lema «Lubrificación y lubricantes», del que resulta autor D. Luis Torón Villegas..... 105
Real orden disponiendo que durante el mes actual rijan los mismos precios que en el mes de enero próximo pasado para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... 202
Real orden disponiendo cómo se han de cubrir las vacantes de Ingenieros cuando no haya voluntarios..... 288
Real orden fijando los precios para los suministros de plomo en barra y elaborado y para la compra de las diversas clases de plomo viejo..... 356
Programas de las asignaturas mencionadas en los apartados primero, segundo y tercero del artículo 5.º del Reglamento de 16 de diciembre de 1921, que han de regir a partir de la convocatoria de ingreso de 1932.... 450
Convocando oposiciones para cubrir seis plazas de Capacitades facultativas en el Cuerpo Auxiliar de Minas..... 465
Orden disponiendo que en el actual mes de mayo rijan los mismos precios vigentes en el de abril para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo.... 465
Anunciando a concurso la provisión de la Cátedra de Química analítica y Docimasia..... 469
Orden disponiendo que durante el próximo mes de junio rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes actual..... 471
Convocando a examen para el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas a los Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas y programa para los referidos exámenes..... 599
Disponiendo que durante el mes de julio próximo rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes que en el presente mes..... 602
Anunciando la provisión de una vacante de Ingeniero Vocal, existente en el Instituto Geológico y Minero de España..... 675
Decreto declarando comprendido en el grupo a) del Decre-

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| to de 15 de abril último el Real decreto de 6 de julio de 1926, por el que se concedió a los Ingenieros en prácticas y demás personal de los Cuerpos facultativos derechos preferentes para ocupar las vacantes que se produzcan en las últimas categorías de sus Escalafones..... | 676 |
| Orden disponiendo que para el mes de agosto próximo rijan los mismos precios que en el mes actual para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo..... | 677 |
| Orden designando a D. Luis de la Peña, Director del Instituto Geológico y Minero de España, y a D. Antonio Marín, Vocal del mismo, para que asistan al Congreso Internacional de Geografía, que se ha de celebrar en París los días 16 al 24 de septiembre próximo..... | 728 |
| Decreto aprobando y ratificando, con carácter de Ley, dos decretos de 11 de junio..... | 730 |
| Autorizando a los Jefes de los distintos Servicios de Minas, dependientes de este Ministerio, para conceder el permiso que se indica al personal subalterno de Celadores de Policía minera y Delineantes de Minas.. | 731 |
| Orden disponiendo se tengan en cuenta las normas que se publican para la provisión de destinos en el Cuerpo de Ingenieros de Minas y para los ascensos de Ingenieros subalternos a Jefes y de esta categoría a Inspectores..... | 732 |
| Decreto derogando el de 4 de enero de 1929 sobre provisión de vacantes de Profesores en la Escuela Especial de Ingenieros de Minas, restableciendo en todo su vigor el Reglamento de dicho Centro..... | 744 |
| Decreto disponiendo que en lo sucesivo ningún Ingeniero de Minas podrá obtener el ingreso en el Cuerpo de Ayudantes de Minas y dictando normas para el ingreso en el servicio activo en el Cuerpo Nacional de Ingenieros de Minas..... | 745 |
| Orden disponiendo que durante el mes actual rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes de agosto último..... | 820 |
| Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero Jefe del Distrito minero de Jaén..... | 820 |
| Orden resolviendo el informe emitido por la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta al personal..... | 821 |

| | |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| Orden disponiendo que por el Director del Instituto Geológico y Minero de España se proceda a revisar el nombramiento de Ingeniero a favor de D. José Meseguer Pardo..... | 823 |
| Orden aprobando la propuesta de la Subcomisión de Minas de la Comisión revisora de la obra legislativa de la Dictadura en lo que afecta al personal y disponiendo se anulen los nombramientos de los señores que se mencionan..... | 823 |
| Anunciando hallarse vacantes tres plazas de Ingenieros subalternos del Cuerpo de Minas en la Sección de Combustibles y otra de Jefe de dicha Sección..... | 825 |
| Orden disponiendo que durante el próximo mes de octubre rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes de septiembre actual..... | 830 |
| Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero en la Escuela Práctica de Obreros mineros, Fundidores y Maquinistas, de Linares..... | 886 |
| Anunciando hallarse vacante una plaza de Ingeniero subalterno del Cuerpo de Minas en el Distrito minero de Zaragoza..... | 886 |
| Anunciando concurso para la provisión de una plaza de Profesor auxiliar..... | 887 |
| Orden disponiendo que durante el mes de noviembre próximo rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo, los mismos precios vigentes en el mes de octubre actual..... | 901 |
| Anunciando hallarse vacantes las plazas de Ingeniero e Ingeniero subalterno en la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Distrito minero de Huelva, respectivamente..... | 1033 |
| Orden resolviendo la propuesta formulada por el Consejo de Minería en relación con el cuadro de incompatibilidades a que hace referencia el artículo 7.º de la Orden de 24 de agosto del corriente año..... | 1062 |
| Circular a los Ingenieros Jefes de los Distritos mineros sobre la distribución de trabajos, ya sean de oficina o de campo..... | 1065 |
| Orden disponiendo que durante el próximo mes de diciembre rijan, para la venta del plomo en barra y elaborado y para la compra del plomo viejo los mismos precios vigentes en el mes de noviembre..... | 1132 |
| Decreto disponiendo que el Reglamento provisional de | |

| | <u>Páginas</u> |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Policía minera de 28 de enero de 1910 quede adicionado y modificado en la forma que se indica..... | 1201 |
| Anunciando la vacante de una plaza de Ingeniero subalterno en la Sección de Combustibles..... | 1206 |

R

| | |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| Real orden que dispone se entienda nuevamente prorrogada por un año la suspensión del derecho público de registro de minas de la provincia de Sevilla..... | 285 |
| Orden disponiendo se formule la propuesta definitiva de un nuevo Reglamento de Policía minera por una Comisión integrada en la forma que se indica..... | 673 |
| Orden desestimando reclamación formulada por D. Francisco Pato Quintana en nombre de su hijo D. Manuel Pato Salazar..... | 826 |
| Decreto aprobando el Reglamento orgánico, que se inserta, del Cuerpo de Ayudantes de Minas..... | 891 |
| Orden aprobando el Plan de estudios y Reglamento de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bélmez..... | 1037 |
| Orden aprobando el Plan de estudios y Reglamento, que se insertan, de la Escuela de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Almadén..... | 1050 |
| Ordenes aprobando los Planes de estudios y Reglamentos, que se insertan, de las Escuelas de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Huelva y Linares..... | 1132 |
| Ordenes aprobando los Planes de estudios y Reglamentos, que se insertan, de las Escuelas de Capataces facultativos de Minas y Fábricas metalúrgicas de Bilbao, Cartagena y Mieres..... | 1155 |
| Orden excluyendo temporalmente del derecho público de registro de minas de los terrenos abarcados en las dos zonas que se indican..... | 1197 |

S

| | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Fijando los precios que han de regir en el año actual para la producción y venta de sales potásicas..... | 202 |
| Circular (rectificada) fijando las cantidades de producción, precios para el mercado nacional y para la exportación y cantidad máxima exportable, para las sales potásicas..... | 203 |

| | <u>Páginas</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------|
| Orden declarando disuelto el Comité Nacional de Sondeos y que todos sus servicios pasen íntegramente al Instituto Geológico y Minero de España..... | 470 |
| Decreto aprobando y ratificando, con carácter de Ley, dos decretos de 11 de junio..... | 730 |
| Decreto dictando reglas relativas al funcionamiento de los Sindicatos mineros de Linares-La Carolina y Cartagena-Mazarrón..... | 738 |
| Decreto declarando reservada definitivamente a favor del Estado la parte de la zona potásica de la provincia de Navarra por él investigada y comprendida dentro de la demarcación que se inserta..... | 888 |
| Decreto disponiendo que los propietarios de minas de plomo que forman parte del Sindicato de Linares-La Carolina dispongan en lo sucesivo de un voto por cada 500 toneladas de producción anual..... | 1199 |

Sección de Minas.

| | | |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|------|
| Relación de asuntos tramitados por la Sección de Minas e Industrias Metalúrgicas durante el año 1931.. | 102, 199, 282, 352, 448, 596, 669, 724, 817, 867, 1.030 v..... | 1129 |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|------|

