TESIS

CUEVAS

TESIS PROFESIONAL

1933

UNIVERSIDAD NACIONAL DE MEXICO.

Facultad de Química y Farmacia y Escuela Practica de Industrias Químicas.

OFICINAS FORANEAS DE METALES.

T E S I S

Que presenta el ex-alumno Manuel Cuevas para su exámen profesional en la carrera de QUIMICO METALURGISTA Y ENSAYADOR.

AL

Ingeniero GUSTAVO SUNDBERG, a quien debo lo que soy.

-

A MIS MAESTROS.

-

En el presente trabajo, que tengo el honor de someter a la consideración de mis distinguidos Jurados, trataré de dar a conocer el funcionamiento e importancia de las Oficinas Foráneas de Metales, cuya importancia parece que no ha sido comprendida por mis compañeros de Escuela, ya que en algunas ocasiones las vacantes de los puestos de Ensayadores han tardado tiempo en ser cubiertas.

----oOo----

La Ley de Impuestos a la Minería, de fecha 21 de enero de 1932, en el Capítulo 1°. Art. 1°. dice: " Los impuestos que recaen sobre la Minería, son los siguientes:

I - Sobre Fundos Mineros.

II - Sobre producción de metales y compuestos metálicos."

Es para cumplir con la Fracción II que han sido creadas las Oficinas Foráneas de Metales, dependientes del Departamento de Impuestos Especiales de la Secretaría de Hacienda y Crédito Público.

El Capítulo III, Art. 10, dice: " El impuesto sobre producción de metales y compuestos metálicos de uso industrial, se fijará aplicando las siguientes cuotas: (Ejemplo)

B - Sobre el valor de la plata:

I - En Minerales Naturales..... 6.00 %

II - En Concentrados..... 5.00 "

III - En Precipitados o en Barras Impuras o Mixtas..... 4.00 "

IV - Afinada..... 3.00 "

El valor de la Plata se obtiene del promedio de valores diarios en el Mercado de Nueva York, durante un mes y después es transformado a moneda Nacional segun el tipo comercial.

Capítulo IV.- ENSAYE.

Art. 23. " Las liquidaciones para el pago del impuesto de producción a que se refiere el Art. 10, se basarán en las determinaciones cuantitativas que hagan las Oficinas Federales de Ensaye."

REGLAMENTO DE LA LEY DE IMPUESTOS A LA MINERIA.

Capítulo IV.-

Art. 40. " Definiciones de los productos mineros gravados y de algunos términos empleados en la Industria Metalúrgica."

Definiciones para efectos fiscales exclusivamente:

PROCEDIMIENTO METALURGICO O DE BENEFICIO DE MINERALES"

La serie de operaciones tendentes a extraer en escala industrial, los metales de los minerales que los contienen.

" PLANTAS METALURGICAS O DE BENEFICIO DE MINERALES "

Los establecimientos en que se llevan a cabo procedimientos metalúrgicos. Quedan comprendidas en esta definición las plantas de Concentración, de Lixiviación, de Amalgamación, de Flotación, de Cianuración, Molinos, Fundiciones y Plantas de Afinación.

" METALES "

Al hablar en este Reglamento de Metales, se consideran comprendidos todos los cuerpos simples que en química se dividen en Metales y Metaloides.

Se consideran divididos en:

METALES PRECIOSOS: ORO Y PLATA.

METALES INDUSTRIALES O COMUNES: ANTIMONIO, ARSENICO, BISMUTO, COBRE, ESTAÑO, FIERRO, MERCURIO, MANGANESO, PLOMO, TUNGSTENO, ZINC.

(En esta clasificación se siguió un orden alfabético.)

METALES NO COMUNES: Los no comprendidos en las enumeraciones anteriores.

MINERALES:

Los productos de las minas que no tienen principio de beneficio, o solo han sido seleccionados por pepena.

CONCENTRADOS:

El producto resultante de algun sistema de enriquecimiento, tal como los que se obtienen por procedimientos magnéticos, de gravedad o flotación.

CALCINADOS:

El producto resultante de la operación de tueste o calcinación.

MATAS:

El producto obtenido en pirometalurgía formado esencialmentepor sulfuros de fierro y cobre, o fierro, cobre y plomo.

SPEISS:

Producto de origen semejante al anterior, compuesto esencialmente por arseniuros o antimoniuros de fierro y cobre.

POLVILLOS DE FUNDICION:

Los productos arrastrados por el tiro de los hornos de fundición y compuestos tanto por partículas finas de mineral tratado, como de distintos contenidos del mismo, volatilizados durante el proceso metalúrgico y condensados posteriormente.

ESCORIAS O GRASAS:

Resíduo de operaciones pirometalúrgicas cuya composición esencial es de silicatos y silicoaluminatos de calcio y fierro.

PRECIPITADOS:

El producto de la operación de precipitación en los sistemas hidrometalúrgicos. Los obtenidos por el procedimiento de Cianuración, son conocidos tambien bajo el nombre de -cianuros- y los del procedimiento de Lixiviación, por -sulfuros-.

BARRAS MIXTAS:

Las barras metálicas cuyos contenidos principales son Plata y Oro.

PRODUCTOS METALICOS IMPUROS:

Los productos al estado metálico pero cuyo metal (principal) se encuentra aun ligado a otros y que no son utilizados en esa forma en la industria.

COMPUESTOS METALICOS:

Aquellos compuestos químicos naturales o artificiales que tienen aplicación industrial directa.

METALES O COMPUESTOS METALICOS DE USO INDUSTRIAL:

Se entienden los presentes en un mineral o producto metalúrgico cualquiera en forma y proporción tal, que normalmente sea costeable su separación para ser utilizados en la industria.

PARTIDA:

El conjunto de minerales o productos metalúrgicos de la misma especie presentados para la liquidación del impuesto de producción, por un interesado y consignados en un mismo documento.

LOTE:

Cada una de las porciones en que de acuerdo con las prescripciones de este Reglamento, se divida para su muestreo, ensaye y liquidación, cada Partida.

METALES AFINADOS:

Los productos metálicos finales de un tratamiento metalúrgico y que contiene elementos extraños en proporción menor que la máxima aceptada para usos industriales.

Se consideran como afinados los metales cuyo contenido de metal puro no sea menor de:

ORO.....	998	milésimos.	
PLATA.....	998	"	
COBRE.....	996	"	(99.6%)
PLOMO.....	990	"	(99.0%)
ZINC.....	950	"	(95.0%)

La presencia de 0.0002 (dos diezmilésimos) o menos de oro en la plata, no alterará su clasificación de Plata Afinada.

Como límite de tolerancia en los metales industriales afinados se admiten 50 gramos de plata y 5 gramos de oro por tonelada.

CAPITULO V.- DISPOSICIONES GENERALES.

Art. 41.- " Los tenedores de toda clase de metales, ligas o compuestos metálicos, los presentarán dentro de un plazo no mayor de 30 días..... a las oficinas autorizadas para ello, acompañados de una relación en que consten los siguientes datos: Especie de producto, peso, procedencia, forma de presentación y destino final."

CAPITULO VI.

Art. 56. " Para el muestreo y análisis de los productos que grava la Ley de Impuestos a la Minería, y para el cobro de impuestos correspondientes, funcionarán en el país como dependencias del Departamento de Impuestos Especiales de la Secretaría de Hacienda, una Oficina Federal de Ensaye establecida en la ciudad de México, y Oficinas Federales de Ensaye Foráneas e Inspecciones de Muestreo, en los lugares que para el mejor servicio determine la Secretaría de Hacienda....."

CAPITULO VII.- PRESENTACION ANTE LAS OFICINAS FEDERALES DE ENSAYE.

Art. 58.- " Las Oficinas Federales de Ensaye muestrearán y ensayarán los minerales y productos metalúrgicos que, de acuerdo con lo prevenido en el artículo 41 de este Reglamento, les sean presentados y ensayarán igualmente las muestras que para el efecto y conforme lo disponga la Secretaría de Hacienda, les envíen las Inspecciones de Muestreo o Aduanas.

Las barras que se presenten deberán estar bien fundidas y ser bastante homogéneas, pues si no llenan estas condiciones, se mandarán fundir por cuenta del interesado....."

Art. 59.-" La toma de muestras en su caso y el ensaye, se practicarán a la mayor brevedad sin que pase del tercer día hábil siguiente de la presentación de los productos o recepción de muestras..... Dentro de los tres días siguientes de haberse hecho el esaye, el Departamento de Impuestos Especiales de la Secretaría de Hacienda, en lo que respecta a la Oficina Federal de Ensaye de México, y las Oficinas Foráneas de Ensaye, respecto a las presentaciones correspondientes, formarán las liquidaciones respectivas, ya sea para su cobro o para enviarlas a la Aduana ante la que se hubiera efectuado la presentación."

Art. 62.- " Si la presentación se hiciere ante alguna Oficina Federal de Ensaye Foránea, ésta practicará los análisis correspondientes, formará por sextuplicado la liquidación de impuestos y derechos, que firmarán..... "

Para dar una idea de la importancia que como Oficina

liquidadora tiene ésta de Monterrey, N. L., voy a dar a conocer las cantidades recaudadas durante los años de:

1929.....	$	3.158,571.05
1930.....	"	3.239,920.11
1931.....	"	2.057,517.30
1932.....	"	1.929,342.12

El número de determinaciones analíticas durante los primeros años indicados, dan un promedio mensual, para tres Ensayadores, de 1,600, es decir, 533 por cada uno; el límite que ha alcanzado un Ensayador trabajando por Vía Húmeda es de:

684	Determinaciones de Zinc en minerales.	
684	" " Plomo " "	
318	" " Cobre " "	
52	" correspondientes a titulaciones de soluciones usadas.	

1,738, o sea, excluyendo los domingos y contando los sábados como medios días, un promedio diario de 69.5 determinaciones.

El personal de esta Oficina está compuesto de:

Un Ensayador Jefe
Un Ensayador de Primera
Dos Ensayadores de Segunda
Un Oficial Tercero (Liquidador)
Un Oficial Cuarto
Un Primer Ayudante
Dos Mozos.

Al tocar el tema de muestreo, voy a tomar las disposiciones legales contenidas en el Reglamento que estoy citando y después, por contener algunos puntos ambiguos e indicaciones que me parecen no completan la finalidad para que fueron creadas, agregaré un Capítulo de caracter personal.

CAPITULO IX.- PESO, MUESTREO Y MARCA DE MINERALES Y PRODUCTOS METALURGICOS Y DETERMINACION QUIMICA DE SUS CONTENIDOS.

Art. 81.- " Los minerales y productos metalúrgicos que sean presentados a las Oficinas autorizadas para ello, se pesarán, muestrearán, marcarán y ensayarán, de acuerdo con las siguientes instrucciones generales; los casos dudosos serán consultados al Departamento de Impuestos Especiales de la Secretaría de Hacienda.

Art. 84.- " Las Empresas mineras y metalúrgicas, podrán mediante concesión especial de la Secretaría de Hacienda y a su propio costo, presentar en sus establecimientos los pro-

ductos de las mismas, los que serán muestreados por los procedimientos que acuerde el Departamento de Impuestos Especiales.

Art. 86.- " El peso de los minerales naturales, concentrados, matas, precipitados y productos metalúrgicos similares, así como los de los metales industriales, se aproximará hasta los kilogramos.

El peso del mercurio se aproximará hasta los decagramos.

El peso de las barras de plata se aproximará hasta los gramos.

El de las barras mixtas de plata y oro si la ley de este último metal es menor de 200 milésimos, hasta los gramos, si es mayor, hasta los decigramos.

El peso de las barras de oro se aproximará igualmente hasta los decigramos."

Art. 87.- "El muestreo de minerales y productos metalúrgicos se hará como sigue:

I.- MINERALES NATURALES, RESIDUOS METALURGICOS, CONCENTRADOS, CALCINADOS, MATAS, PRECIPITADOS Y DEMAS PRODUCTOS SIMILARES.

Los productos, como minerales naturales que por su propia naturaleza no esten ya reducidos a fragmentos pequeños, deberán ser presentados ya reducidos a tamaño que permita su fácil revoltura y muestreo.

Antes de tomar la muestra en el caso de presentarse envasados, se formarán lotes cuyos pesos serán como sigue:

A- Minerales Naturales, Concentrados, Calcinados, Matas y Productos similares.....10 toneladas

B- Precipitados y productos similares..... 1 "

Para tomar la muestra se vaciará la quinta parte de los bultos que formen los lotes del grupo (A) o la mitad de los del grupo (B).

El peso de los envases vaciados servirá, como ya se indicó, para el cálculo de la Tara de la partida.

Se mezclará perfectamente el contenido de los envases pertenecientes al mismo lote y se muestreará por el procedimiento de cuarteo, haciendo las trituraciones intermedias que por la naturaleza y riqueza del producto se crean necesarios, hasta obtener poco más o menos un kilogramo, de este producto se tomará un tanto para la determinación de humedad y peso

seco y el resto, debidamente pulverizado y tamizado servirá para separar las muestras necesarias.

Si la conducción de los productos del grupo (A) se hiciere a granel, se considerará cada carro, como un lote y el reconocimiento que se haga consistirá en tomar de distintos lugares y si es posible de distintas capas, tantas muestras, cuantas toneladas tenga el lote, con el conjunto de las anteriores, se formará una muestra general, de la cual se tomará parte para la determinación de humedad y con el resto se practicarán las operaciones de reducción, cuarteo, etc. antes descritas.

Como es natural, si en el carro hay varias clases de productos, con la debida separación, cada uno de ellos constituirá un lote y se muestreará por separado.

II - MARQUETAS O PLANCHAS DE COBRE, PLOMO, ESTAÑO, ZINC, O CUALQUIERA CLASE DE METALES CUYA LEY DE ORO Y PLATA EN CONJUNTO NO LLEGUE A 100 MILESIMOS.

Se formarán lotes de una a diez toneladas segun la apariencia mas o menos homogénea de la partida y se eligirá por el muestreador al acaso, un número de piezas no menor de la quinta parte de las que formen cada lote, tomándose de cada una de ellas, bocados o taladros, juntándose todos los correspondientes a un mismo lote en una barrita que servirá para el ensaye del lote.

III - MARQUETAS DE PLOMO, ESTAÑO, ZINC U OTROS METALES EXCEPCION HECHA DEL COBRE, CUYA LEY DE ORO Y PLATA EN CONJUNTO PASE DE 100 MILESIMOS.

Se formarán lotes de una a cinco toneladas y se procederá como en el caso anterior.

IV - MARQUETAS O PLANCHAS DE COBRE NEGRO O AMPOLLADO.

Se formarán lotes de una a cinco toneladas, se eligirá un número de piezas no menor de la quinta parte del lote y a cada una de éstas se le harán de tres a cinco taladros colocados sobre una de sus diagonales; se reducirá a fragmentos pequeños la viruta resultante y se mezclará perfectamente la de todos los taladros para tomar la muestra.

V - MERCURIO.

Se formarán lotes de 20 frascos siempre que el peso bruto de ellos no exceda de 800 kilogramos, si excediere, el lote se formará por los frascos necesarios para dar dicho peso, se eligirá al acaso un frasco de cada lote y se tomará de él una muestra con peso aproximado de 10 gramos.

VI - BARRAS DE PLATA, DE ORO O MIXTAS.

De cada barra con peso máximo de 35 kilogramos se tomará un bocado o taladro. Si el peso fuere mayor se tomará una muestra más por cada 10 kilogramos o fracción de exceso.

Art. 88.

Las muestras tomadas por las Oficinas Federales de Ensaye se dividirán en dos partes: una servirá para los ensayes correspondientes, la otra se guardará....."

Art. 92.

El ensaye de todos los minerales y productos metalúrgicos se hará comunmente por dos empleados separadamente y solo en casos excepcionales por una sola persona, la que efectuará todas las operaciones por duplicado.

Art. 93.

Comparados los resultados de los ensayadores, se tomará la ley que resultare si estan concordantes, pero si hay diferencia, se tomará como ley definitiva el promedio de ellos, siempre que esas diferencias esten dentro de las tolerancias siguientes:

MINERALES NATURALES, CONCENTRADOS, PRODUCTOS METALURGICOS Y BARRAS METALICAS DE BAJA LEY.

ORO		PLATA.	
Leyes por tonelada. gramos.	Tolerancias. gramos.	Leyes por tonelada. kilogramos.	Tolerancia. gramos.
1 a 2.9	0.5	0.090 a 0.110	5
5 " 10.0	1.0	0.120 " 0.250	20
11 " 50.0	4.0	0.260 " 1.000	50
51 " 100.0	10.0	1.010 " 2.000	70
101 " 500.0	15.0	2.010 " 3.000	100
501 " 1000.0	25.0	3.010 " 5.000	150
1001 " 5000.0	50.0	5.010 " 10.000	200
5001 " 10000.0	100.0	10.010 " 50.000	500

BARRAS METALICAS Y OTROS PRODUCTOS DE ALTA LEY.

Leyes en milésimos.	Tolerancias milésimos.	Leyes en milésimos.	Tolerancias milésimos.
11 a 100	0.2	101 a 400	1.5
101 " 200	0.3	401 " 700	2.0
201 " 500	0.5	701 " 990	3.0
501 " 800	1.0	991 " 1000	1.0
801 " 990	0.5		
991 " 1000	0.4		

De cada varita con punta metálica, por kilómetro, se tendrá un bosado o tablaza, si al menos [illegible] se tendrá otra muerta más por cada 20 kilómetros o fracción, en cómputo.

Art. 88.

Las cuentas tomadas por las distintas Factorías, se harán en división en dos partes, una arriba [illegible] y la correspondiente, la otra en [illegible].

Art. 92.

El ensaye de todas las minerales y productos metálicos en bate comprende por dos [illegible] solo en caso excepcional por una sola porción, [illegible] efectúa todos los operadores por duplicado.

Art. 93.

Comparados los resultados de los observadores, se [illegible] ra la ley que resulte si están concordados, pero si hay diferencia, se tomará como ley definitiva el promedio de ellos, siempre que esas diferencias estén dentro de los [illegible] límites siguientes:

MINERALES NATURALES, CONCENTRADOS, PRODUCTOS METALÚRGICOS Y BARRAS METÁLICAS DE ALTA LEY

Leyes por tonelada.	Límites. Grados.	Kilógramos.	Límites. Gramos.
1 a 5	0.5	0.000 a 0.119	5
5 " 10.0	1.0	0.120 " 0.249	20
10 " 50.0	4.0	0.250 " 1.000	50
50 " 100.0	10.0	1.010 " 2.000	70
100 " 500.0	15.0	2.010 " 3.000	100
500 " 1000.0	25.0	3.010 " 5.000	150
1000 " 5000.0	50.0	5.010 " 10.000	200
5000 " 10000.0	100.0	10.010 " 50.000	500

BARRAS METÁLICAS Y OTROS PRODUCTOS DE ALTA LEY.

Leyes en milésimos.	Límites en milésimos.	Leyes en milésimos.	Límites en milésimos.
11 a 100	0.5	101 a 500	1.5
101 " 200	0.7	501 " 700	2.0
201 " 300	0.8	701 " 900	3.0
301 " 500	1.0	901 " 1000	1.0
501 " 900	0.5		
901 " 1000	0.3		

METALES INDUSTRIALES.

COBRE		PLOMO, ZINC, ANTIMONIO, ESTAÑO, TUNGSTENO Y MOLIBDENO.	
Leyes por ciento.	Tolerancias por ciento.	Leyes por ciento.	Tolerancias por ciento.
3.0 a 10	0.4	8 a 50	1.5
10.1 " 40	0.5	51 " 100	2.5
40.1 " 75	0.7		
75.1 " 95	1.5		
95.1 " 100	1.0		

Siguen después una serie de artículos que indican la forma en que se deben hacer los cálculos con las leyes obtenidas y la calidad de los productos gravados.

Además no está descrito en el Reglamento citado, el procedimiento de muestreo por "gota", por ser su uso una facilidad a las compañías metalúrgicas a cambio del sostenimiento del personal de muestreo a costa de los interesados; sin embargo, al tratar de muestreo de metales, será descrito.

Hasta aquí he seguido, salvando algunos artículos que no he creído necesario citar, la Ley y Reglamento de Impuestos a la Minería, a fin de fijar bien el objeto de las Oficinas Foráneas de Metales; su funcionamiento interior viene dictado por los jefes de las mismas y son ellos los únicos responsables de las labores efectuadas, así se verá que debe, para cumplir bien su cometido, tener conocimientos amplios de ensaye, de las disposiciones legales, y una experiencia adquirida por los años en el manejo de estas Oficinas.

----oOo----

MUESTREO Y ALGUNAS CONSIDERACIONES SOBRE ALEACIONES.

El presente Capítulo lo voy a dividir en Muestreo de Minerales, Minerales o Productos Metalúrgicos con metálicos, Aleaciones y Muestreo de Productos Metálicos.

Hay infinidad de magníficos textos que tratan sobre análisis y ensaye dando toda clase de detalles en las operaciones analíticas y llegando a resultados sumamente exactos, sin embargo, poco o nada incluyen sobre muestreo. A este respecto transcribo lo que dice H. Van F. Furman en su "Manual of Practical Assaying" :" Un muestreo correcto es tan esencial como un ensaye correcto; pues si la muestra no es una verdadera representación del lote o masa de que fué tomada, el ensaye subsecuente carecerá de valor." Mas adelante continúa: " El método que deba adoptarse para tomar la -

muestra dependerá del caracter del material y del uso que vaya a darse a la muestra después." Desde luego nos podemos guiar por el párrafo transcrito, las muestras pueden ser para encontrar el valor de un lote, para calcular cargas, para muestreo fiscal y muestreo para tercerías;el primero y el último de los casos necesitan un muestreo y ensaye de lo más exactos posible, el muestreo es generalmente a mano, en el segundo caso, no es necesaria una grande exactitud y el muestreo, por tratarse de grandes cantidades de material, puede hacerse mecánico; el tercer caso lo podemos considerar como un intermedio de ambos métodos en cuanto a exactitud se refiere.

Leonard S. Austin en "The Metallurgy of the Common - Metals" define el muestreo así: " El muestreo consiste en obtener de una grande cantidad de mineral, una pequeña porción de unas cuantas onzas para el ensaye. Esta debe representar correctamente la cantidad toda de mineral ya se trate que este sea de cientos de onzas, miles de toneladas o cargas en carros de ferrocarril o en barcos."

Wilfred W. Scott en "Standard Methods of Chemical - Analysis" lo define así: " La muestra puede definirse como esa porción de material que ha sido escogida de tal manera que hay allí la mayor probabilidad de que contenga las diferentes partículas de material en la proporción en que ellas ocurren en la masa total del mismo."

Por último citaré la definición de Donald M. Liddell en "Handbook of Chemical Engineering" Tomo II: " Muestreo es el proceso de obtener una pequeña cantidad que debe ser la representativa del promedio de una mayor."

Estas dos últimas definiciones son generales y por lo tanto son aplicables a minerales y metales.

Como antes dije, se distinguen el muestreo a mano y el muestreo mecánico, cada uno con sus partidarios, en ambos casos se requiere segun la cantidad total de pesos tomar porciones para formar lotes menores, generalmente por cada carro, y suelto hasta diez toneladas. Tal y como está indicado en el Reglamento me parecen correctos los límites, además el tamaño no debe ser muy grande al principio pero tampoco muy pequeño y debe asimismo variar con la riqueza del mineral.

PESO DE MINERAL	VALOR DE PLATA EN KGS.POR TON.		
	Más alto 9.330	93.306	310.000
	Promedio 1.555	2.433	15.550
100 a 10 Toneladas	Coco	Naranja	Naranja
10 " 1 "	Naranja	Huevo	Nuez
1 Ton. a 100 Kgs.	Nuez	Avellana	Avellana.

100 a 2.250 Kgs.	Garbanzo	Trigo	Trigo
2.250 a 1.kgmo.	20 mallas	25 mall.	50 mallas
1. kgmo. a muestra final.	80 "	100 "	120 "

Algunos autores tales como D.M. Liddell, (Handbook, etc) dan los tamaños en milímetros, pero es difícil dar una idea semejante a los peones encargados de esta labor.

PESO k	Mineral pobre	Medio	Rico	Muy rico.
10,000	207 mms.	76.2 a 50.8 mms.	31.6 mms.	5.4 mms.
1,000	65.6 "	24.1 " 16.1 "	10. "	1.7 "
100	20.7 "	7.6 " 5.1 "	3.2 "	0.54 "
10	6.6 "	2.4 " 1.6 "	1.0 "	0.17 "
1	2.1 "	1.1 " 0.76 "	0.51 "	0.32 "
0.1	0.66"	0.36 " 0.24 "	0.16 "	0.10 "

La primera operación que se efectúa es la pesada del producto, si es en carros de ferrocarril, se toma el peso total y después de descargado se pesa el carro vacío, la diferencia es el peso del mineral; cuanto mas pronto mejor, se tomará la muestra para determinar la humedad; cuando se trata de particulares, es esta operación motivo de discusiones, ya que una humedad alta como le conviene al comprador, será pérdida para el vendedor. En el caso nuestro, el representante del Gobierno Federal estará siempre en el caso del vendedor. Cuando se trata de minerales naturales, no hay mas humedad que la del ambiente, el agua de cristalización no se toma en cuenta; es natural que si acaba de llover, las capas expuestas a la intemperie sean las más húmedas, en cambio algun tiempo después, cuando el sol y el aire hayan evaporado la superficie, la humedad será mayor en las capas inferiores, por lo tanto la toma de esta muestra, debe ser de afuera al centro y con la mayor rapidez posible, en productos como los concentrados que estan reducidos a polvo, se les agrega intencionalmente agua a fin de evitar pérdidas en el transporte, en este caso se tomarán las mismas precauciones y la muestra puede ser menor. La Temperatura de desecación sobre todo tratándose de sulfuros, no se elevará arriba de 105 grados centígrados durante un tiempo no menor de 12 horas, condiciones que se pueden conseguir facilmente utilizando una estufa eléctrica controlada con reóstato.

Ejemplo:

Un carro contiene 32 toneladas de mineral peso neto, con una humedad de 7.%, tendremos: 100 kilos tienen 7 de humedad, 32 kilos X.

$$X = \frac{7 \times 32{,}000}{100} = 2{,}240 \text{ kilos, por lo tanto}$$

el peso neto seco será: 32,000
menos 2,240

29,760 kilos.

Si se trata de minerales naturales en carros que van en tránsito, es decir, que no pueden descargarse, la muestra se tomará de la manera siguiente: El peso se toma de las guías del Ferrocarril, el mineral va cargado hacia las dos cabezas del carro. Se le hacen a cada una tres cortes en ángulos de 120 grados que se juntan en el centro, se procura que la muestra tomada dé un peso de una décima parte del total, por cada lote de mineral homogéneo, ya que puede darse el caso que vayan dos o más clases distintas de mineral en un solo carro; las paladas van formando un montón, si se notan trozos de mineral muy grandes, se partirán hasta hacerlos de un tamaño que no resbalen de la pala, el montón así formado " se abre " es decir, que un hombre de un lado tomara una palada y otro opuesto a él, tomará otra y cada uno formará un montón separado, después " se cierra ", es decir, alternando paladas se vuelve a hacer un solo montón, nuevamente se abre cambiándose los peones si estaban de norte y sur, a este y oeste; se repite la operación cuantas veces sea necesario a fin de hacer homogéneo el conjunto, despues viene el "cuarteo", ya que quedó bien revuelto el montón que afecta la forma de un cono se extiende partiendo de su vértice con un movimiento en espiral, se va extendiendo hasta formar una torta de 10 a 15 centímetros de grueso, la cual se divide en cuatro partes iguales por medio de dos ejes, se retiran las partes opuestas, por ejemplo Norte y Sur, con el resto alternando se forman dos montones y se vuelven a juntar para formar otro cono, se repite la operación escogiendo esta vez para retirar, las partes Este y Oeste. El resto se tritura, se revuelve a pala, se vuelve a cuartear y segun vaya disminuyendo el volúmen se irá reduciendo de tamaño el mineral, hasta lograr una muestra de un kilogramo más o menos, ésta ya debe pasar por malla de 20, se seca la muestra y se pulveriza, pudiendo hacerse esto en un metate de fierro o en un pulverizador mecánico, hasta lograr que pase por malla de 80, si es pobre o medio, o bien por malla de 100 o 120, si es rico o muy rico, con esta muestra bien revuelta so toman las cantidades para los interesados dejando una tercera muestra debidamente sellada y lacrada, para el caso de una diferencia entre las partes interesadas dar esta muestra a un tercero, que de acuerdo con las mismas sea el que en definitiva decida.

Cuando el mineral va a cargarse entonces de cada cinco carretillas cuatro van al carro y una para formar la mues-

tra, si es rico el mineral, o bien 9 al carro y 1 para muestra si es pobre el mineral, esto se llama selección fraccionada. Algunos autores continúan esta selección con el montón formado, es decir, que a ese montón se le retiran cuatro paladas y la quinta sirve para formar un montón que es la muestra, quebrando el mineral conforme sea necesario y así hasta que se llegue a la cantidad de muestra para pulverizar. Me parece que hecha la primera selección el montón formado debe cuartearse y continuar este procedimiento hasta su fin.

Hay unas palas especiales (Brunton Split Shovel), palas cuarteadoras, que separan segun sea el modelo, un tercio o un cuarto del total que recoge la pala, como es natural, la división que sirve para retener la parte que va a formar la muestra, no siempre tendrá la abertura suficiente para retener cualquiera de las partes del mineral, por lo tanto es necesario quebrar este. En Oficinas de muestreo particulares o Fundiciones se hace una selección cuando el tamaño de la muestra lo permite, en unos muestreadores que consisten en una mesa con ranuras, en las que cae el mineral y se separa en dos partes que se recogen por separado, así queda la mitad para muestra, el resto se desecha y se continúa la separación hasta antes de pulverizar. Un modelo de estos muestreadores es el "Jones".

En carros cargados tambien se usan los tubos que se introducen hasta el fondo y se cierran automáticamente. Llámase a este muestreo por sondeo, este sistema dará buen resultado para productos de grano muy fino o en polvo.

En las Aduanas el muestreo se hace al descargar el carro, el Reglamento dice que se tomarán tantas muestras como toneladas haya en el carro, como se ve, esto es algo vago, ya que la muestra puede consistir de una palada o varias, sería mas conveniente el sistema de selección fraccionada ya descrito.

En productos metalúrgicos intermedios tales como las Matas o Concentrados, las operaciones se llevan exactamente igual, únicamente haciendo los lotes mas chicos, de una a cinco toneladas y considerándolos para su trituración como minerales ricos o muy ricos, segun las tablas antes anotadas.

Un producto para el que se necesita un criterio bastante amplio y una idea exacta acerca de lo que representa la muestra, es el que contiene partes metálicas. A este respecto citaré un ejemplo sucedido en esta Oficina.

Se recibió procedente de una Aduana una muestra y su duplicado, con la anotación de " Cenizas y barreduras de Estaño ". Lo primero que nos llamó la atención fué la diferencia tan grande en peso y tamaño de una muestra con la otra,

se vació el contenido de la original y nos encontramos junto con las cenizas trozos de diversos tamaños de estaño metálico, nos pareció irregular esto, pero aún supusimos que las partes metálicas y polvillos estarían en la muestra en la proporción que guardaba el producto original, para confirmarlo vaciamos el duplicado y entonces vimos que el producto metálico era mucho mayor en peso que en la muestra original y el polvillo menor; puesto a consideración de nuestro Jefe, admitió con nosotros que era una muestra falsa, se pidió información al Inspector y éste contestó que la muestra había sido tomada correctamente ya que había revuelto perfectamente, para tener lo más homogéneo posible el producto, después describía el procedimiento de cuarteo, este sí correcto, pero con el vicio original, y concluía citando para su apoyo el artículo relativo del Reglamento vigente, acerca de la homogeneidad de los productos. LLevado ante la Superioridad el asunto, precisamente por apoyarse en dicho artículo, se admitió en principio que debería aceptarse la muestra; nuevamente insistimos en considerar la muestra como falsa y en nuestro apoyo hicimos el cálculo de contenidos:

MUESTRA ORIGINAL.

Metálico.....	0.475	35.1 %
Polvillo.....	0.875	64.9 %
Peso total.....	1.350	

MUESTRA DUPLICADA.

Metálico.....	2.790	85.7 %
Polvillo.....	0.462	14.3 %
Peso total.....	3.252	

Las leyes fueron para metálico.... 96.3% de Sn
y para polvillos ..... 37.9% " "

El peso total del producto presentado era de 4,294 kilos, de donde resultaron, para la muestra original,

1.350 : 475 :: 4,294 : X = 1,511 x 96.3 = 1,455 Sn puro.

1.350 : 875 :: 4,294 : X = 2,783 x 37.9 = 1,055 Sn puro.

Total: 2,510 Sn puro.

y para la muestra duplicada,

3.252 : 2.790 :: 4,294 : X = 3,683 x 96.3 = 3,547 Sn puro.

3.252 : 462 :: 4,294 : X = 610 x 37.9 = 231 Sn puro.

Total: 3,778 Sn puro.

Como se vé, era imposible liquidar dicho producto y en esta ocasión si nos fué concedida la razón, dado que el término homogéneo usado por el Inspector devió haberse leído revuelto; se pueden revolver íntimamente antimonio en polvo, plomo granulado y zinc en granalla, pero nunca podremos demostrar que el peso total es de un solo metal, Por homogéneo se entiende en estos casos, productos de una misma especie y el producto presentado era heterogéneo.

Sin embargo sucede en minerales como Oxido de Cobre o de Plata que contienen partes metálicas y la muestra resulta con parte no metálica y parte metálica, que sí pertenece al producto; este es uno de los casos más difíciles que se le pueden presentar a un muestreador. Algunos autores indican que el cuarteo se haga simultáneo y a la misma velocidad en la parte no metálica y en la metálica, sin embargo yo prefiero el siguiente procedimiento: Con sumo cuidado, durante el cuarteo, se llega hasta obtener una muestra aproximadamente de cinco kilogramos, la cual ya es pulverizada completamente, al tamizar se separan las partes metálicas, se pesan cuidadosamente éstas así como el resto no metálico. Ejemplo:

7,400 kilos de mineral de plata con plata metálica.

La muestra de cinco kilogramos da 4.690 que pasan por el tamiz y 0.311 de metálico, y tenemos que

5 : 4.690 :: 7,400 : X = 6,941

5 : 0.311 :: 7,400 : X = 459

Ahora ya, a cada parte separada se le podrá cuartear hasta llegar a la cantidad de muestra necesaria para el ensaye; el ensaye separado de cada una aplicado al peso de cada parte respectivamente nos dará un contenido exacto.

----oOo----

Antes de entrar a la parte de muestreo de productos metálicos, voy a tratar algo sobre aleaciones metálicas, para poder dar una idea de cómo estan compuestas y así poder aplicar el muestreo que ofrezca mas probabilidades de cumplir con su finalidad.

ALEACION.

Algunos autores definen o mas bien comparan las aleaciones con las soluciones de líquidos, segun veremos, así acontece en algunos casos, pero hay otros que no caben en la comparación.

L. Hickrsch, Química Industrial, define así una aleación admitiendo que los metales se combinan entre sí " Las aleaciones deben ser consideradas como mezclas de las soluciones sólidas de tales compuestos en un exceso de metal."

S. F. Couch, A Dictionary of Chemical Therms, describe así la aleación " Cualquier mezcla o combinación de metales formada fundiendo, los metales juntos, tales como - latón, bronce, metal para tipos, etc. En la practica el metal de punto de fusión mas alto es el que es fundido primero y a él son agregados el resto de los metales según el orden decreciente de su punto de fusión. Cuando el mercurio es un ingrediente el producto toma el nombre de Amalgama. Las aleaciones deben ser consideradas como mezclas mecánicas de los metales, en lugar de considerarlas como Compuestos, sin embargo a menudo se encuentran compuestos metálicos en la mezcla y cristalizan separados; algunas aleaciones son soluciones sólidas de un metal o compuesto metálico en otro, otras son mezclas de metales mútuamente - insolubles. El punto de fusión de una aleación es constante para una composición definida y es comunmente mas bajo que cualquiera de sus constituyentes. El hidrogeno y el amonio pueden formar aleaciones y así considerarlos como metales."

H. O. Hofman, Metalurgía General, dice: " Toda aleación es una disolución, que se ha solidificado, de dos o mas metales."

Por lo que antecede se verá que es un poco difícil en una definición corta, explicar qué es una aleación, desde el momento que hay muchos tipos de aleaciones; uno especial de éstas es la que forman el Silicio, el Carbono, y aún algunos compuestos como los Oxidos "(Cu_2O) con los metales, y sin ser aquellos propiamente dichos se les llama aleaciones, por no perder su caracter de producto metálico la aleación así obtenida. Ya en la definición de - Couch vimos que cuando uno de los metalds es el Mercurio, toma el nombre particular de Amalgama la aleación, y se dice Amalgama de Plata, Amalgama de Oro, sin necesidad de nombrar al mercurio.

Al estado de fusión dos o mas metales estan íntimamente mezclados formando una disolución, pero al empezar la solidificación suceden varios cambios: los componentes se separan conservando cada cual su caracter distintivo y por lo tanto serán metales puros, mezclas eutécticas, disoluciones sólidas, combinaciones químicas bien definidas y en una misma aleación pueden existir varios de estos componentes a la vez. Hay un período de cambios en algunos casos, y es que el período de enfriamento de la aleación ya solidificada va cambiando la composición; acerca de las combinaciones de los metales, A. F. Holleman, Química Inorgánica, presenta las conclusiones de Tamman.

1°. " Los elementos de un mismo grupo natural no forman entre sí compuesto alguno, así por ejemplo el Cu, Ag y Au ó Zn, Cd y Hg, no forman entre sí compuestos."

2° " Un elemento determinado forma compuestos con todos los elementos de un mismo grupo, o no los forma con ninguno. Así por ejemplo, el Cu, Ag y Au forman todos ellos combinaciones con el Zn, Cd y Hg, pero no se combinan con el Bi, Fe y Ni. Sin embargo existen algunas excepciones de ambas reglas."

3°. " En las combinaciones de los metales entre sí, sólo muy rara vez aparecen fórmulas que correspondan a la valencia de los metales, tal como se pone de manifiesto en el sistema periódico. Así por ejemplo se conocen las combinaciones $Zn_{12}Na$, Cd_2Na, $HgNa_3$, Hg_2Na_2, y otras muchas entre Na y Hg. $NaCd_5$, $FeZn_7$, $NiZn_3$, $NiCd_4$, $AuSb_2$, etc. las cuales estan en contradicción con las valencias que los metales ponen de manifiesto en las sales."

4°. " Las fórmulas de las combinaciones que los metales de un mismo grupo forman con otro elemento no son siempre análogas entre sí. Ejemplos: $AlCu_3$, $AlAg_3$, Al Au_2, Cu_4Sn, Ag_4Sn, AuSn, $Zn_{12}Na$, Cd_2Na, Hg_3Na,.

Se puede, por consiguiente, decir que el comportamiento individual de los metales en sus combinaciones entre sí es mucho más patente que en el caso de la formación de las sales, pues en el primero se observa una gran riqueza de formas de combinación, e incluso presentanlos metales del mismo grupo diferencias considerables, unos con otros."

Según el número de elementos que forman una aleación, reciben el nombre de : binarias, ternarias, cuaternarias, según sean dos, tres o cuatro metales los que la forman.

Hofman clasifica así las aleaciones binarias, en ella están incluídos todos los casos posibles:

A.

Los metales <u>no se combinan</u> entre sí.

1°. Los dos metales en estado <u>líquido</u> son completamente <u>solubles</u> el uno en el otro, de modo que forman una disolución homogénea.

(a) en estado <u>sólido</u> los dos metales, son mútuamente <u>insolubles</u>, y producen aleaciones en las que, sea cual fuere la proporción de mezcla, al solicificarse existen dos compuestos distintos.

(b) en estado <u>sólido</u> los dos metales son <u>parcialmente</u>

1º. " Los elementos de un mismo grupo natural no forman entre sí compuesto alguno, así por ejemplo el Cu, Ag y Au ó Zn, Cd y Hg, no forman entre sí compuestos."

2º " Un elemento determinado forma compuestos con todos los elementos de un mismo grupo, o no los forma con ninguno. Así por ejemplo, el Cu, Ag y Au forman todos clases, combinaciones con el Zn, Cd y Hg, pero no se combinan con el Fe y Mn. Sin embargo existen algunas excepciones de poca regla."

3º. " Un las combinaciones de los metales cuyo eq. atómico muy rara vez aparecen ternarias que corresponden a la valencia de los metales, tal como no pueda identificarlo en el sistema periódico. Así por ejemplo se conocen las combinaciones Zn_2Fe, Cd_2Sn, $HgSn$, Hg_2Sn, y otras muchas entre Mn y Hg. Nacda, Fozzy, Mann, Rich, Ambrg, etc. Las cuales están en contradicción con las valencias que los metales ponen de manifiesto en las mezclas."

4º. " Las fórmulas de las combinaciones que los metales ja un mismo grupo forman con otro elemento no son miembro análogas entre sí.- Ejemplos: Alcay, Alzay, Al K_2, Cuyda, Ag_2Sn Auda, Zn_2Sn, Cd_2Sn, Hg_2Sn.

Es prueba, por consiguiente, muchísimo que el comportamiento individual de los metales en sus combinaciones entre sí no mucho más patente que en el caso de la formación de las sales, pues en el primero se observa una gran riqueza de formas de coordinación, y incluso procesos metálicos muchísimo grupo diferencias considerables, como con otros."

Según el número de elementos que forman una molécula, resulten sí nombre de binarias, ternarias, cuaternarias, según sean dos, tres o cuatro entidades los que la forman.

Formas clásicas así las alcanzadas binarias, en ellas están incluidas todas las cosas posibles:

A.

Las metales no se combinan entre sí.

1º. Los dos metales se estado líquido son completamente solubles el uno en el otro, de modo que forman una disolución homogénea.

(a) en estado sólido los dos metales, son mutuamente insolubles. Y presentan diferencias en las que, una cual fuera la proporción de mezcla, si modificaciones existen dos compuestos distintos.

(b) en estado sólido los dos metales son parcialmente

solubles el uno del otro y producen aleaciones en las que dentro de ciertos límites de mezcla existen dos componentes al solidificarse.

(c) en estado sólido son mútua y completamente solubles, produciendo aleaciones en las que sea cual fuere la proporción de mezcla al solidificarse existe un solo componente.

2°. Los dos metales en estado líquido no son mas que parcialmente solubles el uno en el otro y dentro de ciertos límites de mezcla forman disoluciones líquidas conjugadas.

(a) Como en el caso anterior(a)

(b) Como en el caso anterior (b)

(c) No se verifica el caso (c)

3°. Los dos metales son mútuamente insolubles lo mismo en el estado líquido que en el sólido.

B.

Los metales se combinan entre sí, dando lugar a uno o más compuestos químicos.

1°. Los metales y los compuestos a que dan lugar en estado líquido, son mutuamente solubles en cualquier proporción.

(a) en estado sólido los metales y los compuestos a que dan lugar son mutuamente insolubles.

(b) en estado sólido los metales y los compuestos a que dan lugar no se disuelven mutuamente sino en parte.

(c) en estado sólido los metales y los compuestos son mutuamente solubles, (La edición en Español de la Casa Gili dice: " Son mutuamente insolubles ". La edición Inglesa de la Casa Mc Graw Hill, dice " When solid, the compound and component metals are mutually, completely soluble " Cuando sólida, los metales componentes y compuesto son mutuamente, completamente solubles.)

2°. Los metales y los compuestos a que dan lugar en estado líquido, no se disuelven mutuamente sino en parte y dentro de ciertos límites de mezcla forman disoluciones líquidas conjugadas.

(a) Como en el caso anterior (a)

(b) Como en el caso anterior (b)

(c) No se verifica el caso (c)

solución el uno del otro y después alternativamente los dos dentro de diversos líquidos de manera exacta los comprobaríamos solubilizarse.

(c) en estado sólido con mutua y completamente miscible, productores eléctricos en los que uno será cuyo proporción de mezcla al solidificarse daríamos un solo componente.

2º. Los dos metales en estado líquido no son más que parcialmente solubles el uno en el otro y después de fundir los líquidos de mezcla forman dicloelectrolitos líquidos conjugadas.

(a) Como en el caso anterior(a)

(b) Como en el caso anterior (b)

(c) No se verifica el caso (c)

3º. Los dos metales son mutuamente insolubles en el estado líquido que en el sólido.

3.

Los metales se combinan entre sí, dando lugar a uno o más compuestos químicos

1º. Los metales y los compuestos a que dan lugar en estado líquido, son mutuamente solubles en cualquier proporción.

(a) en estado sólido los metales y los compuestos a que dan lugar son mutuamente insolubles.

(b) en estado sólido los metales y los compuestos a que dan lugar no se disuelven mutuamente más en parte.

(c) en estado sólido los metales y los compuestos son mutuamente solubles. (Se editaron en Mapetal de la casa Gill dice: " Son mutuamente insolubles ". La editorial Barlona de la casa Mc Graw Hill, dice " When solid, the compound and component metals are mutually, completely soluble " Cuando sólida, los metales componentes y compuesto son mutuamente, completamente solubles.)

2º. Los metales y los compuestos a que dan lugar en estado líquido, no se disuelven mutuamente más en parte y dentro de diversos líquidos de mezcla forman dicloelectrolitos líquidos conjugadas.

(a) Como en el caso anterior (a)

(b) Como en el caso anterior (b)

(c) No se verifica el caso (c)

3º

Los metales y los compuestos a que dan lugar en estado líquido, son mutuamente insolubles.

(a) Como en el caso anterior (a)

(b) y (c) No se verifican dichos casos.

Como se ve, las dos grandes divisiones estan basadas A en ausencia de compuestos metálitos, B en la presencia de ellos. El caso más homogéneo es el de una combinación química, vista la cual al microscopio no revela sino un sólo componente, cuyas propiedades difieren de las de uno y otro metal.

Las subdivisiones 1º. 2º y 3º dentro de cada grupo se basan en la mútua solubilidad de los elementos en el estado de fusión, ya que se ha definido Aleación, como una disolución que se ha solidificado, es natural que en lo que toca a solubilidad se comporte lo mismo que las disoluciones líquidas. Por ejemplo: el agua y el alcohol Etílico son mútuamente solubles en cualquier proporción, es decir, forman una disolución homogénea; semejante a esta el Oro y la Plata así se comportan, a esta aleación sí se le puede aplicar correctamente el término de disolución sólida.

Ahora vamos a tomar el ejemplo del Agua y el Eter, si ambos se mezclan agitándolos y se dejan reposar se tendrán dos capas, una, la inferior, de agua con éter disuelto, la otra de éter con agua disuelta, la separación es debida a la diferencia de densidades, este sistema recibe el nombre de disolución conjugada; entre los metales forman caso semejante Pb y Zn, Bi y Zn, Pb y Al, Cd y Al.

El tercer caso lo representarían el Agua y el Aceite, los que no llegan a formar una disolución, es decir, son mutuamente insolubles, cuando mas llegarán a formar una emulsión o sea, no una separación por capas, agua más densa abajo y aceite más ligero arriba, sino que la separación será entre pequeñas partículas y en todo el seno del líquido; entre los metales al encontrarnos un caso semejante y considerando la aleación como una disolución y no formándose ésta, el producto tendrá una clasificación de mezcla mecánica.

Si la soldadura de un pirómetro termoeléctrico se sumerge dentro de un metal en fusión y a medida que éste va enfriándose se anotan las temperaturas que registra el aparato, podrá trazarse un "diagrama de enfriamiento" referido al tiempo; si se toman como abeisas los tiempos y las temperaturas como ordenadas, tendremos que a partir de una temperatura dada estando el metal en fusión empieza el enfriamiento, la curva descenderá hacia la derecha hasta al-

canzar el momento de la solidificación, aquí la curva se suspende en su descenso y se vuelve paralela el tiempo, es decir, la temperatura permanece constante (el calor se invierte en la cristalización y los termómetros no registran cantidad de calor sino diferencias de temperaturas) cuando ha terminado la solidificación vuelve la curva a tomar su inclinación hasta alcanzar la temperatura ambiente, la primera parte de la curva dependerá principalmente de la naturaleza del metal, de su capacidad calorífera, del calor latente de solidificación y de la rapidez con que se efectúe el enfriamiento; sobre la segunda rama de enfriamiento puede presentarse otra vez una línea paralela al tiempo si hay un cambio alotrópico. Una irregularidad en el enfriamiento es la de aquellos elementos en que al llegar a su punto de fusión sufren el fenómeno de sobrefusión, la primera parte de la curva desciende más abajo de su punto de solidificación hasta cierto límite (para el estaño mas o menos 7°C) de aquí bruscamente sube la curva hasta el punto de fusión donde vuelve a ser paralela al tiempo, siendo más corta ahora, descendiendo después ya normalmente; durante el calentamiento este fenómeno no se produce. Causas sí ya ciertas de irregularidades de la curva de enfriamiento de un metal son las impurezas, o bien su aleación con otro metal; sobre este caso vamos a considerar una aleación binaria cuyos metales son solubles al estado de fusión e insolubles al estado sólido, llamémos a uno y otro A y B y consideremos, sin que precisamente lo sea, A el solvente de B, entonces el punto de fusión de A bajará, y así tendremos que estando la aleación al estado de fusión será A el metal que primero empieza a solidificarse en estado puro, esto sucederá si los metales son completamente insolubles uno en otro, si ellos son parcialmente solubles A retendrá una pequeña parte de B y el punto de solidificación del metal A variará de acuerdo con el número de moléculas del metal B (Ley de Rault, si D es el descenso producido en el punto de solidificación del disolvente puro, cuando se disuelvan N gramos de metal B en G gramos de metal A tendremos denominando r una constante que dependerá de la naturaleza de A, $D = r \frac{N}{G}$)

La curva de enfriamiento de esta clase de aleaciones, estará dada por una primera parte más larga que en el caso del metal puro, y en cuanto a la parte horizontal habrá cambiado de forma desde el momento que existe el metal A y el resto, metal madre, con B en exceso, luego el punto de solidificación tiende a disminuir más y así esa porción será un tanto inclinada y formando vértice redondeado al unirse al resto de la curva de enfriamiento, esta seguirá siendo metal A en presencia de metal madre cada vez más rico en B hasta alcanzar un punto en que la curva se hace horizontal, es decir, que A y B solidifican juntos, aquí la composición ya no puede variar y la temperatura permanecerá constante durante toda la solidificación, inclinandose nuevamente cuando

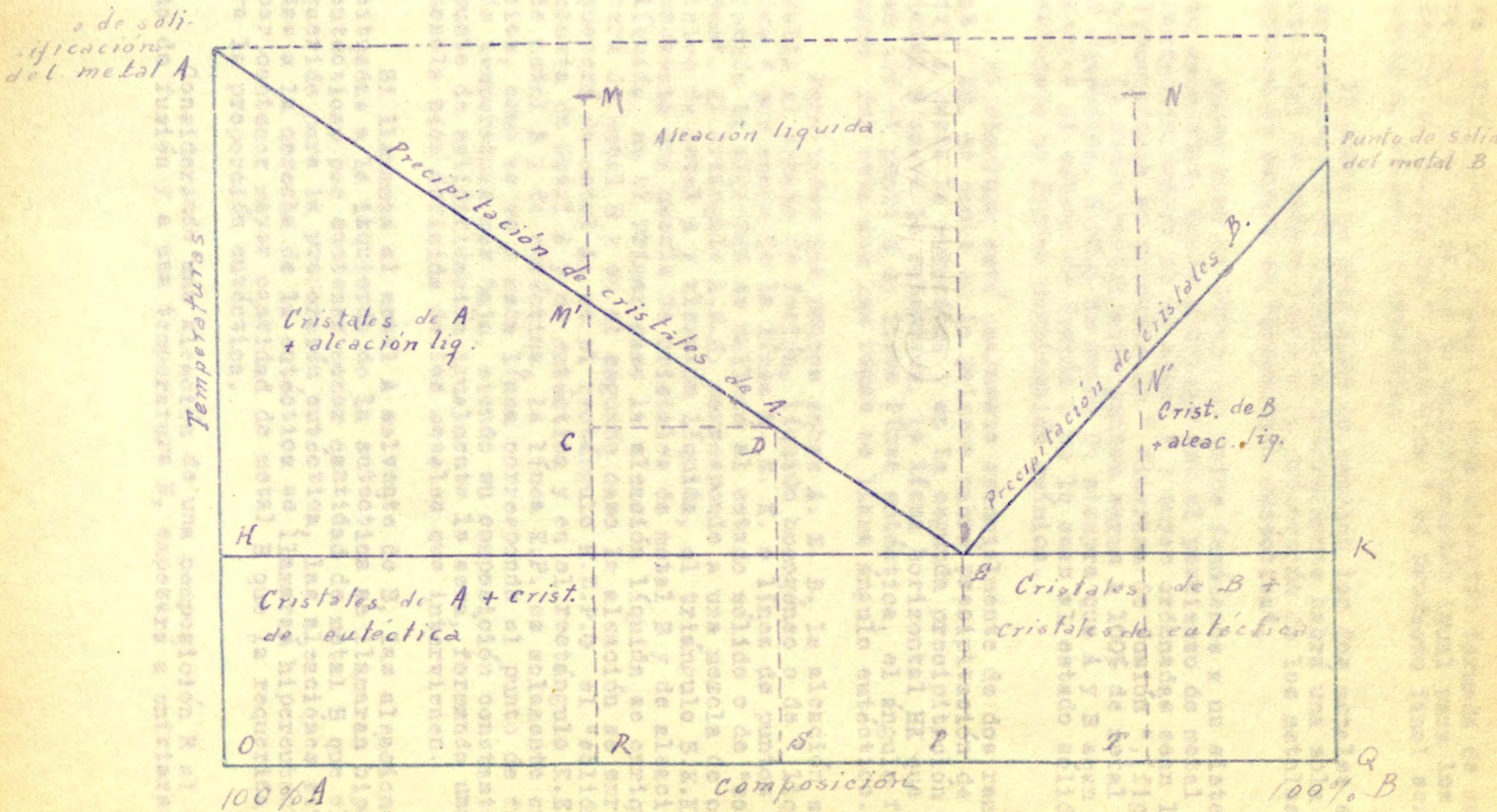

Temperaturas
Aleación liquida
Precipitación de cristales de A.
Precipitación de cristales B.
Cristales de A + aleación liq.
Crist. de B + aleac. liq.
Cristales de A + crist. de eutéctica
Cristales de B + cristales de eutéctica
M
N
M'
N'
C
D
H
K
B
O
R
S
P
T
Q
100% A
Composición
100% B

Fig. nº 1.

se enfría hasta el final; a esta aleación formada de metal A y B en el punto de solidificación igual para los dos recibe el nombre de " Eutéctica " el producto final será metal A, exceso y eutéctica.

Si desde un principio se mezclan los dos metales en su proporción de eutéctica naturalmente habrá una sola horizontal de enfriamiento y la proporción de los metales recibirá el nombre de "Proporción eutéctica".

Ahora bien si referimos estos fenómenos a un sistema de ordenadas, cuyas abscisas son el porciento de metal A y consecuentemente el de metal B y cuyas ordenadas sean las temperaturas se obtendrá un " diagrama de fusión ",(fig. núm. 1) cuyos principales puntos seran A 100% de metal A, E eutéctica, B 100% de metal B; siempre que A y B sean solubles al estado de fusión y no lo sean al estado sólido asimismo no formen combinación química.

El diagrama está compuesto esencialmente de dos ramas AE y EB, es decir en la primera habrá precipitación de metal A hasta la eutéctica y en la segunda precipitación de metal B hasta la eutéctica, la línea horizontal HK que pasa por el punto E se llama línea eutéctica, el ángulo formado por ésta con las ramas se llama ángulo eutéctico.

Para todos los puntos sobre A. E. B. la aleación se halla al estado de fusión, líquido homogéneo o de " liquidus " por abajo de la línea H. E. K. o línea de puntos de fusión la aleación se hallará al estado sólido o de "solidus". El triángulo A.E.H. corresponde a una mezcla de cristales de metal A y aleación líquida, el triángulo B.E.K. representa una mezcla de cristales de metal B y de aleación líquida, en el primer caso la aleación líquida se enriquecerá de metal B y en el segundo caso la aleación se enriquecerá de metal A; en el rectángulo H.E.P.O el "solidus" consta de metal A y de eutéctica y en el rectángulo K.E.P.Q. de metal B y de eutéctica, la línea E.P. es solamente eutéctica, como se ve a esta línea corresponde el punto de fusión de temperatura más baja, siendo su composición constante, el punto de solidificación igualmente lo será, formando una mezcla bien definida de los metales que intervienen.

Si llamamos al metal A solvente de B, las aleaciones situadas a la izquierda de la eutéctica se llamarán hipoeutécticas por contener menor cantidad de metal B que el requerido para la proporción eutéctica, las aleaciones situadas a la derecha de la eutéctica se llamarán hipereutécticas por contener mayor cantidad de metal B que la requerida para la proporción eutéctica.

Considerando una aleación de una composición R al estado de fusión y a una temperatura N, empezará a enfriarse sin

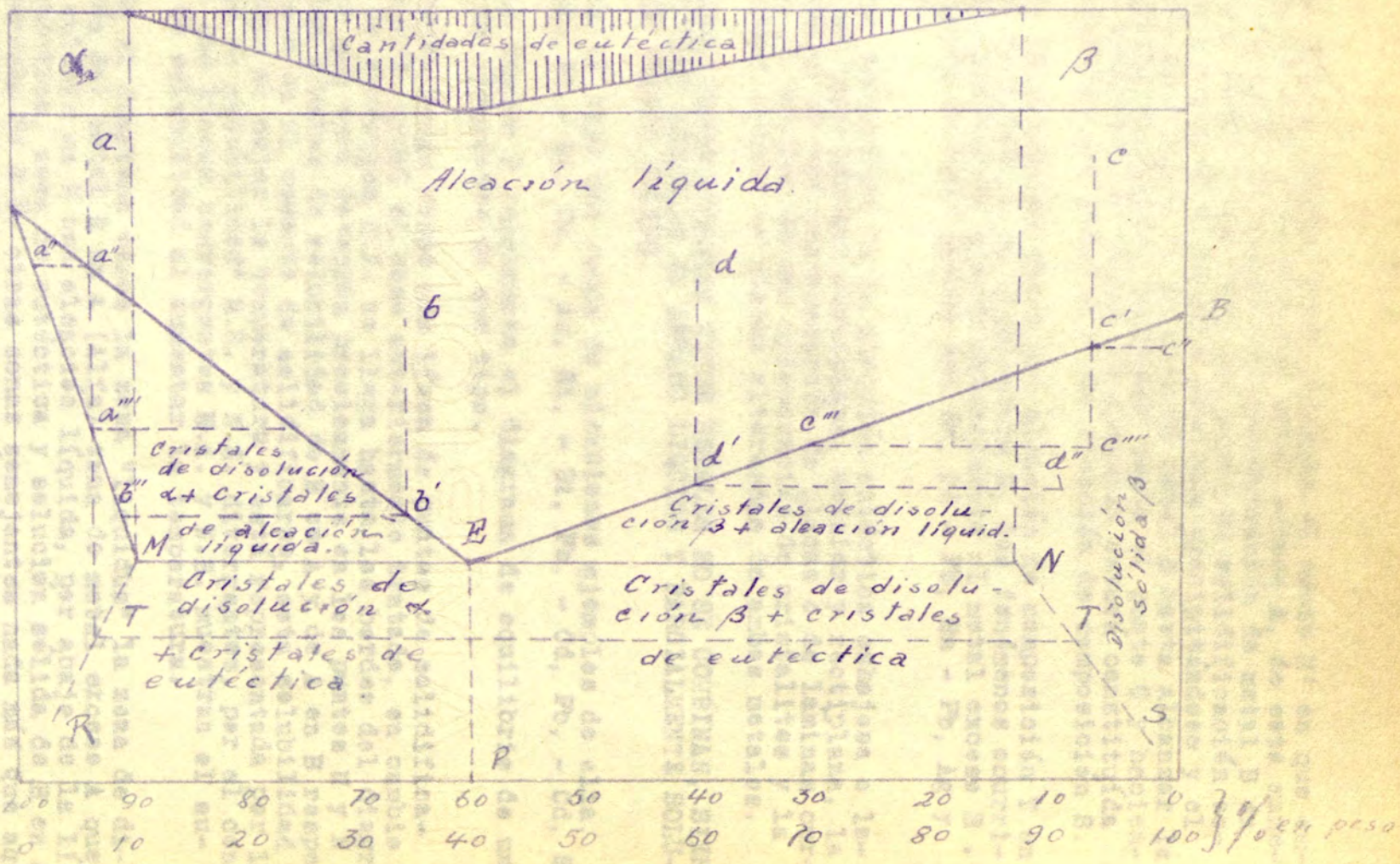

Temp. eutectica.
Cantidades de eutectica
α
β
Aleación líquida.
A
B
a
a'
a''
a'''
b
b'
b''
c
c'
c''
c'''
c''''
d
d'
d''
E
M
N
T
T
R
S
P
Cristales de disolución α + cristales de aleación líquida.
Cristales de disolución α + cristales de eutéctica.
Cristales de disolución β + aleación líquid.
Cristales de disolución β + cristales de eutéctica
Disolución sólida β
A 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
B 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
% en peso

Fig. 2.

sufrir ningún cambio hasta alcanzar el punto M' en que empezará la solidificación del metal exceso A, de esta manera se consigue un aumento de concentración de metal B en el metal madre y una baja del punto de solidificación sobre la línea M'E el metal A continúa precipitándose y el líquido aumentando en riqueza de metal B hasta alcanzar la proporción eutéctica. Enfriando hasta el punto C y haciendo un enfriamiento brusco la aleación estará constituída teóricamente por metal A y una aleación de composición S.

Si consideramos ahora una aleación de composición T en estado de fusión a la temperatura N, los fenómenos ocurrirán semejantemente siendo naturalmente el metal exceso B . Aleaciones de este género son Zn, Cd - Pb, Sn - Pb, Ag y Pb, Sn.

La estructura de la aleación eutéctica eshojosa o laminar en tres formas: curviplana, celular y rectiplana, la curviplana es una yuxtaposición de placas o de láminas curvadas, la celular es una aglomeración de cristalitos y la rectiplana consta de placas alternadas de ambos metales.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE COMBINAN, SIENDO DEL TODO SOLUBLES EN ESTADO LIQUIDO Y PARCIALMENTE SOLUBLES EN ESTADO SOLIDO.

Es el tipo más común de aleaciones ejemplos de ella, son: Ag, Bi - Ag, Cu, - Au, Bi, - Bi, Pb, - Cd, Pb, - Cd, Sn.

La figura 2 representa el diagrama de equilibrio de una serie de aleaciones de ese tipo.

Desde luego vemos una línea de puntos de solidificación A.E.B. igual al caso anteriormente tratado, en cambio la línea de eutéctica M.N. no llega hasta los bordes del diagrama sino que está detenida precisamente en los puntos M y N o sean los límites de solubilidad de B en A y de A en B respectivamente en el momento de solidificarse, esta solubilidad disminuye al bajar la temperatura y está representada por las "líneas de solubilidad" M.R. y N.S. divergentes, por el contrario las líneas convergentes M.A. y N.B. muestran el aumento de solubilidad al aumentar la temperatura.

En el diagrama vemos la zona "liquidus" la zona de disolución del metal B en A (Alfa) zona de metal exceso A que no es soluble en B con aleación líquida, por abajo de la línea eutéctica, zona de eutéctica y solución sólida de B en A; a la derecha de E.P. otras zonas semejantes nada más que aquí es A soluble en B formando solución (Beta) metal B que no es soluble en A con aleación líquida y por debajo de la línea eutéctica disolución de A en B y eutéctica o sean 7 zonas.

sufrir mínimo cambio hasta alcanzar el punto K_1, que corresponde la solidificación del metal eutéctico A. De este momento se se contínua un aumento de concentración de metal B en el metal madre y una baja del punto de solidificación sobre la línea M_1T el metal A continúa precipitándose y el líquido aumentando en riqueza de metal B hasta alcanzar la proporción eutéctica. Entonces hasta el punto C_1 y trabajando un enfriamiento brusco la aleación entera constituída teóricamente por metal A y una aleación de composición E.

El comportamiento sobre una aleación de composición T después de fundida e la temperatura K, ya fase sólo cristalizan sólo conjuntamente algunos cristalitos de metal puro B. Alrededores de este centro son C_2, C_4, E_2 - P_2, E_3 y P_3, E_4.

La estructura de la aleación eutéctica asemejará a la mixta en tres formas cristalinas, cristal y tectoplasma, la cristalina es una partícula de diamo o de tamaños variados, la cristal es una agglomerados de cristalitos y la tectoplasma cuarta de placas alternadas de cristales.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE COMBINAN, ESTANDO SOLUBLES EN ESTADO LIQUIDO Y PARCIALMENTE SOLUBLES EN ESTADO SOLIDO.

Es el tipo más común de aleaciones cuyo diagrama de aleación: A_2, B_1 - A_2, C_1, - A_1, B_1, - B_1, P_1 - C_2, P_2, - C_1, E_1.

La figura 3 representa el diagrama de equilibrio de una serie de aleaciones de este tipo.

Donde hoy vemos una línea de puntos de solidificación A.K.B. igual al caso anteriormente tratado, en cambio la línea de eutéctica K.M. se línea hasta los bordes del diagrama sino que está determinada precisamente en los puntos M y N y sean las líneas de solubilidad de B en A y de A en B respectivamente en el compuesto de solidificación, este solubilidad disminuye al bajar la temperatura y está representada por las "líneas de solubilidad" M.R. y N.S. diferentes, por el contrario las líneas decrecientes M.A. y N.B. muestran el aumento de solubilidad al aumentar la temperatura.

En el diagrama vemos la zona "líquidus" la zona de disolución del metal B en A (alfa) zona de metal eutéctico A que no es soluble en B con aleación líquida, por encima de la línea eutéctica, zona de eutéctica y solución sólida de B en A; a la derecha de F.P. otra zona semejante pero más bajo aquí es A soluble en B formando solución (beta) metal B que no es soluble en A con aleación líquida y por debajo de la línea eutéctica disolución de A en B y eutéctica o sean 7 zonas.

Vamos a considerar una aleación"a" que se encuentra al estado de "liquidus" al llegar el enfriamiento al punto A' de la línea A.E. empezará una solidificación de metal B en A cuya concentración estará dada por la abscisa del punto a" sobre la línea M.A. de "solidus" desde luego que ha habido una separación mayor de metal A el resto de la aleación se habrá enriquecido en metal B y por lo tanto el punto de fusión disminuirá, y el fenómeno continuará como en el caso anterior. La composición de los cristales de disolución precipitados cambia, según la composición del punto a" o sea la posición sobre la línea A.M., dichos cristales van siendo cada vez más ricos en metal B igual que le ocurre al metal madre.

Para que exista equilibrio entre la cantidad de cristales de disolución sólida que van precipitándose y el metal madre, es menester que ocurra una difusión del metal A de tal manera que cada cristal precipitado pase a tener la composición del cristal que se forma después y que guarda equilibrio con el metal madre dicho de otra manera, puede considerarse como si la masa líquida disolviera el pequeño exceso de metal A que estorba el equilibrio de la masa, una vez precipitado el cristal de disolución, el exceso A precipitaría conjuntamente con la cantidad de metal B para hacer necesario su nuevo equilibrio. Sin embargo y solamente que el enfriamiento fuera muy lento, la difusión será imperfecta y los primeros cristales no alcanzarán su verdadero equilibrio y sobre ellos se precipitarán nuevos cristales que impedirán su contacto con el líquido, de esta manera según avanza el enfriamiento, cambia la composición de los cristales.

Si el enfriamiento y la solidificación fueran perfectos, los cristales de A'''' que para nuestro ejemplo determinan la solidificación total de la aleación "a", así como los cristales que precipitan entre los puntos a" y a''', es decir, toda la masa de cristales tendría la misma composición que la masa primitiva; no cumpliéndose las condiciones ideales de enfriamiento la aleación sólida no tendrá la composición que indica a''', sino una intermedia entre ésta y E.

Considerando una aleación definida por el punto "b" la solidificación empezará en el punto b' precipitándose cristales de disolución sólida cuya composición estará dada en b''', a medida que avanza el enfriamiento el metal madre irá variando su grado de concentración según la línea b'E, y los cristales según la línea b'''M, al llegar al punto E se alcanzará la máxima concentración de B en A o sea la proporción eutéctica, el líquido de proporción eutéctica se solidificará en placas paralelas, pero a diferencia del caso primero no serán alternadas de metal A y de metal B, sino en placas de metal B en A o sea disolución (Alfa) y de placas A en B o sea disolución (Beta). Todas las aleaciones a la -

izquierda de E y la línea M.R. estarán constituídas de disolución (Alfa) y mezcla eutéctica.

Los fenómenos correspondientes a una aleación de composición "d" son análogos a los descritos para "b" precipitándose disolución sólida (Beta) y la aleación "c" será semejante a la de "a" con la misma salvedad, y todas las aleaciones a la derecha de E hasta N.S. se compondrán de disolución (Beta) y eutéctica.

A partir de las temperaturas más bajas de la línea eutéctica M.N. los puntos M. y N. representan las cantidades de metal B para saturar a A y los de metal A para saturar E, respectivamente. A medida que baja la temperatura la solubilidad de un metal en otro disminuirá según las líneas M.R. y N. S.

La aleación tomada como ejemplo "a" forma cristales de composición a'''', los cuales constituyen una disolución no saturada de metal B en metal A, toda vez que el punto de saturación, como se ve, corresponde a M, prosiguiendo el enfriamiento va disminuyendo la cantidad de metal B que es capaz de retener el metal A, esta disminución prosigue según la línea M.R. hasta alcanzar el punto T de saturación sobre la ordenada "a" a''''. Si la aleación permanece cierto tiempo en esta temperatura puede dar lugar a la formación de un segundo componente de concentración t' fenómeno este debido a que la aleación homogénea al principio se disocia en dos disoluciones conjugadas.

Si el enfriamiento es mayor se verifica un intercambio por el cual a la izquierda de E aumenta la proporción de disolución (Beta) con respecto a la disolución (Alfa) este cambio se consigue mediante el recocido. Ejemplo: aleaciones Cu, Mn.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE COMBINAN Y SON DEL TODO SOLUBLES EN AMBOS ESTADOS.

Si la solubilidad de A y B aumenta, llegará un momento en que los puntos M y N coincidirán con el punto E, desapareciendo la línea eutéctica M.N. no así las líneas de líquidos y sólidos que por no tratarse de metales puros serán generalmente curvas sino rectas y definirán la superior el estado de "liquidus" y la inferior la de "solidus" ambas de igual concentración y se juntarán en un punto que será la solidificación total, puede suceder otro caso, aquel que durante la solidificación los cristales que precipitan son siempre más ricos que la aleación primitiva en el metal con mayor punto de solidificación y lo contrario ocurrirá al metal madre, en este caso las curvas la de "liquidus" entre A y B tiene su convexidad hácia arriba y al contrario la de "solidus" Ejemplos: Aleaciones Au, Pt - Cu, Ni, - Pd, Ag, Pd, Au, Pd, Cu.

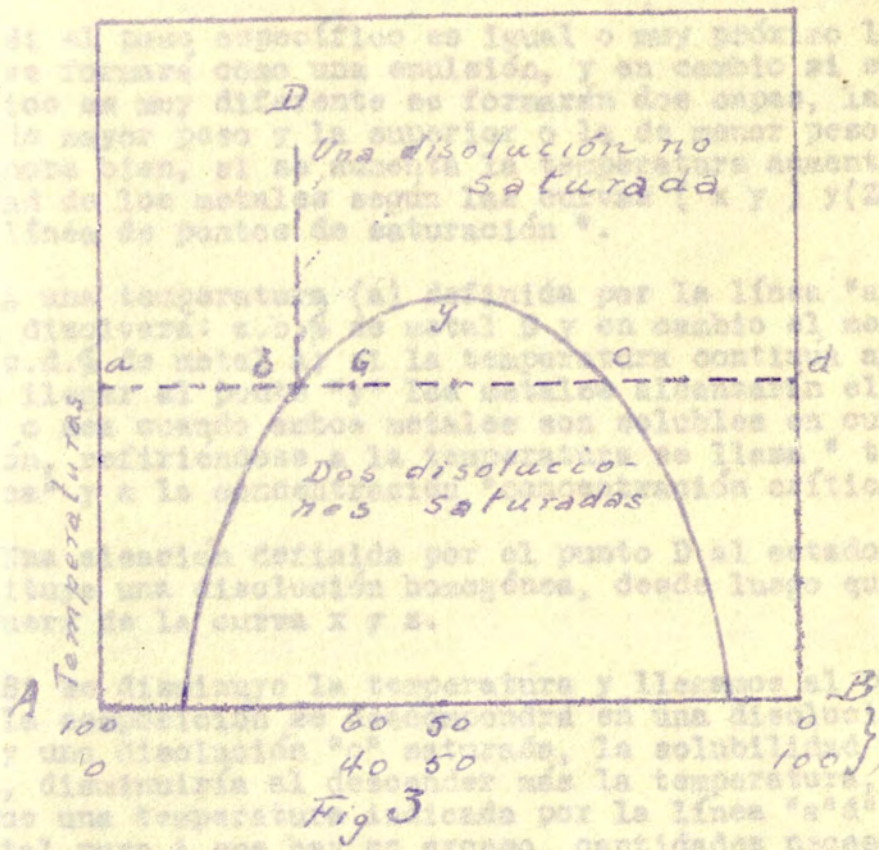

D
Una disolución no saturada
y
a
b
G
c
d
Dos disoluciones saturadas
Temperaturas
A
B
100
60
50
0
0
40
50
100
% en peso

Fig 3

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE COMBINAN Y SON PARCIALMENTE SOLUBLES AL ESTADO LIQUIDO.

Una aleación de este tipo sería semejante al estado líquido al agua y al éter, como la figura número 3 muestra la curva de solubilidad. Para el caso de que ésta aumente al aumentar la temperatura.

Si el punto X representa la cantidad máxima de metal A soluble en B (La edición en español de Hofman dice: metal B soluble en A, pero la edición en inglés dice: la mayor cantidad de A soluble en B) y Z la del metal B en A, a una temperatura dada por la línea A.B., entonces las aleaciones representadas entre A y x serán disoluciones saturadas de B en A y aquellas que estan representadas en B y Z lo serán de disoluciones nó saturadas de A en B y entre los puntos X y Z estarán dos disoluciones saturadas y con una concentración X y Z, es decir, unas disoluciones conjugadas.

Si el peso específico es igual o muy próximo la disolución se formará como una emulsión, y en cambio si el peso específico es muy diferente se formarán dos capas, la inferior o la de mayor peso y la superior o la de menor peso específico. Ahora bien, si se aumenta la temperatura aumenta la solubilidad de los metales según las curvas (x y) y(Z y) ó sea " la línea de puntos de saturación ".

A una temperatura (a) definida por la línea "a" "d" el metal A disolverá: a.b.% de metal B y en cambio el metal B disolverá c.d.% de metal A; si la temperatura continúa ascendiendo hasta llegar al punto "y" los metales alcanzarán el punto "crítico" o sea cuando ambos metales son solubles en cualquier proporción, refiriéndose a la temperatura se llama " temperatura crítica" y a la concentración "concentración crítica"

Una aleación definida por el punto D al estado de fusión, constituye una disolución homogénea, desde luego que se encuentra fuera de la curva x y z.

Si se disminuye la temperatura y llegamos al punto "b" dada la composición se descompondrá en una disolución "b" saturada y una disolución "c" saturada, la solubilidad de A y B mútua, disminuiría al descender más la temperatura, si suponemos que una temperatura indicada por la línea "a"d" se añade al metal puro A que hay en exceso, cantidades necesarias de metal B este se irá disolviendo en el metal A hasta el punto de saturación que será el indicado por el punto "b" de la curva, al continuar agregando metal B entonces habrá lugar a la formación de una disolución saturada de composición "c".

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE COMBINAN Y SON PARCIALMENTE SOLUBLES EN ESTADO LIQUIDO E INSOLUBLES AL ESTADO SOLIDO.

Para este caso de aleaciones el diagrama es una combina-

ALEACIONES BINARIAS QUYOS METALES SE EN CONTRAN Y SON PARCIALMENTE SOLUBLES EN ESTADO LIQUIDO.

Una aleación de este tipo sería semejante al anterior, salvo en que una y el otro, como la fase uniforme y nuevas fases de solidificación. Para el caso de que exista también necesario la temperatura.

Si el punto X representa la cantidad parcial de metal A, soluble en B (la solución en equilibrio de Bodman Grupo: metal B soluble en A, pero la solución en inferior Alpha: la nueva fase: la A soluble en B) y Z la del metal B en A, a una temperatura dada por la línea A.B., mientras las adyacentes representadas entre A y B estan disolviendo entonces de B en A y especial que estan temperaturas en Z y Z la metal de estado sólido de estructura de A en B, entre los puntos A y B existen dos disoluciones saturadas y con una concentración X y Z, se dicen, una disolución conjugada.

Si el punto experimental es igual o muy próximo la disolución, es formará como una unidad, y en cambio si A, punto específico es muy diferente se formarán dos capas. La temperatura la mayor peso y la superior o la de menor peso específico. Ahora bien, si se aumenta la temperatura aumenta la solubilidad de los metales según las curvas (X Y) X(Z Y) o sea la línea de punto de saturación ".

A una temperatura (a) definida por la línea "a" en el metal A disuelve: a.b.% de metal B y en cambio el metal B disuelve a.d.% de metal A; si la temperatura continúa aumentando hasta llegar al punto "y" los metales alcanzarán el punto "critico" o sea cuando ambos metales son solubles en cualquier proporción, refiriéndose a la temperatura en llama " temperatura crítica" y a la concentración "concentración crítica"

Una aleación definida por el punto Y al estado de fusión constituye una disolución homogénea, desde luego que se encuentra fuera de la curva X Y Z.

Si se disminuye la temperatura y llegamos al punto "a" dentro la composición se descomporá en una disolución "y" saturada y una disolución "c" saturada, la solubilidad de A y B mutua, disminuirá al descender más la temperatura, al alcanzar que una temperatura indicada por la línea "c" se añade al metal para A que hay en exceso, cristalizará precisamente de metal B este se ha disuelto en el metal A desde el punto de saturación que será el indicado por el punto "m" de la curva, al continuar enfriando metal Z encontrará hacia llegar a la formación de una disolución saturada de composición "o".

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE CONTRAEN Y SON PARCIALMENTE SOLUBLES EN ESTADO LIQUIDO E INSOLUBLES AL ESTADO SOLIDO.

Para este caso de aleaciones el diagrama es una combina-

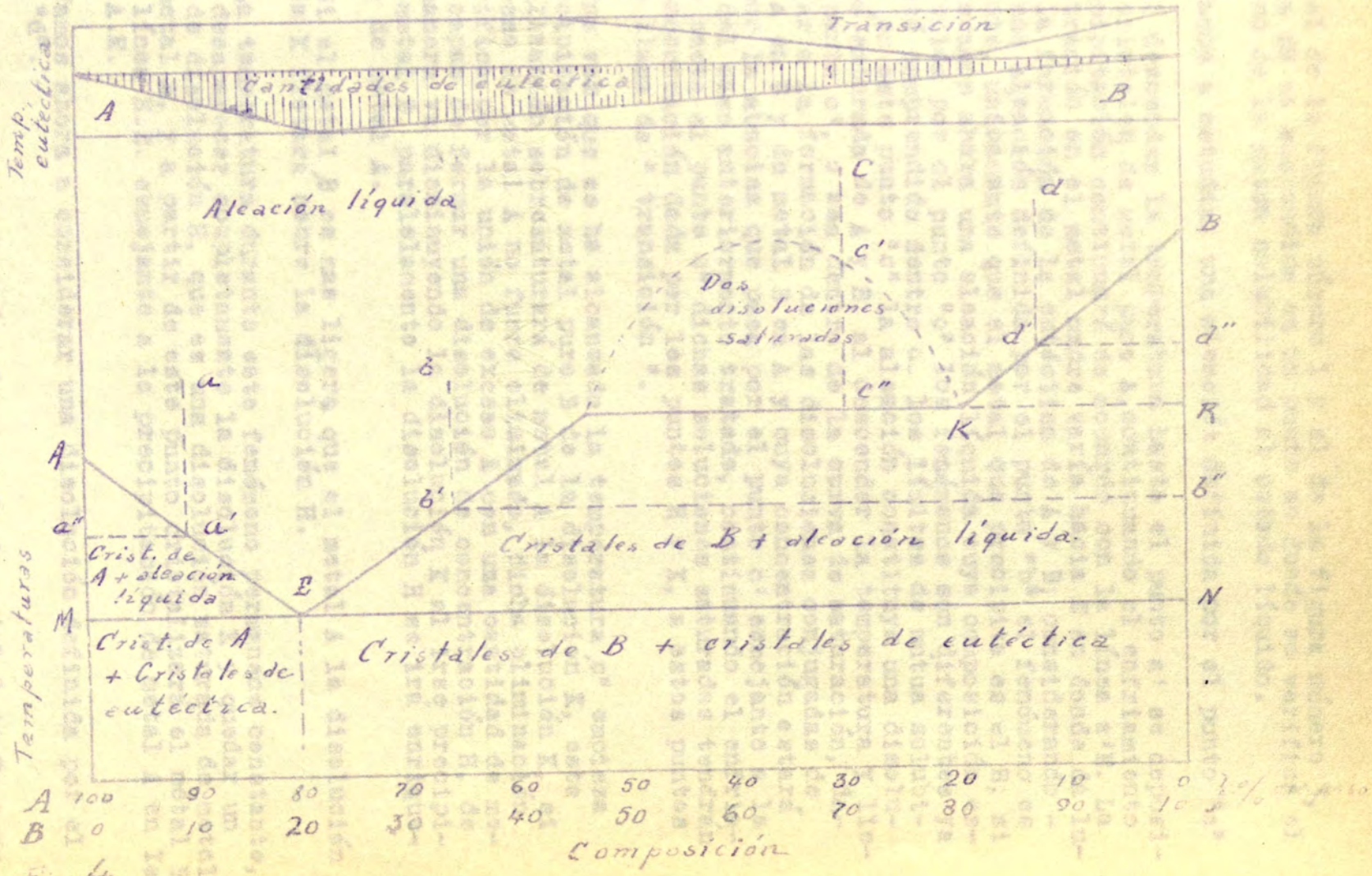

Transición
Cantidades de eutéctica
Temp. eutéctica
A
B
Aleación líquida
C
d
c'
Dos disoluciones saturadas
d'
d''
c''
K
R
a
b
A
b'
b''
a''
a'
Crist. de A + aleación líquida
Cristales de B + aleación líquida
E
N
M
Crist. de A + Cristales de eutéctica.
Cristales de B + cristales de eutéctica
Temperaturas
A 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
B 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
% en peso
Composición

Fig. 4

ción del de la figura número 1 y el de la figura número 3, la rama EB es suspendida en un punto en donde se verifica el fenómeno de la mútua solubilidad al estado líquido.

Vamos a estudiar una aleación definida por el punto "a"

Al descender la temperatura hasta el punto a' se depositarán cristales de metal puro A, continuando el enfriamiento la precipitación continuará de acuerdo con la línea a'E. La concentración en el metal madre varía hacia E en donde dá lugar a la formación de la eutéctica de A y B; considerando - ahora una aleación definida por el punto "b" el fenómeno es semejante, unicamente que el metal que precipita es el B; si consideramos ahora una aleación líquida cuya composición esté definida por el punto "c" los fenómenos son diferentes ya que está comprendido dentro de los límites de mútua solubilidad, en este punto "c" la aleación constituye una disolución nó saturada de A y B, al descender la temperatura y llegar alpunto c', o sea dentro de la curva de saturación, dará lugar a la formación de las disoluciones conjugadas de metal A en B y de metal B en A y cuya concentración estará dada por la abscisa que pasa por el punto c' semejante a la "a"d" del caso anteriormente tratado, continuando el enfriamiento hasta el punto c" dichas soluciones saturadas tendrán una concentración dada por los puntos H y K, a estos puntos se les llama de " transición ".

Una vez que se ha alcanzado la temperatura c" empieza la precipitación de metal puro B de la disolución K, esta cristalización sobresaturará de metal A la disolución K, si el exceso de metal A no fuere eliminado, dicha eliminación se verifica por la unión de exceso A con una cantidad de metal B capaz de formar una disolución de concentración H, de esta manera va disminuyendo la disolución K al irse precipitando metal B, paralelamente la disolución H se irá enriqueciendo de metal A.

Si el metal B es mas ligero que el metal A la disolución líquida K flotará sobre la disolución H.

La temperatura durante este fenómeno permanece constante, hasta desaparecer completamente la disolución K y quedar un resto de disolución H, que es una disolución saturada de metal B en metal A, y a partir de este punto cristalizará el metal B en la línea H.E. semejante a la precipitación de metal A en la línea A.E.

Vamos ahora a considerar una disolución definida por el punto "d".

Esta es una disolución nó saturada de metal A en B, empezando el enfriamiento se llegará al punto de concentración d' y temperatura d". El metal B en exceso empezará a cristalizar

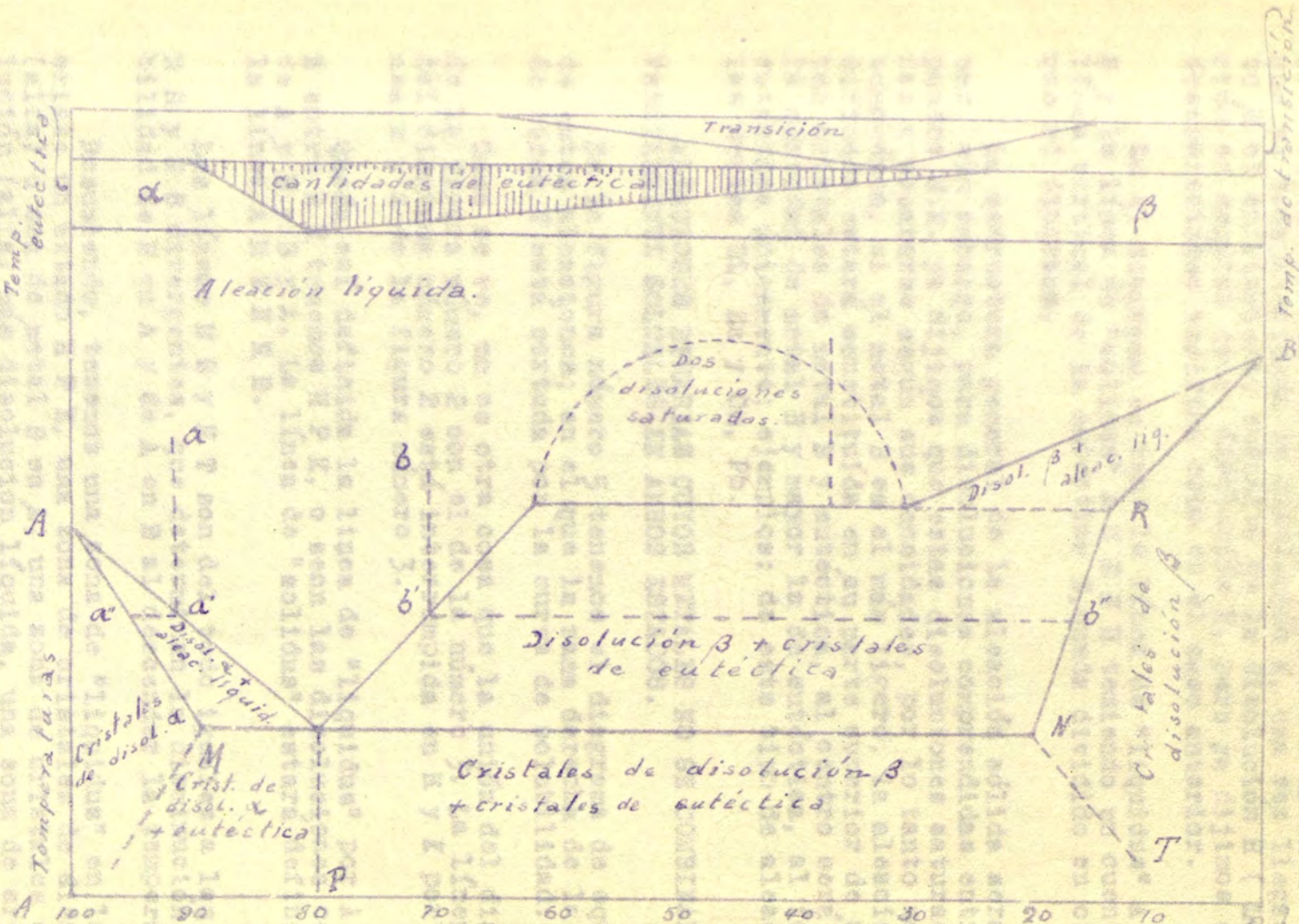

Transición
Cantidades de eutéctica
α
β
Temp. eutéctica
Temp. de transición
Aleación líquida.
Dos disoluciones saturadas.
Disol. β + aleac. líq.
Disol. α + aleac. líquida
Disolución β + cristales de eutéctica
Cristales de disol. α
Cristales de disolución β + cristales de eutéctica
Cristales de disolución β
Cristales de disol. α + eutéctica
Temperaturas
A
B
a
a'
a''
b
b'
b''
M
N
P
R
T
A 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
B 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
% en peso

Fig. 5

y al mismo tiempo la disolución o metal madre se irá enriqueciendo de metal A, hasta alcanzar una concentración tal que queda convertida en disolución K, es decir, el punto de transición, continuando el enfriamiento irá alcanzando poco a poco la disolución definida por el punto H al mismo tiempo que va desapareciendo la disolución K, una vez llegada al punto H el enfriamiento sucesivo de la disolución H (La edición en español dice: disolución K, pero ya dijimos que esta desapareció)se verifica como en el caso anterior.

En el diagrama se ven: la línea de "liquidus" A E H K B y la línea de "solidus" A M E N B teniendo en cuenta la línea vertical de la eutéctica E,queda dividido en cinco zonas el diagrama.

La estructura general de la aleación sólida será laminar, sin embargo, para disoluciones comprendidas entre los puntos H.K. ya dijimos que estas disoluciones saturadas tienden a separarse según sus densidades, por lo tanto no será homogénea, si el metal B es el más ligero, la aleación solidificada estará constituída en su parte superior de abundantes cristales de metal B y eutéctica, al centro será menor la cantidad de metal B y mayor la de eutéctica, al fondo la eutéctica únicamente; ejemplos: de este tipo de aleaciones son las series Bi, Zn y Cu, Pb.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE COMBINAN Y SON PARCIALMENTE SOLUBLES EN AMBOS ESTADOS.

En la figura número 5 tenemos el diagrama de equilibrio de estas aleaciones; en el que la rama derecha de la curva de forma V está cortada por la curva de solubilidad.

Como se ve, no es otra cosa que la unión del diagrama de la figura número 2 con el de la número 3. La línea E.B. del diagrama número 2 está interrumpida en H y K por la línea x y z de la figura número 3.

Queda así definida la linea de "liquidus" por A E H K B entre H K tenemos H P K, o sean las disoluciones conjugadas de A y B y B y A. La línea de "solidus" estará definida por la línea A M E N R B.

Las líneas M S y N T son del todo iguales a las líneas M R y N S divergentes, que determinan la disminución de solubilidad de B en A y de A en B al descender la temperatura.

Resumiendo, tenemos una zona de "liquidus" en la cual existe un estado H P K, una zona de cristales de disolución (alfa) o sea de metal B en A, una zona de cristales de disolución (alfa) más disolución líquida, una zona de cristales de disolución (alfa) más eutéctica, la línea de eutéctica E P, lo anterior está a la izquierda de la línea de eutéctica, excepto lo que se refiere a la zona de "liquidus", a la derecha

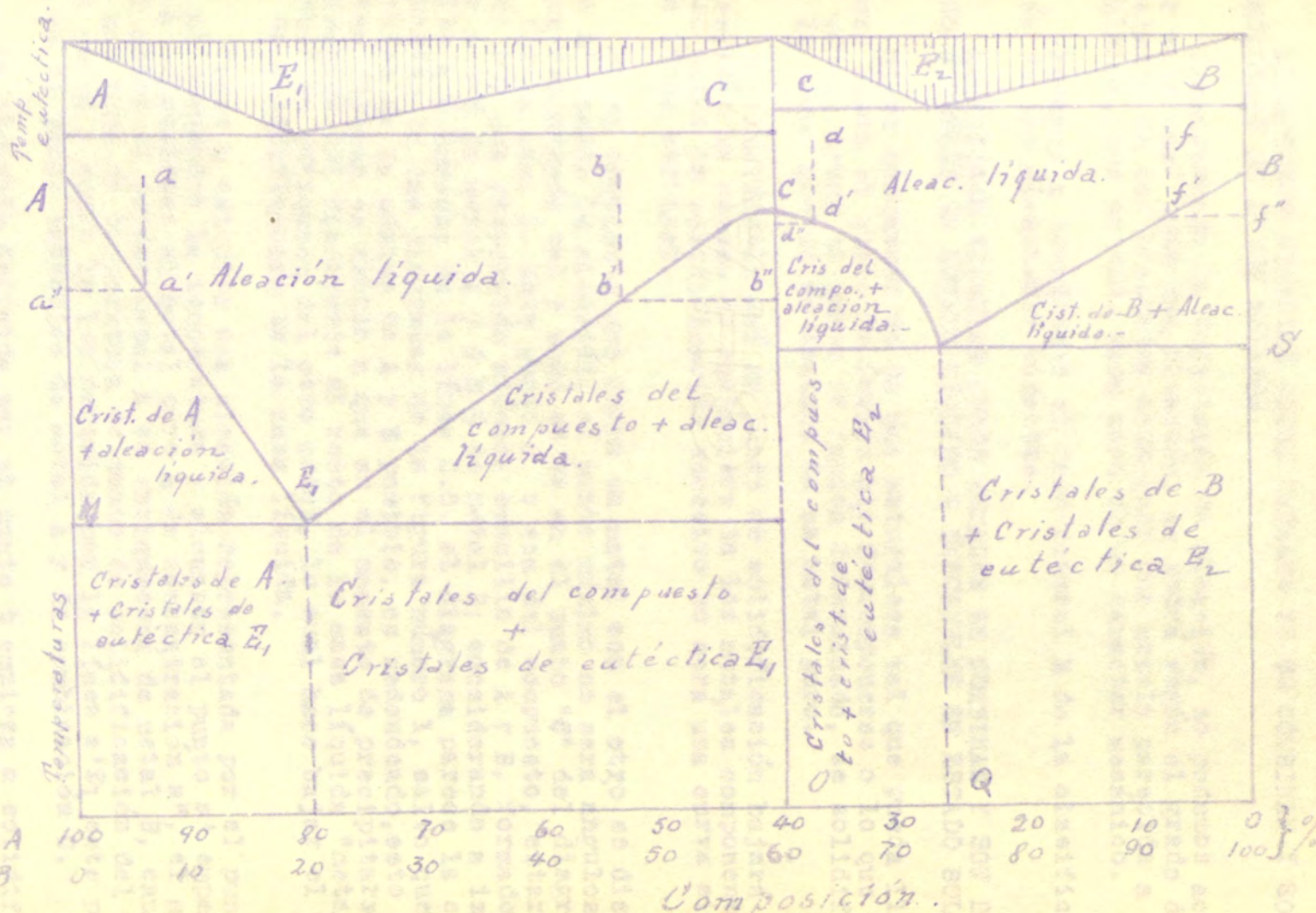

Temp. eutéctica.
A
E1
C
c
E2
B
d
f
a
b
C
d'
Aleac. líquida.
f'
B
A
f''
a''
a' Aleación líquida.
b'
b''
d''
Cris del compo. + aleación líquida.-
Cist. de B + Aleac. líquida.-
S
Crist. de A + aleación líquida.
Cristales del compuesto + aleac. líquida.
E1
M
Cristales del compuesto + Cristales de eutéctica E2
Cristales de B + Cristales de eutéctica E2
Cristales de A + Cristales de eutéctica E1
Cristales del compuesto + Cristales de eutéctica E1
Temperaturas
O
Q
A 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
B 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
% en peso
Composición.

Fig. 6.

de la línea E P se encuentran: disolución (beta) mas aleación líquida, cristales de disolución (beta) y cristales de disolución (beta) mas cristales de eutéctica.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES NO SE COMBINAN Y SON INSOLUBLES EN AMBOS ESTADOS.

Considerando la definición de aleación, no podemos aceptar este caso como una aleación, se podrá según el grado de división de los cristales conseguir una mezcla parecida a una emulsión, que en todo caso será de un caracter mecánico.

Pasamos a considerar el caso general B de la clasificación de las aleaciones binarias.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES SE COMBINAN Y SON DEL TODO SOLUBLES EN ESTADO LIQUIDO E INSOLUBLES EN ESTADO SOLIDO.

Si el compuesto es de una naturaleza tal que pueda llevarse hasta el punto de fusión sin descomponerse o lo que es lo mismo, tenga un punto de fusión determinado, se solidificará lo mismo que si se tratara de un metal puro.

Considerándolo así su punto de solidificación bajará al agregarle un exceso de cualquiera de los metales componentes y su punto de solidificación sucesivo no será una curva sino una línea vertical.

Si el compuesto que forma un metal con el otro se disocia al fundir la aleación, el punto máximo no será anguloso sino redondeado tal y como se ve en el punto "C" del diagrama figura núm. 6. Este punto C, o sea del compuesto, estará dado por una proporción atómica sencilla de A y B, formado por A O % de metal A y O B % de metal B; considerando a izquierda y derecha de la línea C.O. el diagrama parece la combinación de dos diagramas de la figura número 1, salvo que el vértice de la máxima de A y B posible, es redondeado, esto ya antes dijimos es debido a que en el momento de precipitarse cristales del disolvente el resto de la masa líquida "metal madre" se enriquece del otro metal, lo cual hace bajar el punto de solidificación de la masa líquida.

Vamos a estudiar una aleación representada por el punto A. Al descender la temperatura y alcanzar el punto a' empezará a cristalizar el metal puro A de concentración a", el metal madre al perder metal A se enriquecerá de metal B, causa de una baja de temperatura de punto de solidificación del metal madre y según la ley definida por la línea a'E_1 este punto E_1 es el punto eutéctico de metal A y de combinación C.

La aleación definida por el punto b empieza a solidificarse en el punto b' y cuya concentración está dada por el punb" pero este cae en la línea del compuesto C y así conforme va descendiendo la temperatura, el punto de solidificación del

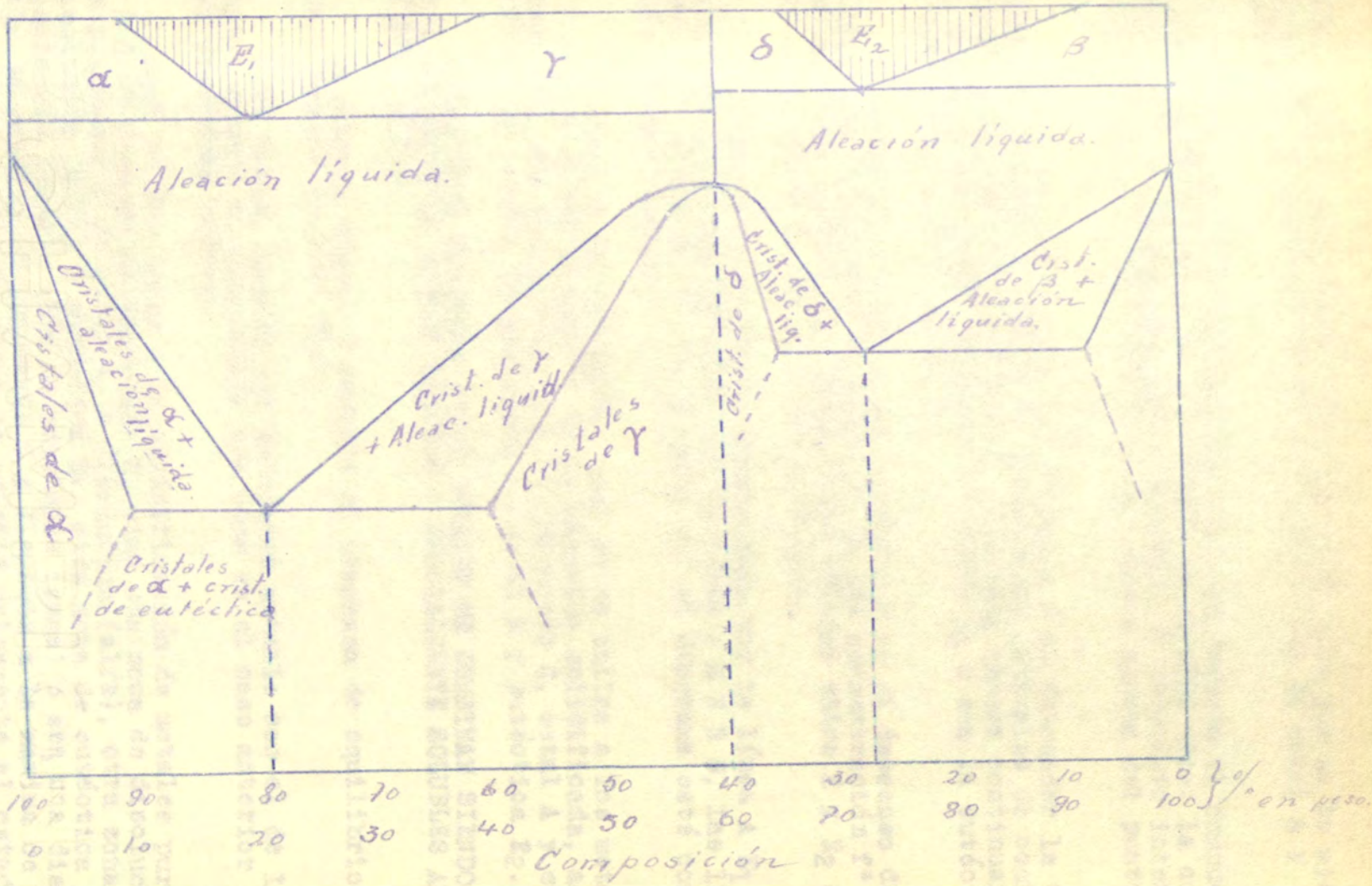

α
E1
γ
δ
E2
β
Aleación líquida.
Aleación líquida.
Cristales de α + aleación líquida.
Cristales de α
Cristales de α + crist. de eutéctica
Crist. de γ + Aleac. líquida
Cristales de γ
Crist. de δ
Crist. de δ + Aleac. líq.
Crist. de β + Aleación líquida.
A 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
B 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
% en peso.
Composición

Fig. 7

metal líquido irá descendiendo hasta E_1 o lo que es lo mismo, al punto donde se verifica la eutéctica de metal A y compuesto C.

La aleación de composición O que representa el compuesto intermetálico Ax, By, (el texto en español dice: la concentración de la abscisa A O representa el compuesto intermetálico Ax, By) solidificará sin cambio alguno del punto C.

La aleación definida por el punto d al descender la temperatura llegará al punto d' depositando cristales de composición d" o sea de compuesto C, y de esta manera continuará el enfriamiento hasta alcanzar el punto E_2 o sea la eutéctica de compuesto C y de metal B.

La aleación definida por el punto F en el descenso de temperatura alcanzará el punto f' de una concentración f" o sea de metal puro B. Las aleaciones sólidas entre B y E_2 estarán compuestas de metal B más eutéctica.

La línea de "liquidus" estará dada por la línea A E_1 C E_2 B y la línea de"solidus" por la línea A M N R S, las líneas verticales E_1 P y E_2 Q hacen que el diagrama esté constituído de 10 zonas.

La línea C de compuesto, como se ve obliga a los metales A y B a no poder coexistir en la aleación solidificada, así tendremos dos aleaciones, una de compuesto C, metal A y eutéctica E_1 y otra de compuesto C, metal B y eutéctica E_2.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES SE COMBINAN SIENDO DEL TODO SOLUBLES AL ESTADO LIQUIDO Y PARCIALMENTE SOLUBLES AL ESTADO SOLIDO.

La figura número 7 muestra el diagrama de equilibrio de una aleación de este tipo.

Como vemos, guarda una semejanza notable con el de la figura número 2, únicamente que como en el caso anterior son dos diagramas juntos.

Aquí no hay lugar a la solidificación de metales puros A y B ni tampoco de compuesto C, sino una zona de disolución de compuesto C en metal A, o disolución (alfa), otra zona de disolución (alfa) y eutéctica E_1, otra zona de eutéctica y disolución (gama), otra de cristales (gama) o sea una disolución de metal A en compuesto C y llegamos a la máxima de formación de compuesto C, capaz de existir únicamente al estado - "liquidus", después tenemos una zona formada por cristales de disolución (delta) o sea de compuesto C en metal B, otra zona de disolución (delta) y eutéctica E_2, pasamos a otra zona de cristales de disolución (beta) o sea de metal B en compuesto C, más eutéctica E_2 y otra zona de cristales de disolución

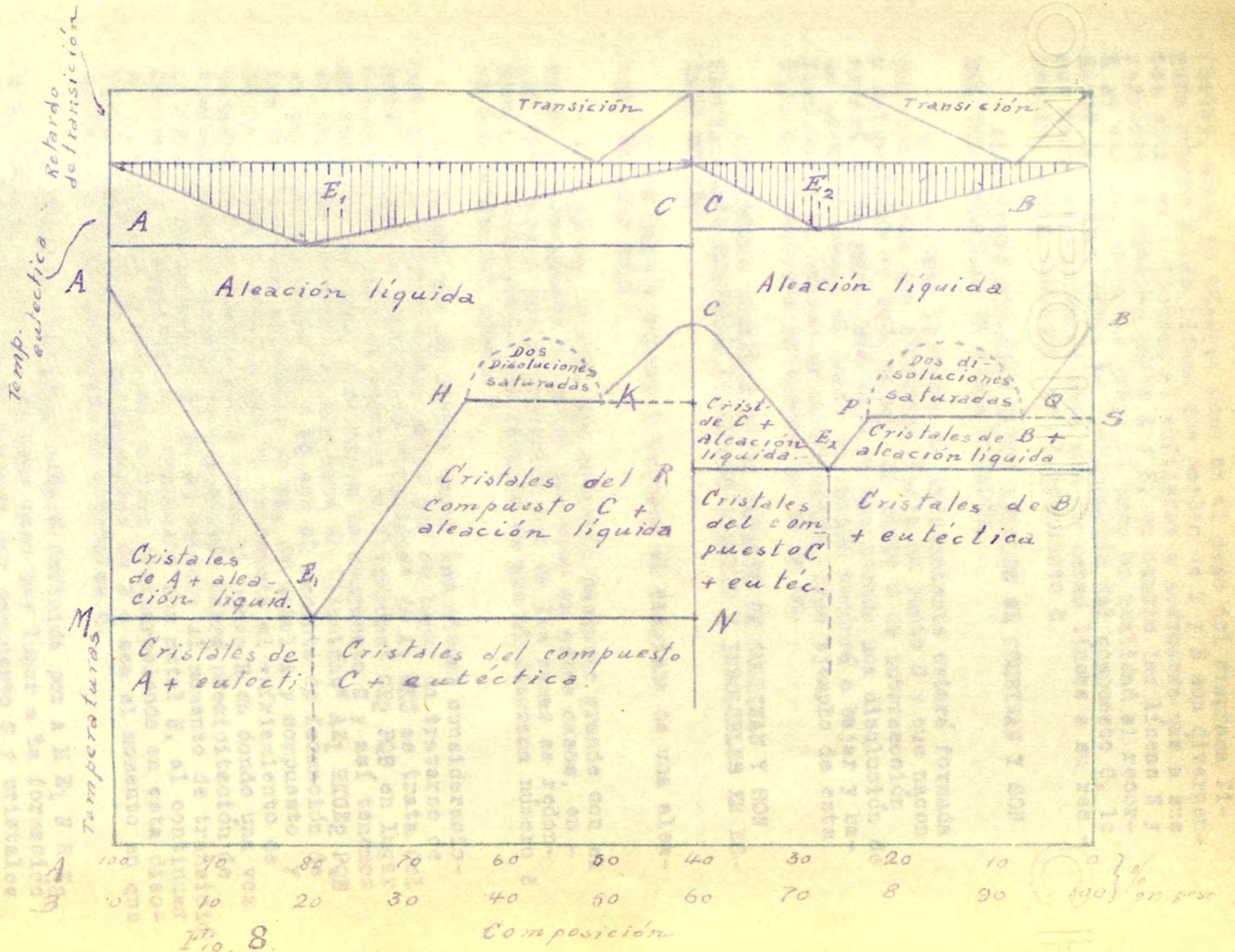

Retardo de transición
Temp. eutéctica
Transición
Transición
A
E_1
C
C
E_2
B
A
Aleación líquida
Aleación líquida
C
B
Dos disoluciones saturadas
Dos disoluciones saturadas
H
K
P
Q
S
Crist. de C + aleación líquida.
E_2
Cristales de B + aleación líquida
Cristales del R compuesto C + aleación líquida
Cristales del compuesto C + eutéc.
Cristales de B + eutéctica
Cristales de A + aleación liquid.
E_1
M
N
Temperaturas
Cristales de A + eutecti
Cristales del compuesto C + eutéctica.
A 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
B 0 10 20 30 40 50 60 70 8 90 100
% en peso
Composición

Fig. 8.

(beta), aquí se observa como en el caso del diagrama figura número 2 las líneas que parten de M y S son divergentes entre sí y tienden al enfriarse a acercarse más a sus respectivos metales puros A y B, en cambio las líneas N y R se ven convergentes entre sí pero en realidad si recordamos que estan sobre la continuación del compuesto C, lo que hacen es acercarse cada una de estas líneas a su respectivo metal contenido en el compuesto C.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES SE COMBINAN Y SON DEL TODO SOLUBLES EN AMBOS ESTADOS.

En este caso la curva de enfriamiento estará formada por dos curvas que convergen hacia un punto C y que nacen a ambos lados de cada metal. El punto C de intersección estará en la parte más baja ya que siendo una disolución de un metal en otro, el punto de fusión tenderá a bajar y bajará hasta el máximo de combinación, como ejemplo de este tipo de aleaciones citaremos la de Mg Cd.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES SE COMBINAN Y SON PARCIALMENTE SOLUBLES EN ESTADO LIQUIDO E INSOLUBLES EN ESTADO SOLIDO.

En la figura número 8 tenemos el diagrama de una aleación de este tipo.

Como se ve, guarda una conexión bastante grande con el de la figura número 4, salvo que como en estos casos, en que hay lugar a una combinación una de las ramas es redondeada, la diferencia más notable es que el diagrama número 8 es uno doble del número 4.

Así vemos que se pueden hacer las mismas consideraciones que para aquel caso, salvo que en lugar de tratarse de metal B para la porción de "liquidus" de A_1 HKC se trata del compuesto C y para la porción de "liquidus" CE_2 PQB en lugar de tratarse de metal A se trata de compuesto C y así tenemos el diagrama dividido en una zona de "liquidus" AE_1 HKCE_2 PQB en que las porciones HK y PQ son el momento de formación de las disoluciones saturadas en HK, de metal A y compuesto y de compuesto y metal A con la tendencia al enfriamiento de desaparecer la disolución K hasta el punto H en donde una vez desaparecido el estado de transición habrá precipitación de cristales de compuesto C. En PQ tenemos el momento de transición de metal B y compuesto C y compuesto con metal B, al continuar el enfriamiento Q irá poco a poco desapareciendo en esta disolución dando lugar a la formación de P o sea el momento en que empieza la solidificación de cristales B.

La línea de "solidus" estará definida por A M E_1 N R E_2 S B. Tambien se ve que en este caso hay lugar a la formación de dos eutécticas, la E_1 formada por compuesto C y cristales de metal A y la E_2 formada por compuesto C y cristales de me-

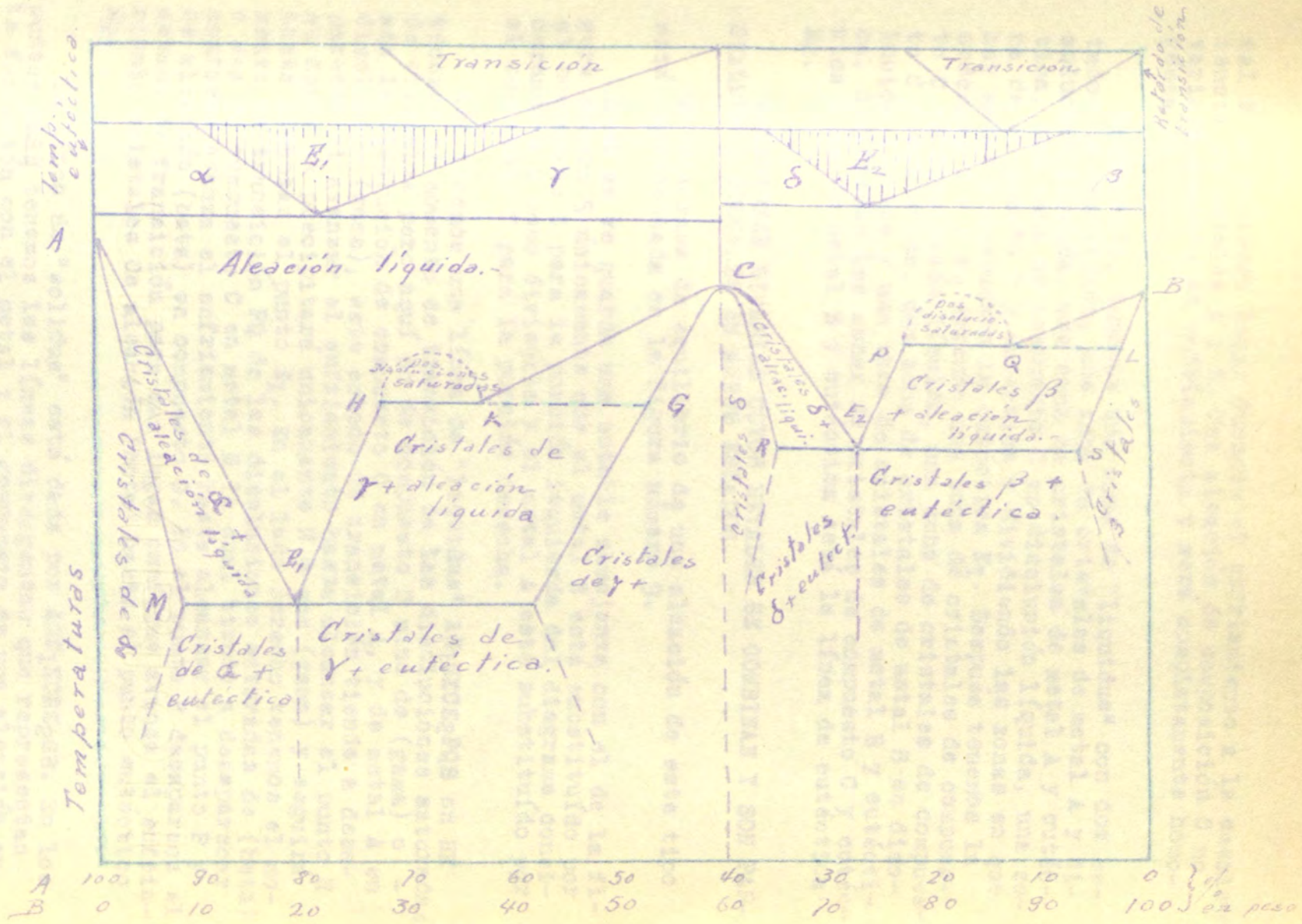

Temp. eutéctica
Transición
Transición
Hasta de transición
α
E1
γ
δ
E2
β
A
Aleación líquida.-
C
B
Dos soluciones saturadas
Dos disoluciones saturadas
H
K
G
P
Q
L
Cristales de γ + aleación líquida
Cristales β + aleación líquida.-
Cristales β + eutéctica.
Cristales de α + aleación líquida
Cristales de α
Cristales de γ +
Cristales δ + aleac. líquida
Cristales δ + eutect.
Cristales β
E1
E2
R
S
M
Cristales de α + eutéctica
Cristales de γ + eutéctica.
Temperaturas
A 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10 0
B 0 10 20 30 40 50 60 70 80 90 100
% en peso

Fig. 9.

tal B no habiendo lugar durante el enfriamiento a la coexistencia de metales A y B. Una aleación de composición C no variará durante el enfriamiento y será completamente homogénea .

Resumiendo, tenemos una zona de "liquidus" con dos estados de transición, una zona de cristales de metal A y disolución líquida, una zona de cristales de metal A y eutéctica, una zona de compuesto C en disolución líquida, una zona de compuesto C y eutéctica y dividiendo las zonas en que hay metal y compuesto la eutéctica E_1. Después tenemos la ordenada C y a su derecha una zona de cristales de compuesto C en disolución líquida, una zona de cristales de compuesto C y eutéctica, una zona de cristales de metal B en disolución líquida y una zona de cristales de metal B y eutéctica, dividiendo las zonas de cristales de compuesto C y eutéctica y la de metal B y eutéctica está la línea de eutéctica E_2.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES SE COMBINAN Y SON PARCIALMENTE SOLUBLES EN AMBOS ESTADOS.

El diagrama de equilibrio de una aleación de este tipo está representada en la figura número 9.

Como se ve guarda una notable semejanza con el de la figura número 5 únicamente que el metal B está substituído por el compuesto C para la porción izquierda del diagrama considerando a C como divisoria y el metal A está substituído por el compuesto C para la porción derecha.

Así tenemos una línea de "liquidus" AE_1HKCE_2PQB en HK tenemos el momento de transición de las disoluciones saturadas de cristales pero aquí no de compuesto C sino de (gama) o sea la disolución de compuesto C en metal A, y de metal A en disolución (gama), este estado de transición tiende a desaparecer al avanzar el enfriamiento hasta alcanzar el punto H en donde ya precipitará únicamente H o sea (gama) y seguirá hasta alcanzar el punto E_1. En el lado derecho tenemos el momento de transición PQ de las disoluciones saturadas de (beta) o sea de compuesto C en metal B la cual tiende a desaparecer conforme avanza el enfriamiento hasta alcanzar el punto P y de aleación (beta) en compuesto C. En el punto P desaparece el estado de transición para dar lugar conforme avanza el enfriamiento cristales de aleación (beta) hasta el punto eutéctico E_2.

La línea de "solidus" está dada por AME_1NCRE_2SB. En los puntos MNRS tenemos las líneas divergentes que representan la formación con el metal y el compuesto de una aleación en que son parcialmente solubles siendo en M compuesto C en metal A o disolución (alfa) en N metal A en compuesto C o sea disolución (gama) en R metal B en compuesto C o sea disolución (delta

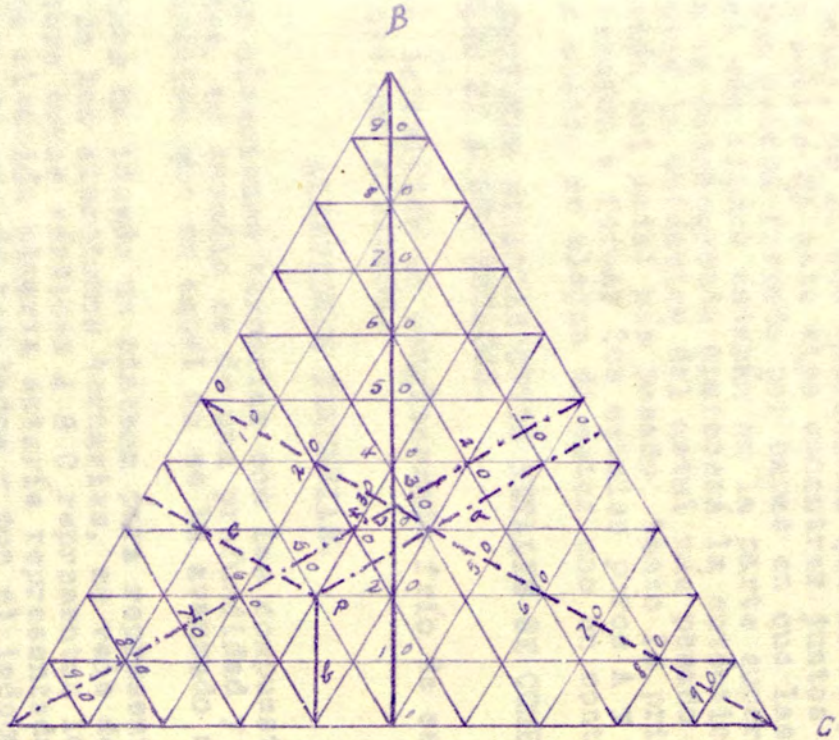
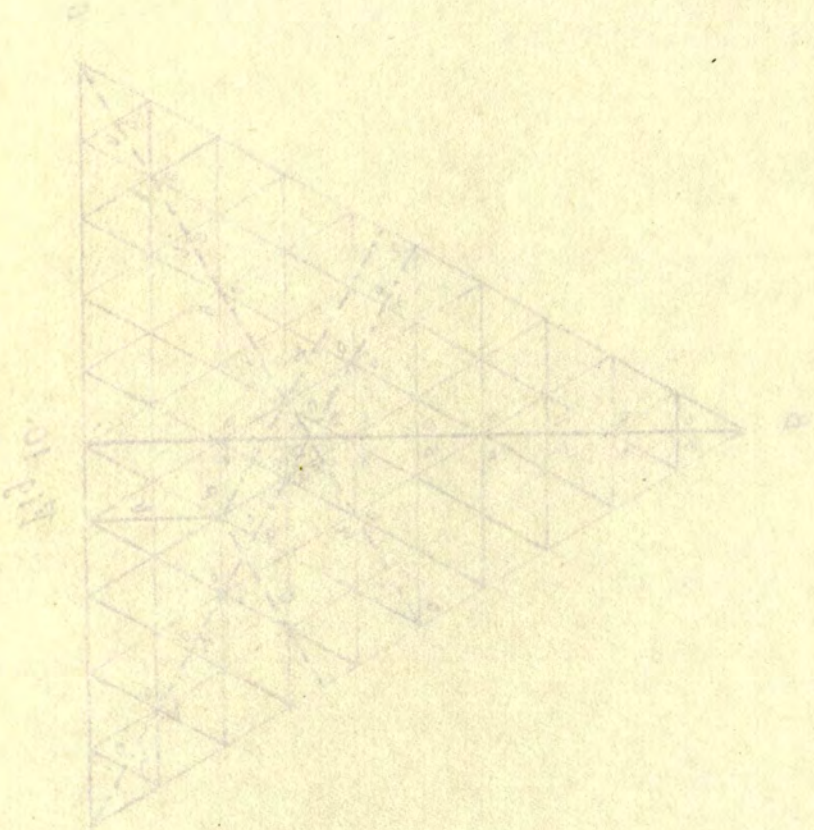


Fig 10.



y en S compuesto C en metal B o sea disolución (beta), en E_1 y E_2 tenemos el nacimiento de las verticales que representan la formación de una eutéctica de cristales de (alfa) y (gama) y en la otra de cristales de (delta) y(beta) quedando por lo tanto dividido por las siguientes zonas: arriba la zona de"liquidus" ya descrita, una zona de cristales de disolución (alfa) otra zona de cristales (alfa) más eutéctica E_1,la línea eutéctica E_1, una zona de eutéctica E_1 más cristales de (gama) una zona de cristales de (gama) una zona de cristales de (delta) una zona de cristales de (delta) más eutéctica E2, la línea de eutéctica E_2, una zona de cristales de (beta) más eutéctica E_2 y una zona de cristales (beta), de lo que concluímos que no es posible en una aleación sólida de este tipo encontrar juntos a los metales A y B, que estará formada por capas en que las aleaciones del metal más ligero estarán en la parte superior y a medida que éste va disminuyendo aparecerá la eutéctica de menor peso, seguirá la eutéctica del metal más pesado y por último la aleación del metal más pesado; tanto la primera como la última tienden a formar los metales puros A y B por lo tanto se ve cuánto se alejan de estar uno en contacto del otro.

ALEACIONES BINARIAS CUYOS METALES SE COMBINAN Y SON INSOLUBLES EN AMBOS ESTADOS.

Por definición un conglomerado frío de esta especie no constituye una aleación.

ALEACIONES TERNARIAS.

Las aleaciones ternarias son las compuestas por tres elementos, su estudio es de una profundidad y sus fenómenos tan complejos que en aquel no se ha avanzado mucho.

Gibbs ha ideado un sistema para representar la constitución de las aleaciones ternarias, se vale de un triángulo equilátero cuyos vértices A B C representan los metales puros, una aleación binaria estaría representada en un punto cualquiera de uno de los lados y con el lado con el cual forma un vértice. Si consideramos un punto dentro del triángulo tendremos una representación de una aleación ternaria - cuya composición se conseguirá determinando la distancia mínima del punto considerado a cada una de las caras. La suma de las tres rectas que dan estas distancias es igual a la altura del triángulo, dividiendo esta altura en 100 partes - iguales las distancias mínimas a las caras darán por cientos de cada metal en la aleación.

Los puntos de solidificación de esta clase de aleaciones quedarían fuera del plano por ser perpendiculares al punto considerado, por lo tanto para representar lo que en las aleaciones binarias es la curva de solidificación, en las -

aleaciones ternarias tendríamos que valernos de una figura de tres dimensiones.

PREPARACION DE LAS ALEACIONES.

Casi siempre se preparan por fusión, solamente en los casos excepcionales (Amalgamación) se utilizan otros procedimientos.

Cuando se emplea el método de fusión, por regla general se funde primero el metal de punto de fusión más alto y después el más fusible, al agregar este es conveniente haberlo calentado previamente, para evitar un enfriamiento brusco en el primer metal, no se procede así cuando uno de los metales es volátil, entonces se cargan juntos y el mas fusible disuelve al otro, si el producto es oxidable, entonces se agrega carbón con el fin de reducir al óxido formado, en algunas ocasiones pero teniendo sumo cuidado que el metal que se agrega o el producto de oxidación se combine o mezcle con la aleación, se utilizan metales como el aluminio, manganeso, magnesio, etc.

Para obtener una buena aleación debe ser ésta lo más homogénea posible, cuando hay metales que no forman una aleación facilmente misible, la fusión debe ser mas dilatada y hay que agitar frecuentemente, si en la primera fusión no se consigue el grado de uniformidad necesario habrá que fundir nuevamente, como sucede a veces, cuando hay mucha diferencia entre los puntos de solidificación entre la eutéctica y los metales que integran la aleación, hay una separación muy notable entre los componentes de toda la aleación, este fenómeno tiene el nombre de "liquación".

PROPIEDADES GENERALES DE LOS METALES.

Los metales tienen sus propiedades físicas y químicas definidas para cada uno de ellos, las propiedades físicas son las que nos interesan por ahora.

PESO ESPECIFICO.- Este varía desde el Litio más ligero que el agua, hasta el Osmio, igual a 22,5. El ideal sería conseguir para algunos casos un metal ligero con una dureza muy grande, lo mas aproximado a esto lo da el aluminio.

BRILLO.- Los metales tienen la propiedad de reflejar muy bien la luz y a este brillo que se le dá el nombre de metálico, aumenta cuando se bruñe su superficie, pero para los metales que son facilmente oxidables este brillo desaparece.

COLOR.- El color es una propiedad que se aprovecha en la

industria, así por ejemplo el oro tiene un hermoso color característico, pero su dureza no permite usarlo completamente puro, entonces hay que alearlo con un metal que no le haga perder mucho su color o bien le dé otros matices a cambio de impartirle más dureza.

CRISTALIZACION.- Todos los metales fundidos, al enfriarse adoptan formas geométricas determinadas, como ésta se efectúa de un modo regular, la fractura de un metal cristalizado se efectuará en determinados planos y nó en forma irregular, al igual que las sales el metal sigue las mismas leyes, así cuanto más lento e ininterrumpido sea el enfriamiento tanto más perfecta será la cristalización, y tambien algunos son capaces, al variar la temperatura de adoptar nuevas formas cristalinas.

ESTRUCTURA.- La estructura se estudia en el estado interno de un metal y depende de su estructura de cómo se rompe el metal, es indudable que ésta se efectuará en los puntos de mínima resistencia, la rotura varía de forma para diversos casos, así puede ser: fibrosa, astillosa, laminar, granular, concoidal, etc. y varía no sólo para el metal sino tambien por el tratamiento térmico que haya recibido. El estudio de la estructura de los metales y aleaciones es una rama muy importante y de campo muy vasto, de la metalografía.

DUREZA.- No podemos definir exactamente qué es la dureza si no especificamos a qué clase de fuerza va a oponerse el metal, aquí cabe en el estudio la resistencia que opondría un metal para ser rayado, la que opondría a la penetración, la que opondría a su deformación o rigidez elástica, la que opondría a la cortadura y la que opondría al alargamiento por tracción.

DUREZA AL RAYADO.- Tendrá como términodde comparación la escala de dureza de Mohs, pero esta presenta límites muy amplios y algunos autores presentan escalas que den durezas intermedias entre cada término de la escala de Mohs.

Hay diversos aparatos para hacer mediciones comparativas de la dureza al rayado.

DUREZA A LA PENETRACION.- Este es otro método comparativo; Brinell adopta el siguiente sistema: aplica con presión una bolita de acero de diez milímetros de diámetro y mide la profundidad de la huella en la superficie lisa del metal ensayado y obtiene el coeficiente de dureza, dividiendo la presión aplicada (3,000 kilogramos para fierro y acero, 500 kilogramos para metales blandos) por el área de cavidad esférica resultante, expresada en milímetros.

DUREZA ELASTICA.- Tambien se llama "por rebote", en virtud del medio establecido para determinarla. Uno de los aparatos ideados consiste en esencia, en un tubo de vidrio de diámetro exterior de poco más de un centímetro, e interior de poco menos de un centímetro, de una altura de 28 centímetros y graduado en 140 divisiones, en el interior existe un émbolo ajustado pero sin rozamiento y de un peso aproximado de dos gramos y medio, termina en una punta redondeada, de diamante, por arriba queda cerrado por una pera de goma que comunica con otra pera mediante un tubo flexible, todo el sistema descansa sobre unos pies con tornillo para nivelarlo, el tubo es levantable para poder poner abajo el metal que se está probando.

La primera pera sirve para hacer el vacío en el tubo y conseguir levantar el émbolo, el cual queda aprisionado en la parte superior, oprimiendo después la otra pera, permite al émbolo quedar en libertad y caer sobre el metal que se ensaya, se abre una valvulita para que entre aire, el émbolo choca y sube a una altura determinada, se ve hasta donde mas o menos llega, se ajusta ahí una lupa y un índice, se repite el experimento y se anota la altura exacta, entre más duro sea un metal, tanto más alto subirá el émbolo.

DUREZA AL CORTE.- Uno de los métodos para hacer esta medición se basa, en el tiempo que tarda una barrena de un peso dado en perforar una lámina de metal de determinado espesor, el aparato consiste, en esencia, en una broca de 10 milímetros, de acero, que da 200 vueltas por minuto, la punta está hacia arriba, la planchita para prueba está sujeta a una presión sobre la broca, de 68 kilogramos, de esta manera un metal blando bajará mientras que uno duro permanecerá sin descender, o descenderá muy poco, naturalmente que para aceros se usará una broca con punta de diamante.

DUREZA A LA DEFORMACION POR TRACCION.- Esta dureza es inversa de la elasticidad, así mientras mayor sea la resistencia a la tracción y menor su límite de elasticidad, tanto más duro será el metal, se recomienda para estas pruebas, usar metales recocidos.

CIRCUNSTANCIAS QUE MODIFICAN LA DUREZA.- La presencia de pequeñas cantidades de otros metales, hace aumentar la dureza, en cambio al aumentar la temperatura, en algunos casos al disminuirla, disminuye la dureza.

La sonoridad de los metales es menor cuando están completamente puros, pero estando ligados disminuye al calentamiento y desaparece al rojo.

RESISTENCIA.- Es la fuerza que opone un metal a las fuezas que tienden a deformarlo y que puedan provocar su rotura.

ya sea por tracción, por aplastamiento, por flexión, etc. La resistencia varía según la pureza del metal, es modificada por el tratamiento mecánico, por el recocido, por la temperatura, y la fatiga.

Los procedimientos mecánicos aumentan la resistencia, el recocido y el aumento de temperatura la disminuye, cuando un metal está sujeto a esfuerzos continuados disminuye su resistencia y es a este fenómeno al que se le dá el nombre de fatiga.

RESISTENCIA EN LA TRACCION.- Es el máximo esfuerzo que opone un metal a la fuerza que tiende a romperlo. Un metal que se trate por esta prueba sufrirá un alargamiento hasta un punto en que es capaz de volver a su forma primitiva, es decir, es elástico, pero pasado este límite, la deformación que sufra será definitiva, antes de llegar a la ruptura la deformación perderá la proporcionalidad entre el esfuerzo y la deformación, siendo mayor ésta;en el punto en que se va a efectuar la ruptura se produce un estrechamiento.

Los coeficientes de elasticidad y de rotura se expresan en kilogramos, por centímetro cuadrado de sección primitiva, el alargamiento total de rotura se mide en función de la longitud inicial del metal ensayado y el lugar de estrechamiento de la rotura, se expresa en centímetros de la longitud - primitiva.

FRAGILIDAD Y TENACIDAD.- Un metal es frágil cuando se rompe al sufrir una ligera deformación, o por un cambio brusco de temperatura, cuando la temperatura se acerca a la del punto de fusión del metal, éste se vuelve quebradizo y manteniendo durante algún tiempo a esta temperatura, se dice que el metal se ha requemado, adquiriendo una estructura granulosa, si son recocidos lentamente y enfriados de prisa, se consigue a veces volver a su estado primitivo a los metales, en general un cuerpo extraño y una temperatura baja vuelven quebradizo a un metal, la propiedad inversa de la fragilidad es la tenacidad.

PLASTICIDAD.- Se dice que un metal es plástico cuando pue-de deformarse permanentemente sin romperse, los metales más blandos serán los más plásticos, hay demostraciones que durante éste fenómeno se efectúa un deslizamiento en los cristales, con el tratamiento mecánico disminuye la plasticidad, ya dijimos que el recocido disminuye la resistencia por lo tanto hace recuperar la plasticidad del metal. Algunos metales a alta temperatura son plásticos y al enfriarse son quebradizos, e inversamente siendo plásticos en frío, son quebradizos en caliente.

MALEABILIDAD.- Es la propiedad que tienen los metales para dejarse estirar en todas direcciones, se consigue por lami-

nación o por martilleo, el metal más maleable es el oro, consiguiéndose láminas tan delgadas que permiten el paso de la luz.

DUCTILIDAD.- Es la propiedad que tienen los metales de deformarse por tracción, permitiendo a los metales transformarse en alambres, es una propiedad semejante pero no igual a la anterior, siendo tambien el metal más dúctil, el oro.

FLUENCIA DE LOS METALES.- Es la deformación permanente que sufren los metales, debida a una presión y empieza al pasar el límite aparente de elasticidad, se considera que es un movimiento molecular. Uno de los experimentos para estudiar éste fenómeno consiste en colocar diez discos de plomo de tres milímetros de espesor sobre un cilindro de diez centímetros de diámetro en el cual va un anillo de tres centímetros, un émbolo perfectamente ajustado al cilindro se aplica con suficiente presión para hacerlo pasar y entonces empieza a fluir el metal que lo hace en capas concéntricas en número igual al de los discos.

SOLDABILIDAD.- Es la propiedad que tienen algunos metales para unirse sólidamente cuando se ejerce una presión exterior; para soldar una pieza metálica es preciso establecer un contacto tan íntimo entre ellas que pueda obrar la cohesión de las moléculas, se logra más facilmente el contacto calentando los metales hasta el estado pastoso, en este estado el movimiento de las moléculas es tan grande que se difunden unas en otras.

DIFUSION ENTRE LOS METALES.- Este fenómeno es la dilución de un metal en otro, de igual manera que una sal soluble en el agua, al aumentar la temperatura aumenta la rapidez de difusión y aún al estado sólido se efectúa, pero en proporciones apenas perceptibles, influye tambien la presión.

OCLUSION Y DIFUSION DE LOS GASES.- Algunos metales tienen la propiedad de disolver gases (oclusión), otros los permiten llegar al interior de su masa (difusión), ejemplo: la plata que a temperatura ordinaria no absorve oxígeno, empieza gradualmente a absorverlo conforme aumenta la temperatura hasta el punto de fusión que es el máximo y decrece al pasar de esta temperatura, el platino ocluye un volúmen muchas veces mayor que el de él, de hidrógeno.

FUSIBILIDAD.- Con excepción del mercurio a temperatura ordinaria (20°C) todos los metales son sólidos, al aumentar la temperatura pierden ese grado de cohesión hasta volverse completamente líquidos, esta temperatura es propia de cada metal variando entre los límites del mercurio y del carbón. Como ejemplo de excepción de este caso general tenemos el arsénico el cual pasa del estado sólido al estado de vapor sin pasar previamente por el estado líquido, pero bajo la presión

nación o por martillo, el metal más maleable es el oro, consiguiéndose láminas tan delgadas que permiten el paso de la luz.

DUCTILIDAD.- Es la propiedad que tienen los metales de deformarse por tracción, permitiendo a los metales estirarse para en alambres, es una propiedad semejante pero no igual a la anterior, siendo también el metal más dúctil, el oro.

TENACIDAD DE LOS METALES.- Es la dificultad permanente que ofrecen los metales, también a una presión y esfuerzo al pasar el límite aparente de elasticidad, es conveniente que es un movimiento periódico. Uno de los especímenes para ésto dicir este fenómeno consiste en colocar dos discos de plomo de tres milímetros de espesor sobre un cilindro de dos centímetros de diámetro en el cual va un anillo de tres centímetros, se dobla perfectamente ajustado el cilindro en dos materiales presión para hacerlo pasar y extenderse sus piezas a fluir el metal que lo hace en calma consistiendo en número igual al de las dimensiones.

ADHERENCIA.- Es la propiedad que tienen algunos metales para unirse íntimamente cuando se ejerce una presión exterior; para soldar una clase metálica se precisa introducir un compuesto tan íntimo entre ellas que pueda ejercer la adherencia de las moléculas, es lograr más fácilmente el contacto entre tanto los metales hasta el estado pastoso, en este estado el movimiento de las moléculas es tan grande que se difunden una en otras.

DIFUSION ENTRE LOS METALES.- Este fenómeno es la difusión de un metal en otro, de igual manera que una sal soluble en el agua, al aumentar la temperatura aumenta la rapidez de difusión y aún el estado sólido es efectivo, pero en proporciones apenas perceptibles, influye también la presión.

COLUSION Y EXTRUSION DE LOS GASES.- Algunos metales tienen la propiedad de disolver gases (colusión), otros los permiten llegar al interior de su masa (difusión), ejemplo: la plata que a temperaturas ordinarias no absorve oxígeno, empieza a gradualmente a absorverlo cuando aumenta la temperatura hasta el punto de fusión que es el máximo y decrece el grado de esta temperatura, el platino solamente un volumen mucho vez mayor que el de él, de hidrógeno.

PURIFICACION.- con excepción del mercurio a temperatura ordinaria (20°C) todos los metales son sólidos, al aumentar la temperatura pierden esa rigidez de cohesión hasta volverse completamente líquidos, esta temperatura es propia de cada metal variando entre los límites del mercurio y del carbón. Como ejemplo de excepción de este caso mercurio también el - aumento el cual pasa del estado sólido al estado de vapor sin pasar previamente por el estado líquido, para hacer la presión

de su propio vapor sí es capaz de licuarse.

VOLATILIDAD.- Para la mayoría de los metales se requieren temperaturas muy altas para lograr que éstos sean volátiles.

DILATABILIDAD.- Todos los metales se dilatan al calentarse y se contráen al enfriarse, el caso más conocido y aplicado es el del mercurio, como regla general puede decirse que tanto mas dilatable es un metal cuanto más fusible és.

CALOR ESPECIFICO.- Es la relación entre la cantidad de calor necesaria para aumentar 1°C la temperatura de un metal y la requerida para elevar 1°C un peso igual de agua. El calor específico aumenta de valor al aumentar la temperatura, siendo su máximo en la proximidad del punto de fusión y decrece al aumentar la densidad, varía entre unos límites para el Li 0.941 Cr 0.104 Pb 0.030.

CONDUCTIVIDAD TERMICA.- Esta es una propiedad característica de los metal s el ser buenos conductores del calor, laminados o forjados se vuelven mejores conductores, en cambio decrece al aumentar la temperatura y por la presencia de substancias extrañas, varía entre unos límites para plata 100 para mercurio 1.3.

El número de calorías gramo, que un cubo, de arista igual a un centímetro, permite pasar entre dos caras opuestas durante un segundo y cuya diferencia sea de un grado, recibe el nombre de CONDUCTIVIDAD TERMICA ABSOLUTA.

CONDUCTIVIDAD ELECTRICA.- Esta es otra propiedad característica de los metales, la resistencia al paso de la corriente aumenta proporcionalmente a la longitud y en razón inversa de la sección del conductor, varía entre los límites de la plata al bismuto.

MAGNETISMO.- Es una propiedad de algunos metales, siendo los que la poseen en mayor grado el Fe Ni y Co, se les llama paramagnéticos, no tienen esta propiedad metales como el Bi Zn Ag, que reciben el nombre de diamagnéticos.

PROPIEDADES QUIMICAS.- Son agrupables algunas de ellas en cambio hay otras específicas para cada metal, de las primeras es de donde estableció Mendelejew su célebre clasificación.

PROPIEDADES GENERALES DE LAS ALEACIONES.

PESO ESPECIFICO.- Para aleaciones de una mezcla eutéctica puede ser su peso específico el promedio del que tienen los metales componentes.

Si constituye una disolución sólida o contiene compues-

tos intermetálicos, el peso específico es superior al promedio anterior, ejemplos de aleaciones de este tipo son las de: Au con Zn Sn Bi Sb y Co, las de plata con Zn Sn Bi y Sb.

62 % de Cu con 38 % de Sn dan una aleación de peso específico igual a 8.91 mientras que el peso específico del Cu es 8.89 y el de estaño 7.31 lo cual quiere decir que hay una contracción en esta aleación. Aleaciones cuya densidad es menor que la media de los metales. Ejemplos, las de Au con Ag Pb y Cu, las de Ag con Cu Bi y Pb. En estos casos hay un aumento de volúmen.

COLOR DE LAS ALEACIONES.- El oro y el cobre tienen un colof entre amarillo y rojizo, el resto de los metales lo tienen entre blanco y gris azulado.

En aleaciones cambian estos matices, el oro con el cobre dan una aleación rojiza, con la plata, amarillo verdosa, el estaño es el metal que tiene más poder decolorante.

CRISTALIZACION.- Por regla general las aleaciones cristalizan en el mismo sistema que el de los metales componentes en caso contrario adoptan el sistema de uno de los componentes, ejemplos, las aleaciones de Cu Zn, Au y Ag, Pb y Ag, - adoptan formas isometricas, las de Au Sn y Fe y Sn cristalizan en el sistema tetragonal, las de Sb y Zn, Fe y Mg cristalizan en el sistema ortorrómbico y Cu y Sn en el sistema exagonal.

ESTRUCTURA.- Depende de la composición y del modo que se ha enfriado así como del tratamiento mecánico,

DUREZA.- Las aleaciones son más duras que los metales - puros, el Sb es un metal que imparte dureza, una de las aplicaciones más grandes en la industria es la dureza obtenida en el Fe por el C.

RESISTENCIA.- Depende no sólo de la composición sino - tambien del tratamiento térmico y mecánico; teniendo un límite.

PLASTICIDAD.- La plasticidad de las aleaciones es menor que la de los metales puros, uno de los metales que hace perder su plasticidad a otros como el Pb Cu Sn, es el Bi.

DILATABILIDAD.- Varía de un modo irregular pero en términos generales las aleaciones de metales mútuamente insolubles al estado sólido tienen mayor coeficiente de contracción, las de composición eutéctica tienen el menor coeficiente de contracción y las aleaciones que forman disoluciones sólidas tienen un coeficiente mayor que el de los metales componentes.

FUSIBILIDAD.- Es una propiedad que cambia más en los metales. Un metal ligado a otro tiene un punto de fusión más -

tes intermetálicos, el peso específico es superior al promedio aritmético, ejemplos de aleaciones de este tipo son las de Au con Sn en Bi Sb y Cu, las de plata con Zn en Pb y Sb

Cd y de Cu con Mg y de Sn con una aleación de peso específico igual a 6.91 mientras que el peso específico del Sn es 6.89 y el de estos 7.31 lo cual quiere decir que hay una contracción en esta aleación. Algunas veces disminuye menos que la media de los metales. Ejemplos, las de Au con Ag y Cu, las de Ag con Cu Bi y Pb. En estos casos hay un aumento de volumen.

COLOR DE LAS ALEACIONES.- El oro y el cobre tienen un color entre amarillo y rojizo, el resto de los metales la mayoría otro blanco y gris azulado.

En algunos casos hay otros metales, el oro con el Mn da una aleación violeta, con la plata, amarillo verdoso, el estaño es el metal que tiene más poder decolorante.

CRISTALIZACION.- Por regla general las aleaciones cristalizan en el mismo sistema que el de los metales componentes en cuanto cristalizan en sistema de uno de los componentes, ejemplos, las aleaciones de Cu Sn, Au y Sn, Pb y Ag, adoptan formas isomórficas, las de Au Sn y Fe y Pb metálicas, son en el sistema hexagonal, las de Pb y Zn, Fe y Zn cristalizan en el sistema ortorrómbico y Cu y Zn en el sistema exagonal.

ESTRUCTURA.- Depende de la composición y del modo que se ha enfriado así como del tratamiento térmico.

DUREZA.- Las aleaciones son más duras que los metales puros, el Sb es un metal que importa durezas, una de las aplicaciones más grandes en la industria es la dureza obtenida en el Pb por el Sb.

RESISTENCIA.- Depende no sólo de la composición sino también del tratamiento térmico y mecánico, teniendo un límite.

PLASTICIDAD.- La plasticidad de las aleaciones es menor que la de los metales puros, uno de los metales que hace perder su plasticidad a otro como el Pb con Sn, es el Bi.

DILATABILIDAD.- Varía de un modo irregular pero en términos generales las aleaciones de metales ordinarios tienen el estado sólido tienen mayor coeficiente de contracción, las de composición metálica tienen el menor coeficiente de contracción y las aleaciones que forman disolución sólida tienen un coeficiente mayor que el de los metales componentes.

FUSIBILIDAD.- Es una propiedad que varía más en las aleaciones. Un metal ligado a otro tiene un punto de fusión bajo -

bajo, y tanto más se agrega tanto más desciende hasta el límite de saturación; son numerosas las aplicaciones de las aleaciones así obtenidas. Ejemplos de aleaciones fusibles tomadas de " Chemical Annual " de J. C. Olsen:

Punto de fusión.°C.	COMPOSICION % Pb	Sn	Bi	Cd	Nombre.
55.50	25.00	12.50	50.00	12.50	
55.50	12.00	16.00	60.00	12.00	
65.50	25.00	12.50	50.00	12.50	Wood.
65.50	24.90	14.20	51.00	10.80	
75.50	25.80	14.70	52.50	7.00	Wood.
75.50	25.00	14.20	50.70	10.10	Lipowitz.
90.00	34.97	29.90	35.13	-	Rose
94.50	50.00	30.00	20.00	-	Newton
95.00	-	25.00	50.00	25.00	Wood.
95.00	25.00	25.00	50.00	-	Rose.
100.00	16.67	41.67	41.66	-	Newton.
111.00	40.00	20.00	40.00	-	Soldadura de Bi
130.00	38.46	30.77	30.77	-	Hauer.
132.00	28.00	47.00	-	25.00	"
140.00	-	68.29	31.71	-	
140.00	33.33	33.33	33.34	-	
150.00	40.74	44.44	14.82	-	
160.00	53.57	32.14	14.29	-	
173.80	-	-	67.80	32.20	Rudberg.
200.00	20.00	80.00	-	-	Degens.
230.00	55.64	44.36	-	-	"
283.00	84.00	16.00	-	-	"
295.00	89.77	10.23	-	-	"
327.40	100.00	-	-	-	
231.90	-	100.00	-	-	
271.00	-	-	100.00	-	
320.90	-	-	-	100.00	

CALOR ESPECIFICO.- Regnault halló que para aleaciones, como las de, Sb y Sn, Pb y Sb, Bi y Sn a temperaturas muy distantes de su punto de fusión, el calor específico, era exactamente proporcional al de los metales componentes, en cambio para las aleaciones como Pb Sn Bi que funden alrededor de 100 grados su capacidad calorífica es superior a la calculada.

CONDUCTIVIDAD TERMICA.- Esta es menor para las aleaciones que para los metales puros, excepcionalmente es proporcional a la de los metales componentes, en la generalidad es menor, y aún menor que el coeficiente del metal que lo tiene más bajo.

CONDUCTIVIDAD ELECTRICA.- Lo mismo que para la térmica

es menor casi siempre que la de los metales componentes, excepcionalmente es igual a los valores calculados e incluso es a veces menor que la del metal menos conductor.

CORROSION.- Desde el punto de vista industrial este es un factor muy importante; entre mas puro es el metal será menos corrosivo. La corrosión es debida a que los metales que contienen impurezas forman entre éstas y el metal puro un par galvánico. Las aleaciones que forman disoluciones sólidas son más facilmente atacables que aquellas que forman compuestos químicos.

ooooOoooooo

MUESTREO DE METALES.

El muestreo de los metales es relativamente poco complicado en las Oficinas Foráneas de Metales, ya que la generalidad de los productos metálicos provenientes de las fundiciones lo son ya refinados. Pero en cambio para los casos de productos nó terminados es un muestreo bastante delicado, sobre todo para los metales llamados Preciosos.

En el capítulo anterior vimos los diversos casos a que dan lugar las aleaciones binarias, y vimos que durante el enfriamiento hay una diferencia muy grande entre un caso y otro, por lo tanto el muestreo para las aleaciones no puede ser general, y presentará tantas más dificultades cuánto menos homogéneo sea el producto sólido, actualmente se usa mucho el sistema de "gota" en las Inspecciones de Muestreo establecidas en las fundiciones.

Se presenta el caso de que en un metal industrial, Pb ó Cu vaya una cantidad más o menos grande de Au y Ag; es precisamente aquí donde el criterio del muestreador debe ser bastante amplio, ya que un error, por pequeño que sea, al multiplicarse por un tonelaje muy grande es de consecuencias para el comprador o para el vendedor. El Fisco en estos casos se presenta como vendedor, es decir, trata de obtener valores y leyes más bien altos.

En el caso de barras de plomo con Au y Ag (Plomo Auroargentífero) el enfriamiento es de tal manera que en la superficie hay mayor cantidad de Au y Ag que en el centro, en la parte inferior los valores son más o menos iguales que en la superficie. Para muestrear los productos metálicos se usan barrenas, recomendables del más duro acero, con ellas se hacen diversos taladros procurando que la barrena sea de tal longitud que pueda introducirse cuando menos un poco más de la mitad en la barra, entre mayor sea la cantidad de muestra tomada tanta mayor seguridad tendremos de obtener un promedio -

representativo, no quiere decir ésto que sea nada más de un lugar solamente de donde se tome la muestra, sino que debe ser de diversos puntos . En productos muy ricos se toman los taladros en el número que se crea conveniente, según una - diagonal que partiendo de una esquina de la barra vaya a la otra, después se dá vuelta a la barra y en la parte inferior que queda ahora hácia arriba según una diagonal opuesta a la anterior, se toma un número igual de taladros. Si es un lote se juntarán todas las muestras en un crisol de grafito, las cuales se funden a una temperatura no más alta de su punto de fusión a fin de evitar pérdidas por volatilidad. Se - vierten sobre un molde y nuevamente a la barrita así obtenida se le hacen los taladros necesarios para obtener la muestra final.

Si el producto no es demasiado rico, no será necesario barrenar todas las barras que provengan de la misma carga, formando lotes de 10 toneladas, taladrando una quinta parte de ellos, el número de taladros tambien será menor; el plomo es suficientemente blando para cortarlo con punzón, se juntan todas las barreduras en un crisol, se funden y a la barrita resultante se le hacen los taladros necesarios para tomar la muestra final.

Cuando se trata del Cu las dificultades aumentan dada la irregularidad de distribución de los metales preciosos que contiene, a diferencia del plomo, el cobre en el interior es más rico en Au y Ag sin ser tampoco homogénea la distribución, en la parte inferior de la barra se hallan las leyes más bajas de Au y Ag, por lo tanto aun tomando el mayor número de taladros no se tendrá un promedio regular de toda la barra así como todas las que forman el lote; algo se conseguirá - haciendo los lotes de menos de 10 toneladas.

El método más seguro de muestreo para una carga de esta especie es tomar la muestra por "Chapoteo",al ir vaciando la masa fundida se separan tres porciones por cada barra, al empezar, en medio y al final, utilizando una paleta de madera recibiendo la muestra en una cuba con agua.

En el caso de barras mixtas de Au y Ag, dada la solubilidad de un metal en otro hay una distribución más homogénea en el seno de la barra, en cambio el alto grado de pureza de ambos metales así como su valor comercial obliga a tomar un máximo de atención en su muestreo. Si se hace por taladro se seguirá el sistema de diagonales siendo en este caso cada - muestra individual; como se trata de una aleación más dura que la de plomo auro-argentífero, es probable que en las barreduras vayan trocitos de acero, estos se retiran con un - imán.

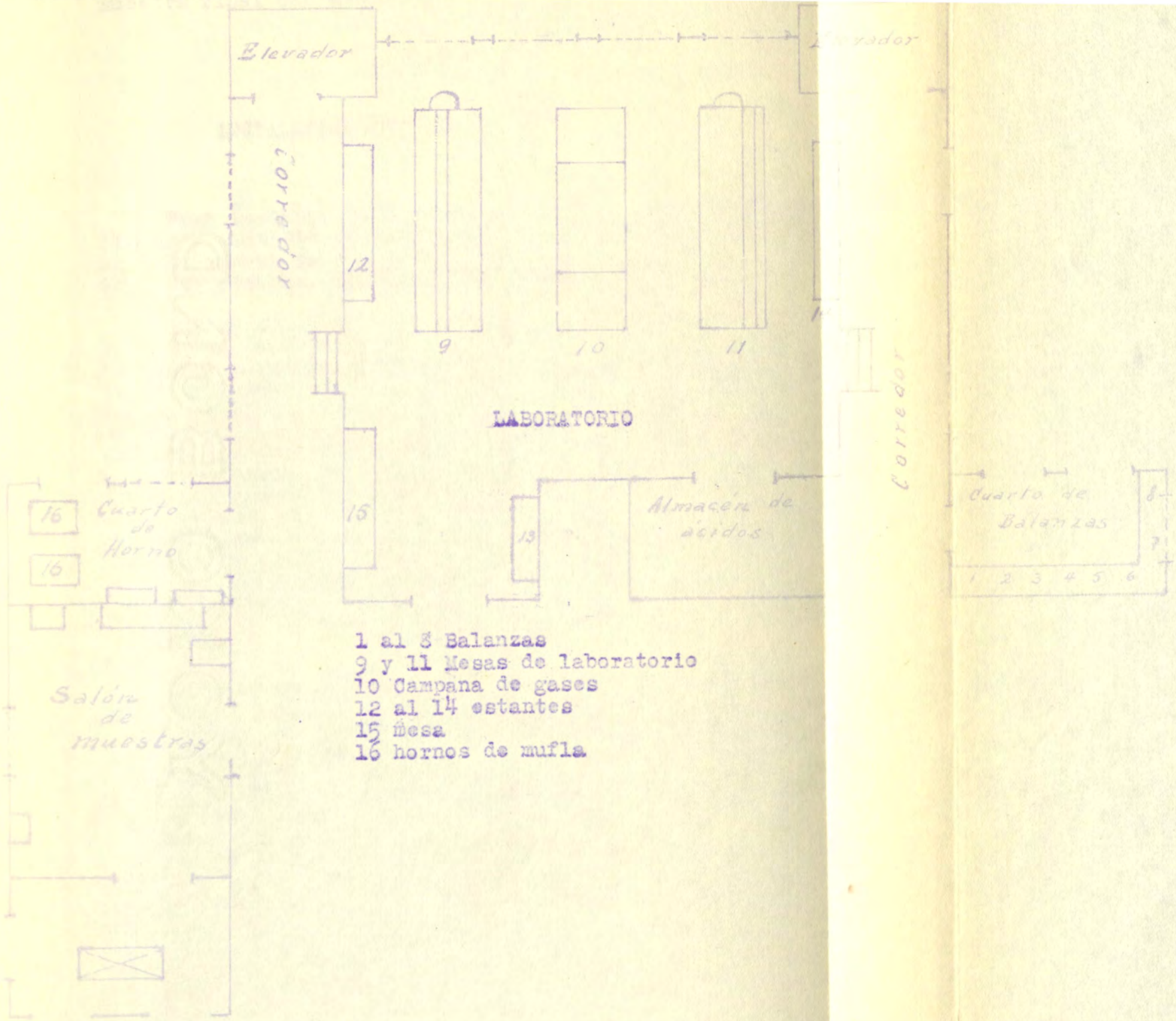
En barras como las de Cu es probable que la superficie de ellas tenga una capa de escorias, en este caso, como en las

barras de plata será convencional el eliminarlas antes de tomar la muestra o incluirlas en la muestra, personalmente, a pesar de que implica gasto de tiempo, preferiría quitarlas en el caso de la plata, pero en el caso de las barras de cobre, su tamaño y número haría esta operación sumamente gravosa y se presenta una nueva dificultad, si se consideran las escorias no se pueden quitar los pedazos de broca que por tratarse de una aleación más dura, se encontrarán en mayor cantidad, sin peligro de atraer con el imán trozos de escorias que contengan fierro; algunas personas, para evitar el gasto de las brocas, no tanto por el valor de éstas sino por las molestias que causan los trocitos desprendidos, las aceitan, pero como es natural, la muestra resulta con aceite, si las barreduras van a fundirse para obtener una barrita, el aceite probablemente reducirá los óxidos metálicos presentes y dará lugar a obtener resultados más altos que los verdaderos.

El muestreo llamado de "gota" consiste en obtener de la masa en fusión del producto que se va a muestrear, una porción que se vierte en un recipiente con agua. Para llevar a cabo bien esta operación debe cerciorarse la persona que va a tomar la muestra que efectivamente la masa está totalmente en fusión, al meter la cucharilla debe procurarse que ésta haya sido calentada previamente, pues si se introduce fría las paredes tenderán a solidificar la masa próxima a ellas y tambien evitar el chisporroteo que se produce, el movimiento de vaciado de la masa en fusión debe ser muy rápido a fin de evitar que se solidifique parte de ella, el agua debe ser lo más pura posible; para obtener una muestra convenientemente granulada el vaciado se hará desde una altura de un metro aproximadamente.

Como antes dije, oficialmente este sistema se ha generalizado mucho, siendo mi opinión que en casos como el de zinc afinado no debería aplicarse. Las muestras anteriormente eran tomadas por taladro, las leyes presentaban una regularidad entre 99.6 y 99.8 %, en cambio ahora que las muestras son tomadas por el sistema de "gota", el zinc en su superficie tiene adherido un polvo blanco de óxido de zinc, como es natural, las leyes son más bajas e irregulares, estando entre 98.8 y 99.3 %, por lo tanto el sistema de "gota" no debería aplicarse para productos binarios, ternarios, etc. cuando al estado de fusión no sean mútuamente solubles, cuando el punto de fusión sea tan bajo que haya un rápido enfriamiento dando lugar a que en la cucharilla con que se toma la muestra queden partículas adheridas, y por último cuando el producto muestreado dé lugar a la formación de compuestos con el agua.

Cuando se quiere obtener una ley aproximada de Au y Ag de un lote de barras, no es necesario ensayar cada barra, se usará el siguiente sistema: Se pesan las barras, a una por una se le hacen los taladros necesarios, se separa cada muestra individualmente, se toma un peso proporcional, por ejemplo, si la barra pesa 35.420 kilogramos, se pesan 3.542 gramos, la siguiente barra pesa 32.819 kilógramos, se pesan 3.282 gramos de muestra y así sucesivamente una vez que se tienen ya todas las



1 al 8 Balanzas
9 y 11 Mesas de laboratorio
10 Campana de gases
12 al 14 estantes
15 Mesa
16 hornos de mufla

barras muestreadas, se funden las muestras tomadas, en un crisol de grafito para hacer una barrita, se le toma una - muestra final que sirve para el ensaye.

-----oOo-----

INSTALACION DEL LABORATORIO.

Para instalar un Laboratorio debemos tener presente la índole y cantidad de trabajo que se va a desarrollar. Para un laboratorio de Oficinas Foráneas de Metales, se excluirán, por ejemplo, aparatos para análisis orgánicos.

Por la velocidad que se requiere, sacrificando un poco la extrema exactitud son preferibles los métodos volumétricos, en cambio para los cuanteos de Au y Ag en que sí es preciso tomar en cuenta con exactitud cantidades muy pequeñas, es menester tener lo mejor en aparatos para pesar. Por ejemplo, el Antimoniato de Sodio que presenta "The American Smelting & Refining Co" de esta ciudad, contiene de uno a dos gramos de Au por tonelada, es decir, 0.000.0015, como la índole del producto no permite tomar cantidades muy grandes de muestra para el ensaye, debemos tener un aparato de tal manera sensible que nos acuse el peso de oro en esa proporción que existe en 5 gramos de muestra, o lo que es lo mismo, si suponemos que el producto tiene dos gramos de Au por tonelada, en cinco gramos habrá: 0.00001 un cienmilésimo de gramo de Au, la balanza debe acusar de un modo preciso y sin lugar a dudas esa diferencia de peso.

Un problema que se presenta en la instalación de un Laboratorio es el del combustible o fuentes caloríficas que debamos usar; los aparatos eléctricos aun usando campanas con buen tiro, no dejan de sufrir rápidos deterioros, los de combustible líquido, gasolina o kerosena, a más de sufrir tambien deterioros presentan el peligro natural del combustible, para empezar a trabajar es necesario esperar algún tiempo para poner en condiciones el aparato; nosotros por fortuna contamos en esta Oficina con el combustible ideal para laboratorios, el Gas Natural, gran poder calorífico, encendido instantáneo, limpieza, el tipo de estufas que escogimos ofrece una gran superficie de calentamiento y una construcción sólida. - Esto es en cuanto al laboratorio propiamente dicho, en los hornos de mufla, a partir del año de 1926 se abandonaron los anticuados que usaban carbón para su calentamiento, por un horno de doble cuerpo alimentado con Gas Oil, estos a la larga son más económicos, ofrecen un mejor control de su temperatura

más limpieza y sobre todo evita la molestia del uso del carbón al cargar. No siempre y a pesar de que lo exige el Reglamento, las muestras vienen debidamente pulverizadas, para esta operación así como para la revisión y registro de ellas es menester un lugar apartado de los destinados a las balanzas y laboratorio, a fin de evitar posibles errores y tener más aseo en los lugares antes dichos.

El antiguo local que ocupaba esta Oficina era una casa habitación del tipo normal, se carecía en lo absoluto de medios de ventilación, la luz natural era insuficiente, había una proximidad bastante perjudicial para las balanzas entre el cuarto destinado a ellas y uno de los laboratorios; viendo al norte y con ventanas a la calle se encontraban los lugares destinados al Jefe de la Oficina, a los empleados administrativos y el de las balanzas, junto a éste último seguía el resto de la casa formando un ángulo recto y con una puerta y una ventana al oriente, sin ninguna ventilación, un laboratorio, cerca de la ventana estaba colocada la campana y una mesa fija desdoblable, para hacer las titulaciones, ya que ese era el lugar mejor alumbrado, pero si la titulación se efectuaba en la mañana, el sol y el calor de la campana eran insoportables, habiendo necesidad de cerrar la ventana; el cuarto contiguo a este, era otro laboratorio semejante al anterior y con los mismos inconvenientes, seguía después el cuarto de las muflas, que era la cocina de la casa habitación, carecía de ventana, así que la oscuridad era mayor; seguía un patio que hubo de techarse, pero siempre quedaba descubierto a uno de sus lados, se le utilizó como lugar de muestras, ya se comprenderá que en invierno era muy desagradable para los mozos o ensayador encargado del registro de las muestras, permanecer por algún tiempo en este lugar, por último se encontraban el cuarto de aseo y otro destinado al archivo de la Oficina, la única ventaja que teníamos era la de estar en un segundo piso, el cuarto de balanzas estaba bien orientado, en cambio, por ser el más próximo a la calle, estaba sujeto a las trepidaciones originadas al paso de los vehículos. Hácia 1927 se empezó a trabajar en firme, en la construcción de un edificio en dónde poder reunir a todas las Oficinas Federales en esta ciudad, al efecto, a cada oficina se le preguntaron sus necesidades, se hizo el proyecto y por lo que se refiere a nuestra Oficina, hubo un mal entendimiento, ya que según los deseos del que fuera nuestro digno jefe, debía haber un cuarto pequeño para el Apartado, y en el proyecto venía un salón de grandes dimensiones junto a la Oficina del Jefe, para "Apartado del Oro", en cambio no había lugar destinado a los hornos, de ese modo caía todo el proyecto, para subsanarlo, se nos propuso poner en el basamento del edificio los cuartos del Jefe, de los empleados y el de las balanzas, en cambio el resto, lugar para las muestras, cuarto de hornos y laboratorio, estaban situados en el cuarto piso, como es de suponerse, el Jefe de la

Oficina se opuso a semejante cosa, puesto este asunto en manos de nuestra superioridad, hizo notar la importancia y categoría de esta Oficina y entonces se nos concedió toda la planta del cuarto piso, así fué fácil la distribución de la Oficina.

Lo que más preocupó a nuestro Jefe fué la ubicación del Laboratorio y la del cuarto de balanzas, precisamente la construcción del edificio permitió una adecuada distribución.

Como se ve en el plano respectivo, consta de cuatro partes principales, cuarto de balanzas, laboratorio y almacén de ácidos, cuarto de hornos y cuarto de muestras, con un cancel para separar el lugar destinado al apartado del oro, en realidad nunca le hemos dado este uso.

Las ventanas del Laboratorio, el cuarto de balanzas y del cuarto de hornos, están con el frente al norte, esto fué una cosa sobre la que se insistió mucho y que no debería olvidarse en ningún laboratorio, se consigue una luz clara que no molesta, los rayos solares no entran, que si para el operador son molestos, para aparatos tan delicados como las balanzas de precisión, son perjudiciales. Las puertas de estos locales dan hacia un pasillo, de modo que se pueden tener habiertas sin recibir corrientes fuertes de aire, el único salón que presenta algunas molestias es el de muestras, por tener una ventana muy grande al poniente, y por las tardes, en el verano, es un lugar bastante caliente.

El cuarto de balanzas está dotado de un alumbrado especial a una altura de 50 centímetros sobre las balanzas, que no da directamente a ellas sino sobre la pared, obteniéndose así una luz difusa no deslumbrante y que no calienta las balanzas; como parte de equipo tiene una mesa de encino a todo lo largo de las paredes sur y oriente que sirve para colocar las balanzas.

El laboratorio tiene lavadero especial para arrojar las substancias corrosivas, lavadero para uso de los ensayadores, y en cada mesa de trabajo existe un pequeño lavadero, tiene el salón suficientes contactos eléctricos, una instalación especial de agua sobre las mesas, otra de gas para las mismas y conexión de gas para las campanas, en cambio el alumbrado eléctrico no es todo lo perfecto que fuera de desearse.

Como equipo del laboratorio existen 3 estantes con tres puertas de vidrio de 2 metros de altura por 0.38 de fondo y 2 metros de largo, tienen tres divisiones interiores que estan destinadas a guardar el material de vidrio, además se cuenta con dos mesas de pino de 1.20 mts. de largo por 0.80 de ancho y por 0.80 mts. de altura, con tres cajones laterales y cubiertas con una plancha de vidrio Sani-Onix; las usamos pa-

ra preparar soluciones y para limpiar los botones de plata de las copelas; como mesas de laboratorio existen dos, una para dos operadores y otra un poco menor. La primera es de 6 metros de largo, por 96 centímetros de ancho y 1 metro de altura, tiene 3 gavetas con puertas de vidrio en donde se guardan los reactivos, que están en envases de poco volúmen y peso, tiene 8 pequeños cajones y sobre la mesa un anaquel en todo lo largo, de 0.24 mts. de ancho y 0.55 mts.de altura, este sirve para tener los frascos de soluciones de uso frecuente, además, al centro le hicimos otro pequeño anaquel, de una altura sobre la mesa, de 1.50 mts. con el fin de colocar los recipientes de que nos surtimos de agua, esta mesa está dotada, como antes dije, de un lavadero y llaves en los lugares más apropiados, de agua y gas, la otra mesa es de 4 metros de largo, por 0.93 de ancho y 1 metro de altura, tiene dos gavetas que estan destinadas al mismo uso y anaquel semejante al de la otra mesa, tiene tambien su lavadero y llaves de agua y gas, ambas mesas fueron dotadas de planchas de vidrio Sani-Onix, pero este material no dió buenos resultados, ya que no resistió el calor ambiente y mucho menos el de los vasos calientes; ahora sobre estos vidrios rotos hemos puesto láminas de cartón de asbestos. Por último tenemos la campana de gases, en realidad son tres campanas en un solo cuerpo, están sobre una mesa de 4.26 de largo, de 0.93 de ancho y 0.93 de altura, la campana está dividida en 3 secciones, cada una con su puerta de guillotina y formando un cuerpo independiente, la puerta corrediza llega hasta a 30 centímetros de altura de la mesa, sigue una puerta de madera que se abre hácia abajo; antes de llegar a la salida general cada sección tiene un abanico exhaustor especial para este trabajo, como se vé, se ha procurado la mayor comodidad y condiciones de higiene para los empleados, así como una distribución y amplitud tales que permitan aprovechar el mayor rendimiento personal, en el plano están señaladas la colocación de las mesas y la campana.

El cuarto de hornos, como su nombre lo indica, es en donde están los hornos, voy a incluírlos como parte del equipo del salón y nó como material de laboratorio; siguiendo las ideas del Jefe de nuestra Oficina, éstos fueron instalados lejos de las balanzas, y aún fuera del laboratorio que era como en el proyecto del edificio original, se pretendían colocar, el calor que se desprende de ellos es lo bastante para pasar a través de las paredes y ya se comprende que esto es perjudicial para la conservación de las balanzas así como causa de pesadas irregulares, en este local destinado a hornos, en cualquier parte que sea, está colocado un yunque que sirve para limpiar de escorias, los botones de plomo y darle a éstos una forma cúbica que permita su fácil colocación en las copelas, las trepidaciones que causan estos golpes aún en edificios tan sólidos como éste, interrumpirían las oscilaciones de las balanzas cuando estén en suspensión u originarian desniveles en las mismas, estando en reposo.

El horno es de dos cuerpos con dos quemadores de gas oil, inyectado con aire por medio de un ventilador que sirve para los dos, tienen tiro individual, el tanque de alimentación está colocado en el cuarto contiguo, como una medida de seguridad, como parte de equipo del cuarto de hornos, está una mesa con cubierta de palastro de las siguientes dimensiones: 1.30 mts.de largo por 0.66 de ancho y 0.84 de altura, esta mesa es usada para vaciar en las payoneras el contenido de los crisoles o escorificadores, en general, para colocar las cosas muy calientes; en una de las paredes está colocado un estante que sirve para colocar las copelas que estén próximas a usarse, esto es, a fin de aprovechar el fuerte calor que hay en el cuarto, para secarlas; en algunos laboratorios acostumbran guardar en este cuarto los flujos que se utilizan en el ensaye, nosotros preferimos separarlos, por lo tanto el recipiente que los contiene, será descrito después. Lo mismo el yunque sirve para cortar las muestras de plomo, etc., junto al yunque hay una pequeña mesa un poco más baja con cubierta de palastro.

Por último tenemos el cuarto llamado "de muestras", aquí es donde se reciben las muestras, se registran y numeran. Como parte de equipo tiene una mesa en la cual va un metate de fierro para terminar de pulverizar las muestras que así lo requieran, una mesa de encino con cubierta de hule, de 2.75 mts. de largo, por 0.64 de ancho y 0.64 de altura, sirve para colocar las muestras, en este cuarto esta un laminador; como dije anteriormente, hay un cancel divisorio para separar una campana chica que no está instalada y que no se le dá uso. En esta parte está la mesa que guarda los flujos, éstos van en un cajón largo con diversos compartimentos y cubierto con una tapa; tanto a un lado como al otro del cancel, hay lavabos e instalación de gas natural.

----oOo----

MATERIAL DE LABORATORIO.

Hubo una época en que esta Oficina estuvo en manos de personas prácticas pero no técnicas en asuntos de ensaye, la limpieza y dotación del laboratorio dejaban mucho que desear. Al hacerse cargo de la misma el que fuera nuestro digno jefe señor Alberto Baez, empezó una era de organización, tanto en el personal como en la Oficina propiamente dicha. Hacia el año de 1925 sucedió esto, el nuevo personal se encontro con trabajo atrasado de un año, inmediatamente se dotó de material suficiente el laboratorio, sin embargo conforme fué aumentando la habilidad práctica del nuevo personal, fué cada vez más insuficiente, encargado el que suscribe durante los

últimos años, del aprovisionamiento, siempre he procurado que nunca pueda caber la excusa de no terminar un trabajo por falta de material, en cuanto a los reactivos, tomando una estadística de consumo en los años de más actividad, siempre hay almacenados suficientes para un trabajo intenso de tres meses. Los siguientes datos están divididos en artículos de valor unitario mayor de $5.00 y en artículos de $5.00 o menor por unidad, según inventarios de ésta Oficina.

Empezaré por las balanzas, a lo largo de este capítulo he insistido sobre el cuarto de balanzas y las balanzas, nunca serán muchas las precauciones que se tomen así como el número de ellas, en un trabajo de un distinguido y estimable compañero, tratanto sobre estas Oficinas de Ensaye creía necesarias 4 balanzas, incluyendo una para pesar barras. Es mi personal opinión que una balanza para pesar barras de oro y plata no debería estar incluída en este cuarto de balanzas ni menos estar sobre la mesa donde están las demás, las barras de plata tienen un peso aproximado de 34 kilogramos, las barras de oro son más o menos de 18 kilogramos; por más cuidado que se tenga en el manejo de ellas así como en el de las pesas, no dejará de haber choques que perjudiquen a las balanzas o interrumpan al operador que esté en ellas. Además hemos tenido en cuenta que regularmente hay tres ensayadores trabajando e incidentalmente puede tambien operar el Jefe de la oficina, con una dotación de 3 balanzas, teniendo que hacer algunos trabajos por duplicado, dos operadores para comprobación, se llevaría mucho tiempo en esperar uno al otro.

En el plano que adjunto, en el señalado como cuarto de balanzas, están unos números, el número 1 es una balanza analítica "Heusser" de 1/25 de sensibilidad y carga máxima de 200 gramos, la usamos para análisis gravimétricos, estando dotada de un marco de pesas grado B; en cada balanza existe una dotación de pinzas de acero número 4308 G del catálogo número 54, Massco, otras pinzas con punta de marfil # 4308 D, un pincel de pelo de camello, una brochita del mismo material y otra con mango de madera, una espátula # 4512 G de 2 centímetros de largo, el interior de cada balanza lleva un vasito de 150 c.c. con ácido sulfúrico de calidad Baker para análisis, esto es con el fin de absorver la humedad, cada balanza tiene su cubierta de fieltro verde; el núm. 2, es una balanza para ensaye "Heusser" de 1/500 de sensibilidad, carga máxima 1 gramo, nosotros nunca llegamos a este máximo, los brazos de esta balanza están divididos en 100 partes, el botón para la suspensión está substituído por una palanca en estas dos balanzas, la balanza número 2 la usamos muy poco y únicamente para trabajos muy delicados tales como oro en cantidades de 1 a 5 gramos por tonelada o el oro de las barras afinadas en que hay que tomar en cuenta los cien milésimos, esta balanza tiene un marco de pesas grado A, de 1 gramo a 1 miligramo, que está -

Ultimos años, del aprovisionamiento, ampliar se proveerá por medio propio sobre la manera de no tomaiser un trabajo con el material, en cuanto a las reparaciones, tomando una estadística de consumo en los años de más actividad, alrededor de almacenaje suficientes para un trabajo intenso de tres meses, los siguientes datos están dirigidos en artículos de valor del distrito mayor de $5.00 y en artículos de $3.00 o menor cantidad, según investigaciones de este Oficina.

Empezaré por las balsamas, a lo largo de este capítulo he insistido sobre el cuarto de balsamas y las balsamas, nuestras pruebas las preservadores que se tomen así como el número de ellas, en un trabajo de un distinguido y estimado amigo, tratando sobre estas Oficinas de Ensayo otra manera, indicando, indicando una para pesar barras, se mi personal equipada que una balsamas para pesar barras de oro y plata no debería estar incluida en este cuarto de balsamas es menos estar sobre la mesa donde están las demás, las barras pesan tienen un peso aproximado de 75 kilogramos, las barras de oro son más o menos de 14 kilogramos; por mas cuidado que se tenga en el manejo de ellas así como en el de las pesas, es tarea de haber observa que perjudican a las balsamas o las otras de operador que esta en ellas. Ahora hemos tratado en cuanto que regularmente hay pesas analizadores trabajando, indirectamente puede también operar el jefe de la oficina, con una dotación de 3 balsamas, teniendo que hacer algunos operados por duplicado, dos operadores para comprobación, es decir vertía mucho tiempo en esperar uno al otro.

En el plano que adjunto, en el señalado como cuarto de balsamas, están unos números, el número 1 es una balsamas analítica "Ensayer" de 1/25 de sensibilidad y carga máxima de 500 gramos, la usamos para análisis gravimétricos, estando dotada de un marco de pesas grado B; en cada balsamas existe una dotación de pinzas de acero número #102 ó del catálogo número 8, otras pinzas con punta de marfil # 1702 D, un pincel mango de pelo de camello, una brocha del mismo material y otra con mango de madera, una espátula # 1412 3 de 2 centímetros de largo, el interior de cada balsamas tiene un vasito de 150 c.c. con ácido sulfúrico de calidad Baker para análisis, esto se usa el fin de absorver la humedad, cada balsamas tiene un cubierta de fieltro verde; el núm. 2, es una balsamas para cerámica "Ensayer" de 1/500 de sensibilidad, carga máxima 1 gramo, nuestros cuatro frascos a esta máxima, los brazos de esta balsamas están divididos en 100 partes, el tambor para la ampolleta está substituido por una pinzas en otras dos balsamas, la balsamas número 2 la usamos muy poco y únicamente para trabajos muy delicados tales como en controlamos en 1 a 5 gramos por tomadas o el oro de las barras afinadas en que hay que tomar en cuenta los oros milésimos. esta balsamas tiene un marco de pesas grado A, de 1 gramo a 1 milígramo, que está

verificado por el Bureau of Standards de Washington, D. C., en esta balanza está suprimido todo lo que sea error de aparato, los errores dependerán únicamente del operador.

La balanza número 3 es una balanza Thompson de 1/500 de sensibilidad capacidad de un gramo, nunca se alcanza su máximo de capacidad. Sirve para pesar el oro de las barras mixtas y para pesar la muestra de oro que se toma al ensaye de las barras de oro, ocasionalmente se pesan botoncitos de plata cuando la balanza destinada a ello no es suficientemente sensible, tiene como accesorios un vidrio de aumento sobre los brazos a fin de facilitar la lectura de la pesada, asimismo está dotada de un porta-jinetes múltiple. Está dotada de un marco de pesas grado A.

La balanza número 4 es una balanza Thompson de 1/200 de sensibilidad, excepcionalmente pesamos en el máximo permitido un gramo. Esta balanza es usada para pesar las muestras de barras mixtas, los botones de plata en general; las muestras de plata mixta son una por cada cien o ciento veinte barras así es que no es impropio pesar semejante muestra, ya que un ligero error vá multiplicado por un peso muy grande, antes de implantarse ese sistema de muestras, que venían muestras de barra en barra nunca se pesaban dichas muestras en esta balanza, también aquí se pesan las muestras de oro de refundición provenientes de monedas y alhajas así como los testigos de plata. Está dotada de un marco de pesas de grado C.

La balanza número 5 es una balanza Thompson para polvos de 1/10 de sensibilidad y carga máxima de 50 gramos, esta balanza está destinada para pesar las muestras de minerales o productos no métálicos destinados a ser tratados por vía húmeda, es decir, en cantidades de 0.250 mgs. a 5 gramos, está dotada de dos marcos uno de 20 gramos a un miligramo y otro de un gramo a 1 miligramo de grado C.

La balanza número 6 es una balanza de ensaye de 1/100 de sensibilidad y de un gramo de carga máxima marca Ainsworth, es una de las balanzas que tienen más uso por eso nada más la destinamos a pesar productos metálicos puros que requieran alguna exactitud, así como los testigos para las soluciones de volumetría, está dotada de un marco de pesas grado B ya un tanto gastado (esto no quiere decir que las pesas sean de un peso grandemente diferente, las que así han sido encontradas se han repuesto por unas nuevas).

La balanza número 7 es una balanza analítica Ainsworth de 1/10 de sensibilidad carga máxima de 50 gramos, esta balanza también es de las más antiguas estando destinada a pesar las muestras de productos metálicos como Zn y Pb y también-

por tener platillos de cristal para pesar las substancias que sirven para preparar las soluciones titulantes, está dotada de un marco de 1 gramo a 1 miligramo, Grado C, y uno de 50 gramos a 1 miligramo, Grado C, por último la - balanza número 8, es una balanza Thompson para pesar polvos, de medio miligramo de sensibilidad y capacidad de - 200 gramos; está destinada para pesar las muestras que se van a tratar por fusión, está dotada con un marco de 50 - gramos a 1 miligramo, todas estas balanzas están paradas sobre unos pies de cristal, y tan pronto como una muestra ha sido pesada, se retira, sobre todo tratándose de las de mineral; así es que este cuarto a diferencia de algunos laboratorios, carece de anaqueles para guardar las muestras, el objeto ha sido evitar el polvillo que invariablemente se escapa de las muestras; la mesa que ve al oriente tiene dos cajones donde se guardan, como reserva, platillos para balanzas, pinzas, pies de cristal, papel lija, etc., para revolver las muestras, por un exceso de precaución, a pesar de que cuando son traídas lo han sido ya perfectamente, se cuenta con trozos de tela de hule.

El laboratorio propiamente dicho, es el lugar donde está la mayor parte del material de vidrio, lo más usual son los vasos de precipitación, las cacerolas de porcelana, frascos Erlenmeyer, vidrios de relox, etc. Para dar una idea de la cantidad de material que se necesita en una Oficina de éstas, voy a citar el caso que en este momento tenemos: se recibió procedente de la Aduana de Tampico una acta que ampara 72 - carros de mineral Concentrado de Zinc, al cual por la vía húmeda hay que determinarle, Zn, Cu y Pb, se empezaron a correr 60 muestras de una sola vez, por Cu y Pb, por lo tanto para esto se necesitan 60 vasos para el ataque, 60 para recibir el filtrado que contiene el Cu, 60 para recoger el líquido que queda al filtrar el Cu precipitado,, total 180 vasos de 250 cc. para un sólo operador, y no hay que olvidar que hay dos - Ensayadores más. Así que la lista que más adelante presento, dara idea del número de vasos que como mínimo creo necesarios.

No pretendo en la siguiente lista haber previsto todo lo necesario para surtir un laboratorio, siempre en un momento - dado, hay algo que no se supuso fuera necesario.

1 Aceitera de Cobre
1 Aparato Kipp, de 1000 cc.
1 Accesorio para lavar matraces
1 Afilador para sacabocados
24 Bandejas para secar muestras
3 Bombas para filtrar (Trompas de vacío)
6 Buretas de 3 vías, de 50 cc.
8 " de Mohor de 50 cc.

4 Buretas de Mohr de 25 c.c.
6 " Schelbach de 100 cc.
6 " " de 50 "
2 " " de 25 "
18 " para manejar ácidos, de 250 c.c.
24 Brochitas de pelo de camello.
6 Brochas de cerda, para botones de plata.
10 " planas de pelo de camello, de 25 cmts.
20 Cacerolas de porcelana Coors, de 75 c.c.
72 " " " "210 "
24 Cachuchas para bureta, de diversos tamaños.
6 Capsulas de porcelana, de 0.08 mts.de diam.
12 " " " de 12 cms. " "
4 " " " " 25 " " "
12 " " niquel, de 40 cc.
6 " " " de 100 cc.
12 Refacción para martillo Donaldson.
4 Cepillos mango madera para limpiar mesas y metates.
3 Cizallas para hojalatero.
1 Copelero de bronce de diversos tamaños.
4 Conexiones de bronce forma Y, de 6.3 mm. de diám.
4 " " " " T " " "
4 " " vidrio " Y " " "
4 " " " " T " " "
1 Conito de porcelana, para filtrar.
12 Cucharitas de cuerno, diversos tamaños.
1 Cuchillo para cortar vidrio.
1 " del mejor acero.
4 Cajas Crisoles de barro, carga 10 gramos.
100 Crisoles de porcelana, Coors de 30 cc.
20 " " " " 15 "
- Tapas para la mitad de ellos.
12 Crisoles de porcelana Gooch, de 35 cc.
24 Crisoles de porcelana " de 20 cc.
2 " " plombagina, carga de 50 gramos.
10 Crisoles de encuartación, A con tapa.
10 " " " B " "
10 " " " C " "
4 Charolas de fierro para copelas, con 16 depresiones.
3 Embuditos.
72 Embudos tallo largo, de 7.5 cms. de diám.
2 " de 18.4 cms. de diám.
2 " de seguridad de 2 bulbos.
3 " para filtrar con crisoles de Gooch.
2 Enfriadores para mufla.
4 Espátulas acero de 25 cms. de largo.
4 " " de 20 " "
14 " " de 12 " "
4 " de cuerno, grandes.
4 " " " chicas.
4 " de alambre, esp. para revolver crisoles.
2 Cajas de escorificadores, de 6 cms.

3 Cajas de escorificadores de 7.7 cms.
40 Frascos de vidrio de 2.5 lits. para soluciones.
4 juegos de frascos para reactivos, de 8 pzas. cada uno.
20 frascos de diversos tamaños, con tapón esmerilado.
3 " de Wolf de 2 bocas, de 500 c.c.
3 " " 3 " " 500 "
24 goteros Schuster de 30 c.c.
10 " " 50 "
4 juegos de guantes de asbestos.
2 imanes, forma herradura.
12 jinetes de platino de 1 miligramo, Grado A.
6 juegos de anillos para soportes.
1 juego de platillos, refacción para cada balanza.
2 láminas de fierro para poner copelas.
6 lentes de aumento.
2 manos para metate de fierro.
10 martillo de diversos tamaños y formas.
1 " Donaldson.
1 " Plathner.
12 matraces Kjeldahl, de 500 c.c.
12 " " de 250 "
2 " aforados de 1000 c.c.
4 " " " 500 "
2 " " " 250 "
1 matraz aforado de 100 c.c.
6 matraces para filtrar con crisoles Gooch.
24 matracitos de apartado de 20 c.c.
48 " " " " 30 "
48 " " " " 15 "
8 matraces, (frascos lavadores) de 2000 c.c.
8 " " " de 1000 "
6 " " " de 1500 "
6 " " " de 1000 "
3 mandiles de hule, o batas de lona.
2 mazos de madera, para hacer copelas.
6 quemadores Bunsen, chicos.
4 " " grandes.
1 mortero cobre, de 2 cms. con mano.
1 " porcelana, #3, de 15 cms.
2 niveles de 10 cms. de largo.
1 " de 24 cms. " "
2 payoneras con 6 depresiones cónicas.
3 payoneras con 12 depresiones cónicas.
1 payonera con 20 depresiones cónicas.
1 payonera con 6 depresiones cónicas, tipo pesado.
4 payoneras con 24 depresiones, p. botoncitos de plata.
2 pesafiltro de 40 c.c.
12 pinceles de pelo de camello.
8 pinzas de punta de marfil.
12 " " " de acero.
2 pinzas para desengrasar.
4 " " tubos de ensaye.

4 pinzas niqueladas para crisolitos.
12 " de fierro para crisolitos.
4 " de acero para botones de plata.
10 " de Mohr.
1 pipeta de 100 cc.
2 " de 25 cc.
1 " de 10 c.c.
1 " de 5 "
20 puntas de vidrio.
6 placas porcelana, para desecadores.
2 probeteros.
1 probeta de 10 cc.
2 " de 25 "
2 " de 50 "
2 " de 100 "
1 " de 250 cc.
2 " de 500 "
1 sacabocados de bronce, del núm. 1 al núm. 8.
1 soplete de mineralogía.
4 soportes de madera para 12 embudos cada uno.
4 " pié cuadrado, con anillos y pinzas p. buretas.
4 " pié triangular y pinzas para buretas.
1 quemador Fletcher.
2 tablas de madera, con 14 depresiones p. crisoles de barro.
4 tablas con cubierta de asbestos, para vasos.
100 tapones hule, del núm. 1 al núm. 12, surtidos.
2 tamices, de 60 mallas.
2 " de 80 "
1 " de 100 "
- Además tela de refacción, para los mismos
6 Tenazas Hofman, para tubo de hule.
2 " fierro de 1.10 de largo, para crisoles.
2 " " de 1.00 mts. de largo, para copelas.
2 " " de 1.00 " " para escorificadores
12 Tenazas para vasos.
2 tenedores de fierro de 1.00 mt. largo, para crisoles.
2 " " " " " " para escorificadores
4 tenazas Bunsen, Universal.
6 tijeras anchas.
12 tubos metálicos para gas.
36 tubos de ensaye de 16 cms. de largo.
24 triángulos de alambre, forrado, diversos tamaños.
1 vaso de precipitados Pyrex de 2 litros.
6 vasos de " " " 1 "
10 " " " " 800 c.c.
200 " " " " 400 "
250 " " " " 250 "
100 " " " " 200 "
50 " " " " 150 "
50 " " " " 100 "
- Vidrios de relox suficientes para los mismo.
24 vasos Phillips de 500 c.c.
24 " " " 250 "
12 Válvulas hule.
2 Yunques fierro de 25 cms. de largo.

Todos los artículos anteriores están inventariados con un costo menor de $5.00 por unidad, la siguiente lista está constituída por artículos, (aparatos) con costo manor de $5.00 por unidad:

1 Aparato Knorr para determinación de arsénico.
1 Alambique automático para destilar agua, calentamiento por gas y cap. de 4 litros por hora.
8 Balanzas de precisión y analíticas, ya descritas.
1 balanza Troemer para flujos, cap. 5 kilogramos.
1 " Fairbanks para barras de plata y marco de pesas respectivo.
1 báscula Fairbanks, cap. 500 kilos.
1 Cono de níquel para filtrar
1 " de platino " "
1 Crisol de platino de 60 c.c.
1 Capsula de platino de 60 c.c.
3 Desecadores Scheiber de 22 cm. de diám.
1 desecador Fresenius de 12 cm. de diám.
1 estufa de cobre, doble pared, tamaño medio.
1 estufa eléctrica para desecar, con termostato.
3 estufas de gas, especiales para laboratorio.
3 estufas de 1 quemador, para gas.
1 embudo de porcelana Buchner.
1 Baño María de 1 juego de anillos.
1 " " nivel constante, con 4 juegos de anillos.
4 metates de fierro.
1 lámpara luz solar, con un bulbo extra.
1 aparato para colocar 6 patraces Kjeldahl.
1 laminador.
1 máquina Iller para hacer copelas.
1 mortero de ágata, chico.
1 taladro.
2 sopletes de gasolina.
4 termómetros de diversos tipos.

Sin estar incluído en aparatos, tambien debemos de considerar los hornos de mufla y otros pequeños útiles, como cubetas desarmadores, cucharas de albañil, etc.

En el cuarto de hornos están todos los utensilios propios del tratajo que allí se efectúa, tenazas, martillos, cubeta para enfriar las tenazas, etc.

En el cuarto de muestras, se encuentran pequeños útiles, como cepillos, además la balanza para flujos, la báscula, con sus respectivos juegos de pesas, el alambique para destilar agua, la estufa eléctrica para desecar, etc.

El archivo de muestras de oro y plata se lleva en el cuarto destinado al Jefe; para plomo, plomo antimonial, en el archivo general, y para minerales y zinc metálico, en el almacén que está en el laboratorio.

Entre los libros que existen en la biblioteca, referentes a ensaye y química general, se encuentran los siguientes:

CLASSEN.- Análisis Químico,
LOW.- Technical Methods of Ore Analysis,
CAMPRENDON.- Guide Practique du Chemiste Metallurgiste et de L'essayeur.
PHILLIPS.- Gold Assaying.
FURMAN.- Manual of Practical Assaying.
RICKETTS.- Notes of Assaying.
BERINGER.- Text Book of Assaying.
SAIDELL.- Solubilities of Inorganic & Organic Substances,
BUGBEE.- Text Book of Fire Assaying.
MEADE.- Technical Analysis of Brass and Non Ferrus Alloys.
SCOTT.- Standard Methods of Chemical Analysis (2 tomos)
OLSEN.- Quantitative Chemical Analysis,
MOLINARI.- Química General Aplicada a la Industria (4 Tom)
GABBA.- Manual del Químico Industrial.
VALDEZ.- Notas Sobre Ensaye.

Para dejar completo este Capítulo voy a incluir las substancias que tenemos en existencia y que se ha procurado sean suficientes para un consumo regular de 4 meses:

Acético ácido, 5 frascos
Amonio, Hidróxido de, 12 frascos.
" Acetato de 8 kilos
" Carbonato de 0.500 kilos.
" Cloruro de 10 kilos.
" y fierro, Sulfato de, 1 kilo.
" Molibdato de, 2 kilos.
" Nitrato de, 0.500 kilos.
" Oxalato de, 0.500 kilos.
" y Sodio, Fosfato de, 100 gramos.
" Sulfuro de, amarillo, 2 kilos.
" " " obscuro, 1 kilo.
" Thiocianato de, 500 gramos.
Antimonio metálico, 200 gramos.
Arsenioso Acido, 100 gramos.
Asbestos, fibra de, 500 gramos.
Azufre, 500 gramos.
Bario, carbonato de, 100 gramos.
" Cloruro de, 500 gramos.
" Nitrato de, 100 gramos.
Bismuto metálico, 100 gramos.
Borax, 25 kilos.
Bromo puro, 3 kilos.
Calcio, Cloruro de, 250 gramos.
Ceniza de hueso, 50 kilos.
Clorhídrico, ácido, 18 frascos.
Cobre metálico, 100 gramos.

Crisoles de barro para 10 gramos, 700.
" " " " 20 gramos, 200.
Cuproso, Cloruro de, 250 gramos.
Dimetilglioxima, 100 gramos.
Escorificadores de 5 gramos, 500
" 7 " 500
Estanoso, Cloruro de, 500 gramos.
Estaño metálico, 200 gramos.
Fenolphtaleína, 10 gramos.
Férrico, óxido de, 25 gramos.
Fluorhídrico, Ácido, 500 gramos.
Fosfórico Acido, 1 kilo.
Hidracina, sulfato de, 100 gramos.
Hierro, persulfato de, 500 gramos.
" sulfuro de, comercial, 10 kilos.
Lana de vidrio, 200 gramos.
Manganoso, sulfato de, 250 gramos.
Metilo, naranjado de, 25 gramos.
Mercurio, Bicloruro de, 500 gramos.
Nítrico, Acido, 20 frascos.
Oxálico, ácido, 500 gramos.
Papel filtro # 0. 12 cms. 3000 hojas.
" " # 2, " " 500 "
" " #597, " " 4000 "
" " #597, de 20 cms. 100 "
Plata metálica, 224 gramos.
" Nitrato de, 100 gramos.
Plomo, acetato de, 250 gramos.
Plomo granulado, 30 kilos.
" laminado, 7.500 kilos.
" Sulfato de, 500 gramos.
Potasio, Dicromato de, 500 gramos.
" " " comercial, 2 kilos.
Potasio Bromuro de, 100 gramos.
" Bromato de, 1 kilo.
" Carbonato de, 500 gramos.
" " comercial, 20 kilos.
" Cianuro de, 500 gramos.
" Clorato de, (Tech) 5 kilos.
" Cromato de, 500 gramos.
" Ferricianuro, 500 gramos.
" Ferrocianuro, 5 kilos.
" Hidróxido de, 500 gramos.
" Nitrato de, 250 gramos.
" " " comercial, 10 kilos.
" Permanganato de, 500 gramos.
" Sulfato de, 250 gramos.
" Yoduro de, 2.500 kilos.
Sodio, acetato de, 1 kilo.
" bisulfito de, 500 gramos.
" bicarbonato comercial, 50 kilos.
" carbonato de, 500 gramos.

Sodio, Cloruro de, 250 gramos.
" Hidróxido, 500 gramos.
" Hiposulfito de, comercial, 10 kilos. (Nombre comer.)
" Thiosulfato de, 1 kilo.
" Peróxido de, 500 gramos.
" Sulfito de, 2.500 kilos.
" Sulfato de, 500 gramos.
" Sulfuro de (Anhidro) 500 gramos.
Sulfúrico Acido, 8 frascos.
Tánico Acido, 100 gramos.
Tartárico Acido, 250 gramos.
Uranio Acetato de, 200 gramos.
Yodo resublimado, 200 gramos.
Zinc Oxido, 500 gramos.
" metálico, 100 gramos.

En las substancias que no hay anotación, se trata de calidad, Q.P. Tenemos incluídos tambien, los artículos siguientes, Alambre de Platino, 1 gramo, Cartón de asbestos, grueso medio, 10 kilogramos, Varilla y tubo de vidrio, surtidos, 3 kilogramos, Tubo de hule, paredes gruesas, delgado y medio, 10 metros de cada clase, papel reactivo, 5 blocks, lápices para marcar en vidrio, 1 docena, 2 kilos de claves grandes; algunas de las substancias consideradas, no se agotan en todo el año, pero no deben de faltar y por eso quedan anotadas.

En material de vidrio, por su mayor resistencia, se ha preferido la calidad "Pyrex", en substancias, salvo el yoduro de potasio, se prefiere la marca "Baker".

----oOo----

DETERMINACIONES CUANTITATIVAS DE LOS SIGUIENTES ELEMENTOS.-

Cu	Zn	Sn	As	Se	Fe
Ag	Cd	Pb	Sb		
Au	Hg		Bi		

C Mo Mn W

Antes de abordar su determinación cuantitativa, quiero dar unas ideas generales sobre las operaciones usuales en análisis cuantitativo.

El análisis cuantitativo tiene por objeto determinar proporción en que se encuentran uno o más constituyentes en una substancia dada.

En análisis cualitativo se determinan únicamente las substancias presentes, comprobando en cada caso con reacciones propias, la real existencia de la substancia.

A menos que se trate de substancias conocidas, o bien de determinar un elemento por el cual tenemos interés, debe preceder al análisis cuantitativo, un análisis cualitativo.

El analisis cuantitativo se divide en dos grandes ramas, Gravimétrico y Volumétrico, a veces se combinan, es decir, parte de la terminación es gravimétrica (Fe y Al) y despúes el otro elemento se determina volumétricamente, (Fe).

En el análisis gravimétrico, la substancia por determinar se separa del resto y se pesa, esta separación puede ser simplemente como elemento o bien en forma de un compuesto estable de composición perfectamente definida y en un estado de pureza absoluta. En el análisis volumétrico, se usa una solución que contiene una cantidad conocida de una substancia, que es capaz de reaccionar en una forma definida con la substancia que va a determinarse. El volúmen de la llamada solución valorante, se mide al final de la reacción, calculándose el peso del metal investigado. El final de la reacción se conoce, por regla general, por medio de una tercera substancia, la cual reacciona de una manera muy sensible con el menor exceso de la substancia valorante.

Ventajas de un método sobre otro.

Tanto en un método como en el otro se pueden obtener resultados muy exactos, independientemente de la habilidad del operador, sin embargo, no todos los elementos es posible tratarlos indistintamente por cualquiera de los procedimientos, sino que nos vemos obligados a seguir uno de ellos: La determinación del Se es posible gravimétricamente, la del yodo, es posible volumétricamente, en cambio el Pb es posible determinarlo por cualquiera de los dos métodos.

En general las operaciones del análisis gravimétrico, son más simples, en cambio las del análisis volumétrico, son más rápidas, para determinaciones en gran número se prefiere el - segundo método, en caso contrario, es preferible el gravimétrico.

Habilidad y conocimientos necesarios.-

Para tener el mayor éxito posible en análisis, es menester una gran práctica y conocimientos químicos que le permitan al operador decidir, el final de una reacción, la absoluta pureza del producto final obtenido y salvar los pequeños escollos que en un momento dado se presentan. Una de las causas de -

error es la impaciencia del operador, todo método tiene un límite de tiempo para ser llevado a su final, el cual no puede ser disminuído por la habilidad del operador, sin introducir causas muy sensibles de error.

Seguridad.-

Aparte del criterio del operador para escoger el método más apropiado, es necesario que esté absolutamente seguro de la exactitud de los aparatos de medición empleados, de la limpieza de los útiles y sobre todo, de la pureza de los reactivos, en esta Oficina donde presto mis servicios, se ha extremado la limpieza en el cuarto de balanzas, además de exigir a los mozos un extremo cuidado al limpiar el material de vidrio, y por la confianza que inspira así como para tener una sóla especie de reactivos, se usan de calidad Q.P., de la Casa Baker. Probablemente no se dé mucha importancia y sin embargo evita muchas molestias, el llevar los resultados obtenidos en un cuaderno apropiado; en algunas empresas mineras, hasta un modelo especial se les dá a los ensayadores; la clasificación el número de registro y los resultados en buen órden, con el título del frasco con que se hayan hecho las determinaciones, es lo que comúnmente anota el personal del laboratorio de esta Oficina, estos datos son personales, las leyes finales son llevadas en un libro especial en donde estan: el acta que ampara el producto presentado, fecha de recibo de las muestras, número de registro de cada muestra, calidad del producto, procedencia y nombre del remitente; al lado de cada muestra, se anotan las leyes correspondientes con las iniciales del ensayador, y fecha del ensaye.

Límite de exactitud.-

Al principio de este trabajo se encuentra un cuadro de tolerancias que admite la Secretaría de Hacienda, como es natural, eso no es mas que una guía, ya que por el propio prestigio personal y por no crear un pernicioso hábito, debe procurarse, dentro de los límites de exactitud del procedimiento usado, la mayor exactitud en los resultados.

La pesada.-

Se entiende por pesada la operación de comparar una cantidad en masa con otra a la que se le ha dado un valor fijo, ésto se efectúa en un aparato llamado balanza. La balanza para usos químicos difiere de las de uso común por su tamaño, por el material de que está construída, y sobre todo por su sensibilidad, las condiciones que deben llenar estas balanzas, son, exactitud y sensibilidad, es decir, que se tenga la seguridad de que la comparación entre la substancia pesada y las pesas, es correcta, y que dentro de los límites que marca el modelo de balanza usada, el aumento o disminución de una pequeña parte de la masa, es suficiente a dar una desviación observable en el punto donde se marca el equilibrio.

La primera condición queda satisfecha cuando: (a) Los brazos de la balanza son de igual longitud y peso, (b) El punto de apoyo está por encima del centro de gravedad, (c) El punto de apoyo y los puntos de suspensión están en un mismo plano siendo los puntos de suspensión, paralelos entre sí.

La segunda condición se satisface: (a) Mientras más largos sean los brazos de la balanza, (b) Mientras menor sea su peso, (c) Mientras menor sea la distancia del centro de gravedad al punto de apoyo.

Como se trata de pesadas rápidas para usos comerciales, pesamos directamente, en cambio los marcos de pesan, son de la mejor calidad para el trabajo a que se destinan, las balanzas están siempre bien niveladas y perfectamente limpias.

Filtración.- La filtración es una operación que consiste en separar, la parte sólida que se encuentra en el seno de un líquido; en análisis gravimétricos se usa la parte sólida, en cambio en análisis volumétricos, se utiliza generalmente la parte líquida.

La filtración común consiste en usar un embudo de vidrio al que se le coloca una hoja de papel filtro, una cuestión muy importante es el lavado del resíduo en el filtro, si se utiliza éste, es decir, el resíduo sólido, es natural que debe quedar exento de substancias extrañas, y si ese líquido que pasa de los lavados es la parte que vamos a utilizar, debe intentarse obtener la totalidad de la substancia soluble; el papel filtro no debe nunca rebosar el borde del embudo, es preferible que quede unos cinco milímetros más abajo, tambien debe evitarse usar un tamaño desmedido con relación al volúmen del resíduo así como el caso contrario, es decir , utilizar un filtro que facilmente se llene con el volúmen del resíduo, al estar operando es conveniente no llenar hasta los bordes del filtro con el líquido, como regla general debe seguirse, la de procurar hacer pasar la mayor cantidad de líquido decantando, lavar en el vaso, si es posible, el resíduo y solamente para los lavados finales bajar al filtro el resíduo, la solución debe pasar del filtro completamente clara, si es el líquido el que se va a utilizar, es conveniente lavar - con una pequeña cantidad de la substancia que se usa como solvente, si es el precipitado el que se va a utilizar se lavará con una pequeña cantidad de la substancia que se use para precipitar; si se usa agua, en análisis gravimétricos sobre todo, se usará agua destilada, en análisis volumétricos no es tan necesario para algunos casos.

Cuando se trata de análisis gravimétricos, el resíduo del filtro es recogido con éste, que será de la mejor calidad y con peso de cenizas conocido, se seca en una estufa a una temperatura no mayor de 110°C. Para substancias volátiles se pe-

será en estas condiciones, cuidando de comparar el peso del filtro con otro que se haya humedecido y puesto a secar junto con el otro; en caso de tener que calcinar el precipitado, de ser posible, se bajará éste del filtro lo más que se pueda al crisol, el filtro se quema sosteniéndolo con un alambre de platino, recogiendo las cenizas en el mismo crisol, y ya todo junto se calcina, esta operación se efectúa en un crisol de porcelana o de platino que se calienta al rojo con un soplete que de la temperatura suficiente, el resíduo, salvo en los casos en que la substancia final sea de color, debe aparecer blanco, si aparecen puntos negros, son debidos al carbón del filtro, por lo tanto es de recomendarse mantener por un tiempo, más o menos largo, la temperatura máxima, una vez conseguida la buena calcinación, se retira el crisol y sin estar al rojo se deja enfriar en un desecador, una vez frío puede pesarse. Con las variaciones própias del crisol, la filtración en crisol de Gooch es semejante a la anterior, teniendo la ventaja de no mover el resíduo del lugar donde ha sido filtrado.

----oOo----

DETERMINACION DEL COBRE.

Cu. Peso Atómico: 63.57, Núm. de Orden 29. Densidad 8.93

Volúmen atómico: 7.14 Punto de fusión, 1083°C.

Reacciones principales de las sales cúpricas.

Reactivo general del grupo a que pertenece: H_2S. en solución neutra o ácida da Sulfuro de cobre negro.

$$CuSO_4 + H_2S = \underline{CuS} + H_2SO_4$$

Con los hidróxidos alcalinos dá una coloración azul:

$$Cu(NO_3)_2 + 2\ NaOH = Cu(OH)_2 + 2\ NaNO_3$$

Sin que sea realmente una reacción del cobre, pero que sirve para determinar cuantitativamente su presencia, tenemos la siguiente:

$$2\ CuSO_4 + 4\ KI = 2\ CuI + 2\ K_2SO_4 + I_2$$

Como se ve, por 2 átomos de cobre, tenemos 2 de Iodo libre, que es el que se cuantea.

Para la determinación de éste elemento se conocen métodos gravimétricos, eléctrolíticos y volumétricos, sobre los

electrolíticos nunca he tenido oportunidad de hacerlos y además, no sería su uso aplicable a éstas Oficinas de Ensaye. En los métodos volumétricos se distinguen, el procedimiento del yoduro de potasio y el de cianuro.

METODO DEL CIANURO.

El cobre es obtenido en una solución azul amoniacal, y su valor es estimado por medio de una solución de cianuro de potasio, hasta que éste se ha combinado totalmente con el cobre, desapareciendo en ese momento la coloración azul.

$$2\ Cu\ (NH_3)_2(NH_3)_2\ SO_4.H_2O + 7\ KCN = K_3NH_4Cu_2(CN)_6 +$$

$$NH_4CNO + 2\ K_2SO_4 + 6\ NH_3 + H_2O$$

Sin embargo, no siempre se consiguen resultados exactos; Low, a este respecto dice:

(1) Una solución concentrada requiere mayor cantidad de cianuro, que una diluída.

(2) Una solución caliente requiere menos cianuro que una fría.

(3) Para cualquier caso, una adición rápida de cianuro, baja de color la solución y por simple reposo continúa atenuándose el color y quizá hasta llegue a desaparecer completamente.

(4) Si la cantidad de cianuro agregada es insuficiente para decolorar completamente la solución, aún después de dejarla reposar, la titulación debe darse por terminada sin alterar el resultado final.

De donde se deduce que esta titulación está sujeta: a la temperatura, rapidez de la adición del cianuro y del volumen final de la solución. En un clima tan extremadamente cálido como éste, en que por espacio de cuatro meses tenemos temperaturas medias de 32 a 38°C, con máximo de 42°C, este procedimiento debe desecharse.

Procedimiento de Low. - Valoración de la solución. Se disuelven 21 gramos de Cianuro de Potasio Q.P. en agua, hasta completar un litro. Se pesan con exactitud 0.2 gramos de cobre metálico en hoja (cobre electrolítico) y se disuelven con 5 c.c. de ácido nítrico concentrado, en un frasco de 200 c.c. una vez disuelto el cobre se diluye con 25 c.c. de agua y se agregan 5 c.c. de una solución saturada fría, de agua de Bromo. Se hierve hasta que el bromo es aparentemente expulsado. Ahora se agregan 50 c.c. de agua fría y 10 c.c. de Hidróxido de Amonio concentrado, se enfría a temperatura ambiente

electrolítica nunca ha tenido oportunidad de notoriedad y más aún, no sería en vano aplicarlo a datos 0 lectores de dinero. Así los métodos volumétricos se distinguen, el cromofórmico del yoduro de potasio y el de cianuro.

MÉTODO DEL CIANURO.

Al cobre se obtenido en una solución ácil amoniacal, y en valor se estimado por medio de una solución de cianuro de potasio, hasta que éste ha de combinado totalmente con el cobre, desaparecido en ese momento la coloración azul.

$$2\ Cu\ (NH_3)_2(NH_4)_2\ SO_4 \cdot H_2O + 7\ KCN = K_3NH_4Cu_2(CN)_6 + KNH_4CNO + 2\ K_2SO_4 + 5\ NH_3 + H_2O$$

Sin embargo, no alcanza se obtenemos resultados exactos; Low, a este respecto dice:

(1) Una solución concentrada requiere mayor cantidad de cianuro, que una diluída.

(2) Una solución caliente requiere menos cianuro que una fría.

(3) Para cualquier caso, una solución rápida de cianuro, hasta de color la solución y por simple repaso contínua estimulo el color y quizá hasta llegue a desaparecer completamente.

(4) Si la cantidad de cianuro agregada es insuficiente para descolorar completamente la solución, aún después de haberla repasado, la titulación dada darse por terminada sin alterar el resultado final.

De donde se deduce que esta titulación está sujeta a la temperatura, rapidez de la adición del cianuro y del volumen final de la solución. En un clima tan extremadamente cálido como éste, en que por espacio de cuatro meses tenemos temperaturas medias de 32 a 38°C, con máximo de 44°C, más procedimiento debe desecharse.

Procedimiento de Low. - Valoración de la solución. Se disuelven 21 gramos de cianuro de potasio C.P. en agua, hasta completar un litro. Se pesan con exactitud 0.5 gramos de cobre metálico en hoja (cobre electrolítico) y se disuelven en 5 c.c. de ácido nítrico concentrado, en un frasco de 200 c.c. una vez disuelto el cobre se diluye con 25 c.c. de agua y se agregan 5 c.c. de una solución saturada fría, de sosa de Amoníaco. Se hierve hasta que el cobre se amarillamente ahora se agregan 50 c.c. de agua fría y 10 c.c. de Hidróxido de Amonio concentrado, se enfría a temperatura ambiente

Se titula con la solución de cianuro, dejando caer ésta despacio y tan pronto se va a alcanzar el punto final, se conoce por la atenuación del color azul, se agrega agua hasta hacer un volúmen más o menos de 150 c.c., se continúa la titulación dejando caer gota a gota y agitando hasta que el color azul no llega a percibirse. Por supuesto, es muy necesario que no haya prisa ni dilación en esta final adición de cianuro. Simplemente se debe adoptar una manipulación regular, que pueda repetirse en todas las subsecuentes titulaciones. La solución valorada se guarda en un lugar fresco y al abrigo de la luz, se recomienda revalorarla por lo menos una vez a la semana.

Vamos a suponer que pesamos 200.12 miligramos de cobre y consumieron 19.8 centímetros cúbicos de Cianuro, entonces el valor de 1. c.c. se encontrará así:

$$19.8 : 200.12 :: 1 : X$$

$$\frac{200.12 \times 1}{19.8} = 1.0106$$

Tratamiento de un mineral.

Según la riqueza se toma un gramo o medio gramo de mineral, se trata en un frasco de 200 c.c. con 10 c.c. de ácido Nítrico concentrado. Se calienta suavemente hasta que la descomposición parece ser completa, entonces se agregan 7 c.c. de Acido Sulfúrico concentrado, se continúa el calentamiento hasta el desprendimiento de copiosos humos blancos de anhidrido sulfuroso. Se retira del fuego, se deja enfriar, (Si es necesario antes de agregar el ácido sulfúrico, para completar la descomposición se agregan 10 c.c. de ácido clorhídrico concentrado), se agregan 20 c.c. de agua, se hierve, si se supone que hay plata en una proporción mayor de 1% se agrega ácido clorhídrico para precipitarla, la presencia de ésta, si no se toma ésta precaución hará aparecer la ley de Cobre más alta, se calienta hasta que todo el sulfato de Fierro anhidro que haya presente, esté en solución, se filtra, lavando el frasco y el filtro con agua caliente, el filtrado se regresa al frasco original, el volúmen no debe exceder mucho de 60 c.c. Se ponen en el frasco 3 hojas de aluminio y se calienta todo. Se hierve por espacio de 5 a 10 minutos, de acuerdo con el volúmen de líquido y la apariencia del Aluminio. Cuando el Cobre está totalmente precipitado, el aluminio generalmente aparece limpio brillante, en caso contrario, se agita para desprender el cobre adherido. Se retira de la estufa, se agregan 15 c.c. de agua sulfihídrica concentrada a fin de asegurar la completa precipitación del cobre, se deja reposar por un momento, se decanta a través de un filtro de 9 centímetros, reteniendo en el frasco el aluminio y lo más que se pueda del cobre, se lava el cobre precipitado

la titula con la solución de cianuro, después unos días después y tan pronto se ha alcanzado el punto final, se nota que por la aparición del color azul, se agrega agua hasta hacer un volumen más o menos de 150 c.c., se continúa la titulación dejando caer gota a gota y agitando hasta que el líquido no llega a parecidirse. Por supuesto, es muy posible que no haya prisa al disolver en esta final adición de cianuro. Simplemente se debe adicionar una cantidad mayor, que pueda reportarse en todos los automáticos [illegible] nada. La solución valorada se guarda en un lugar fresco y al abrigo de la luz, se recomienda revalorizarla por lo menos una vez a la semana.

Vamos a suponer que pesamos 200.12 milígramos de cobre y consumieron 19.8 centímetros cúbicos de cianuro, entonces el valor de 1. c.c. se encontrará así:

$$19.8 : 200.12 :: 1 : X$$

$$\frac{200.12 \times 1}{19.8} = 1.0106$$

Tratamiento de un mineral.

Según la riqueza se toma un gramo o medio gramo de mineral, se trata en un frasco de 200 c.c. con 10 c.c. de ácido nítrico concentrado. Se calienta suavemente hasta que la descomposición parece ser completa, entonces se agregan 7 c.c. de Ácido Sulfúrico concentrado, se continúa el calentamiento hasta el desprendimiento de copiosos humos blancos de anhídrido sulfúrico, (si es necesario antes de agregar el ácido sulfúrico, para completar la descomposición se agregan 10 c.c. de ácido clorhídrico concentrado), se agregan 20 c.c. de agua, se hierve, si se supone que hay plata en una proporción mayor de 1% se agrega ácido clorhídrico para precipitarla, la presencia de esta, si no se toma esta precaución hace aparecer la ley de cobre más alta, se calienta hasta que todo el sulfato de trióxido sulfúrico que haya presente, esté en solución, se filtra, lavando el frasco y el filtro con agua caliente, el filtrado se regresa al frasco original, al volumen no debe exceder mucho de 60 c.c. Se ponen en el frasco 3 gotas de alumbre y se calienta todo. Se hierve por espacio de 5 a 10 minutos, de acuerdo con el volumen de líquido y la amplitud del hervimiento. Cuando el cobre está totalmente precipitado, el sulfuro generalmente aparece limpio brillante, en caso contrario, se agita para desprender el sobre adherido. Se retira de la estufa, se agregan 15 c.c. de agua amoniacal concentrada a fin de asegurar la completa precipitación del cobre, se deja reposar por un momento, se decanta a través de un filtro de 9 centímetros, reteniendo en el frasco el sulfuro lo más que se pueda del cobre, se lava el cobre [illegible]

dos o tres veces por decantación con una solución débil de agua sulfihídrica usando 25 cc. cada vez, escurriendo lo más que se pueda la última vez. Ahora se pone el frasco debajo del embudo y se pasan por éste 10 cc. de una solución de partes iguales de ácido nítrico y agua, no se lava el filtro en este punto, sino que el frasco es substituído por un vaso de precipitación, el frasco es calentado muy ligeramente a fin de disolver el Cobre, evitando un calentamiento mayor que haría que fuera atacado el alumínio, cuando se ha disuelto completamente el Cobre se pasa el contenido total del frasco al vaso de precipitación, lavando el labio del frasco, después la solución del vaso se pasa nuevamente al frasco pero reteniendo el aluminio, se lava el aluminio y se pone nuevamente el frasco debajo del embudo, se pasan por el filtro 5 c.c. de una solución saturada fría de agua de Bromo, una vez que ha pasado se lava con agua caliente. El Bromo es para limpiar de azufre oscuro dejado por el sulfuro de cobre en el filtro. En la anterior operación hay que evitar hacer crecer el volúmen de la solución más de lo necesario. Se hierve la solución del frasco hasta que todo el bromo ha sido expulsado, enfríase y se agregan 10 cc. de hidróxido de amonio concentrado, se enfría hasta temperatura ambiente, se titula en frío con la solución valorada de cianuro, siguiendo las mismas precauciones que para la valoración de la solución se indicaron.

Sucede a menudo que al llegar al punto final la solución es mas o menos nebulosa, en este caso, para obtener un resultado exacto, se debe filtrar. Si la titulación ha ido muy lejos antes de esta filtración, el tinte azul es absorvido, perdiéndose el ensaye, por el contrario, si se filtra antes, es probable que vuelva a aparecer la nebulosidad, al filtrar un sólo lavado es generalmente suficiente, se termina la operación como de costumbre. Por último, el número de c.c. usados multiplicado por el factor de la solución de cianuro, nos dará la cantidad de cobre presente en el mineral tomado.

METODO DEL YODURO DE POTASIO.

Procedimiento de Scott.

El procedimiento depende del hecho de que las sales cúpricas tratadas con yoduro de potasio, liberan yodo, el yoduro cuproso formado es insoluble en ácido acético diluído.

(1) $2\ Cu\ (C_2H_3O_2)_2 + 4\ KI = Cu_2I_2 + 4\ K\ C_2H_3O_2 + I_2$

Como se ve, por 2 Cu presentes hay libres al final 2I.

El yodo libre se titula con una solución valorada de Thiosulfato de sodio.

(2) $2\ Na_2S_2O_3 + I_2 = Na_2S_4O_6 + 2\ NaI$

El método es sumamente exacto. Solamente unos pocos elementos interfieren, tales como Se, As trivalente, Sb y Fe; Pb, Hg y Ag aumentan el consumo de Yoduro de Potasio, y únicamente interfieren por la coloración de sus yoduros.

Una solución N/10 contiene 24.82 gramos de Sal de Thiosulfato de Sodio por litro, de acuerdo con la reacción (2) 1 c.c. de ésta será equivalente a 0.006357 de Cu.

Si se desea la solución tenga una concentración tal que 1 c.c. igual a 0.001 gr. de Cu, se disuelven 39.2 gr. de Thiosulfato de Sodio en 1 litro de agua, pero si se va a tomar medio gramo de muestra, es conveniente tener la solución para que 1 c.c. sea equivalente a 0.005 de cobre, o lo que es lo mismo, 1 c.c. equivalente a 1.% de Cu.

248 : 63.57 :: X : 0.005 X = 19.5 por litro. Se agregan, para conservar la solución, 4 gramos de sosa caústica.

Valoración de la solución.

Método del Cobre.

Ya sea que se trate de una solución normal /10 o una que contenga 19.5 gramos de la sal por litro, se valora de la siguiente manera; se pesan 0.2 gramos a 0.25 gramos de cobre puro (electrolítico). Disuélvese el cobre en un frasco con 5 c.c. de ácido nítrico concentrado, se calienta hasta expulsar los humos pardos, se diluye a 50 c.c., se agrega hidróxido de amonio en un pequeño exceso, se hierve hasta que el olor de hidróxido de amonio es muy débil, y se agregan 5 c.c. de ácido acético glacial, o lo que sea suficiente para hacer la solución ácida, (probando con papel Litmus,) nuevamente se hierve más o menos un minuto. Enfríase a temperatura ambiente, se agregan a la solución 6 c.c. de una solución de yoduro de potasio al 50 %, o sean más o menos de 3 a 4 gramos de yoduro sólido, se titula con la solución valorada de Thiosulfato. Cuando el color café se ha debilitado, se agrega una solución de almidón y se termina la titulación hasta que el color azul, lila al final, desaparece con una gota de reactivo. El cálculo para la solución de 19.5 será así:

N c.c. de Thiosulfato : P peso de Cu :: 1 cc de Thiosulfato : X de Cu.

$$X = \frac{P \text{ gramos de Cu X 1.cc de solución}}{N \text{ cc. de solución.}}$$

Procedimiento para minerales de Cobre.

(a) $Na_2S_2O_3 + I_2 = 2NaI + Na_2S_4O_6$

El método de sustituciones directas, especialmente cuando se sustituye iodo, iodato con SO_2, se utiliza para la determinación de iodo, iodato y iodurato.

Ejemplo 1. Una muestra de cobre, que se sospecha contiene iodurato, se disuelve en agua y se trata con un exceso de SO_2. Se hierve para eliminar el exceso de SO_2 y se titula el iodo con tiosulfato.

Una solución X/10 contiene 24.82 gramos de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ por litro. La equivalencia con la reacción (a) i.e. de esta sale equivalente a 0.00357 de Cu.

Si se disuelve la solución tanto una concentración tal que 1 c.c. iguale a 0.001 gr. de Cu, se diluyen 70.2 gr. de tiosulfato de sodio en 1 litro de agua, pero si se ve. a sumar mucho grado de muestra, se convertirán tanto la solución para que 1 c.c. sea equivalente a 0.005 de cobre, lo que es lo mismo, 1 c.c. equivalente a 1 % de Cu.

Así : 0.357 :: X : 0.005 X = 19.5 por litro. Se sospecha, para conservar la solución, 4 gramos de sosa cáustica.

Valoración de la solución.

Método del cobre.

Se sea que se trata de una solución normal (10 o una que contenga 19.5 gramos de la sal por litro, se valora de la siguiente manera; se pesan 0.2 gramos a 0.25 gramos de cobre puro (electrolítico). Disuélvese el cobre en un frasco con 5 c.c. de ácido nítrico concentrado, se calienta hasta evaporar los humos pardos, se diluye a 50 c.c., se agrega una cantidad de amonio en un pequeño exceso, se hierve hasta que el olor de hidróxido de amonio se muy débil, y se agrega 5 c.c. de ácido acético glacial, o lo que sea suficiente para hacer la solución ácida, (probando con papel litmus), nuevamente se hierve más o menos un minuto. Enfríese a temperatura ambiente, se agregan a la solución 5 c.c. de una solución de yoduro de potasio al 50 %, o sean más o menos 2 gramos de yoduro sólido, se titula con la solución valorada de Tiosulfato. Cuando el color rosa se ha desvanecido, se agrega una solución de almidón y se termina la titulación hasta que el color azul, lila al final, desaparezca por la reacción. El cálculo para la solución de 19.5 gramos así:

2 c.c. de Tiosulfato : 2 pesa de Cu :: 1 cc de Tiosulfato : X de Cu.

$$X = \frac{\text{2 pesa de Cu X 1.cc de solución}}{\text{2 cc. de solución.}}$$

Procedimiento para minerales de cobre.

Solución de la muestra.

Se pesa medio gramo del mineral pulverizado (si se va a utilizar la solución N/10 de Thiosulfato, es conveniente pesar el factor de peso, 0.636 para que un c.c. de reactivo equivalga a 1.% de cobre), se disuelve en 10 c.c. de ácido clorhídrico y 5. cc. de ácido nítrico, calentando suavemente para efectuar la solución, agregando más ácido si es necesario. Se agregan 10 c.c. de ácido sulfúrico y se evapora hasta copiosos humos blancos de anhidrido sulfuroso, caliéntase hasta que el azufre libre que hubiera precipitado, desaparezca. Se deja enfriar. Se diluye con 30 ó 40 c.c. de agua, se calienta hasta ebullición y se mantiene así hasta que el sulfato de fierro anhidro está disuelto, (el cobre debe estar todo en solución), se filtra en un pequeño vaso de precipitación y se lava el resíduo por lo menos 6 veces con agua caliente, utilizando pequeñas porciones cada vez.

El volúmen del filtrado necesita no excederse de 70 a 100 c.c., contiene todo el cobre.

Precipitación del Cobre metálico. - Se coloca en el vaso de precipitación que contiene la solución de cobre una hoja de aluminio puro de 4 centímetros cuadrados, o bien de 1 a 2 gramos de aluminio granulado, si se usa la hoja se doblan las esquinas en ángulos rectos a fin de evitar que no se aplaste sobre el fondo del vaso (la hoja puede usarse varias veses, ya que es poco atacada por el ácido nítrico que se agrega después). Caliéntase la solución hasta ebullición, cubriéndose el vaso y se tiene así por 10 minutos. Todo el cobre ha sido precipitado y una cantidad equivalente de aluminio ha sido disuelta, si la acción es lenta se agregan de 2 a 3 gotas de ácido clorhídrico, se lavan los bordes del vaso y la tapa con agua sulfihídrica (ésto precipita cualquier traza de cobre en solución y evita su oxidación).

Separación del cobre.- Se decanta la solución a través de un filtro, bajando el cobre con una corriente de agua sulfihídrica, dejando lo más limpio posible el aluminio en el vaso. Se lava el precipitado 6 veces con agua sulfihídrica, dejándola correr pero tan pronto pase hay que agregar más agua de lavado (el cobre se oxidará si se deja expuesto al aire, así que el lavado debe terminarse tan pronto como sea posible).

Solución del cobre.- Se agujera el filtro y se lava dentro del vaso con una corriente de agua, usando tan poca como sea posible (si hay mucho cobre presente, se abre el filtro sobre un vidrio de ralox y se lava el precipitado en el vaso, se toma nuevamente el filtro y se coloca sobre el embudo), se agregan 5 c.c. de ácido nítrico concentrado sobre el aluminio que aún contiene un poco de cobre. Cuando todo esto ha sido disuelto se pasa la solución nítrica sobre el filtro, recibiendo el ácido en el vaso que contiene el cobre. Se quita el vaso

colocando el que tiene la hoja de aluminio debajo del embudo. Se cubre el vaso que contiene el cobre, se hierve hasta que el metal esté en solución y se coloca nuevamente debajo del embudo, se rellena el embudo con el filtro sin apretar. Se pasan de 5 a 10 c.c. de agua de bromo recibiendo la solución en el vaso que contiene el cobre, esto impartirá un color amarillo a la solución de cobre. Se lava el filtro 6 veces con agua recibiendo la primera en el frasco que contiene el aluminio y de aquí se vierte al vaso.

Concentración.- Se hierve la solución combinada hasta hacer más o menos 25 c.c. El bromo será expulsado, agrégase un pequeño exceso de hidróxido de amonio; el ácido libre es neutralizado, la solución huele a hidróxido de amonio. Nuevamente se hierve para expulsar el exceso de amonio. La solución debe oler debilmente a amonio, se agrega ácido acético glacial hasta ligera acidez, 5 c.c. serán suficientes, se enfría.

Tratamiento con Yoduro de Potasio y titulación con Thiosulfato. - A la solución fría se le agregan 5 a 6 c.c. de una solución de yoduro de potasio al 50 %.y se titula el yodo libre con la solución valorada de Thiosulfato, cuando el color café se ha debilitado, se agregan 3 c.c. de la solución de almidón y se termina la titulación.

Nota: Sucede que el color amarillo se debe a otras causas que al yodo libre, es conveniente hacer una titulación - preliminar agregando el almidón antes de empezar la titulación, si no es de yodo libre la coloración, el almidón no tomará el color que le imparte el yodo. En una prueba de control el almidón se agrega hasta que la mayor parte de yodo ha sido neutralizada. Esta precaución evita sobrepasarse del punto final.

Procedimiento que se ha adoptado en esta Oficina.- Este procedimiento es debido al Sr. Alberto Baez, viene a ser una combinación del método de cuanteo del cobre como sulfuro y el método de yoduro.

En esta Oficina tenemos dos clases de mineral de cobre, - uno que és propiamente de cobre con 70 a 80 % de cobre y otro que es de zinc, pero con 1 a 3 % de cobre, en el primer caso tomamos 0.250 de mineral, en el segundo 0.500.

El tratamiento hasta obtener el cobre en forma de sulfato es igual que el anteriormente descrito, pero una vez que se ha calentado para disolver el sulfato de fierro y filtrar, en el filtrado el fierro queda en solución ácida, por lo tanto no interfiere en lo que sigue del proceso. Se agregan 10 c.c. más o menos de una solución saturada de Thiosulfato de - sodio comercial al filtrado, la solución se enturbia, se pone en el fuego, el color amarillo lechoso se va volviendo más -

obscuro y al cabo de algún tiempo el líquido queda completamente límpido con un precipitado negro de Cu_2S , cuando se trata de concentrados de cobre no es posible ver el líquido pero basta ver todo el precipitado completamente negro para saber que se ha efectuado el cambio, en el primer caso se usan vasos de 250 c.c., en el segundo caso el precipitado es muy voluminoso y al empezar a hervir lo hace de una manera irregular, proyectándose, por lo tanto es preferible usar vasos de 400 c.c., La reacción será la siguiente:

$$2\ CuSO_4 + 2\ Na_2S_2O_3 = \underline{Cu_2S} + 2\ Na_2SO_4 + 3\ SO_2$$

Cuando no se ha hervido suficientemente la solución queda ésta turbia por el azufre libre, la solución se filtra, quedando en el filtro (filtro No. 597) el sulfuro de cobre, se lava de 5 a 6 veces con agua caliente, el filtro y su contenido se pasan a un crisol de porcelana (algunas personas lo hacen en escorificadores nuevos,) se seca a poco fuego en la estufa y cuando se ha conseguido ésto, si son numerosos los crisoles, se llevan éstos a la mufla que se encuentra a poco fuego, generalmente se aprovecha el calor que queda después de haber terminado las labores del día en este departamento, una vez que se ha calcinado el filtro (se conoce porque ya no se ven puntos brillantes en el fondo del crisol), se sacan los crisoles, se dejan enfriar. Se vacía el contenido,- el cobre ahora está como óxido, en frascos Erlenmeyer de - 200 c.c. siempre queda un poco en el crisol, por lo tanto los 7 c.c. de ácido nítrico que se agregan no se hace sobre los frascos sino en los crisoles, procurando bajar con agua todo lo que queda, la cantidad de agua debe ser la menor posible; como uno de los elementos que perjudica el final de la titulación es el arsénico, se agrega un granito de clorato de potasio, a fin de oxidarlo. Se calientan en la estufa los - frascos, se dejan evaporar hasta consistencia siruposa, si se llevan a sequedad pasa a óxido el cobre, siendo necesario agregar nuevamente ácido nítrico y volver a evaporar, se retiran del fuego, se agregan 75 c.c. más o menos de agua y gota a gota hidróxido de amonio hasta que se obtiene la coloración azul de hidróxido de cobre, se calienta nuevamente hasta que desaparece la mayor parte del amonio, se conoce por el cambio del color azul a uno mucho más pálido, se retiran y se enfrían a temperatura ambiente, si hay prisa, se enfrían en una corriente de agua, una vez frío se titula el cobre, teniendo cuidado de acidular la solución de cobre con ácido acético. Cuando se trata de concentrados, siempre simultáneamente a partir de la disolución del óxido de cobre con ácido nítrico, hacemos un control con cobre puro, para valorar nuevamente la solución; asimismo preferimos en cada ocasión preparar una solución fresca de engrudo. El yoduro de potasio lo agregamos sólido, con la punta de una cucharilla de cuerno tomamos aproximadamente de 1 a 2 gramos para los minerales pobres y de 2 a 3 gramos para los ricos. Este procedimiento es conocido

con el nombre vulgar e indebido " del hiposulfito ".

DETERMINACION DE PLATA Y ORO.

Es conveniente estudiar estos dos elementos juntos.

Ag. Peso Atómico: 107.88 Núm.de Orden: 47. Densidad 10.41

Volúmen atómico: 10.36 Punto de fusión: 960.5°C.

Reacción general del grupo a que pertenece. HCl. Da con las sales solubles de plata un precipitado blanco, que se ennegrece por la acción de la luz, este precipitado es soluble en hidróxido de amonio.

$$AgNO_3 + HCl = \underline{AgCl} + HNO_3.$$

Con el fosfato de sodio en soluciones neutras producen las sales solubles de plata un precipitado amarillo de fosfato de plata.

$$3\ AgNO_3 + Na_2HPO_4 = Ag_3PO_4 + 2\ Na\ NO_3 + HNO_3$$

Au. Peso Atómico: 197.2 Núm.de Orden: 49. Densidad: 19.22

Volúmen atómico: 10.24 Punto de fusión: 1,063°C.

Reacción general del grupo a que pertenece: H_2S. Con las soluciones clorhídricas de $AuCl_3$ dá un precipitado que se descompone después.

$$2\ AuCl_3 + 3\ H_2S = 6\ HCl + Au_2S_3$$

El cloruro estanoso reduce facilmente las soluciones de oro a oro metálico y se aprovecha ésta reacción para determinar pequeñísimas cantidades de oro.

$$2\ AuCl_3 + 3\ SnCl_2 = 2\ Au + 3\ SnCl_4$$

Si la solución es muy ácida, el precipitado es obscuro, si la solución es debilmente ácida y muy diluída, se obteniene un precipitado rosa o púrpura.(Púrpura de Cassius)

La plata se puede determinar por vía húmeda y por vía seca o ígnea, la índole de este trabajo me lleva a estudiar los métodos que se usan en el segundo caso.

Tanto el oro como la plata, cuando se trata de minerales naturales se encuentran en pequeñas proporciones con relación a los metales industriales, por lo tanto habrá que tomar mayores cantidades de muestra para hacer un cuanteo correcto. El

artificio que se usa es formar con las substancias extrañas una escoria fusible y recoger el oro y la plata con plomo, que no es en este caso sino un vehículo, el oro y la plata son posteriormente separados del plomo valiéndonos de unas vasijas llamadas copelas, hechas generalmente de ceniza de hueso, que tienen la propiedad de absorver al óxido de plomo, no así al oro y la plata, por último la plata y el oro son separados valiéndonos de la solubilidad de la plata en ácido nítrico.

Existen dos variantes en el tratamiento preliminar, que son, el ensaye por escorificación y el ensaye por fusión.

Ensaye por escorificación.

El ensaye por escorificación, según el criterio de - Bugbee, "A Textbook of Fire Assaying" es el método más sencillo para determinar el oro y la plata en minerales y productos de fundición. Consiste simplemente en una oxidación por fusión en mufla del mineral, con plomo granulado y borax. El óxido de plomo formado se combina con la sílice del mineral y en pequeñas proporciones disuelve los óxidos de otros metales, aparte del plomo y el bórax, proporcionalmente se agrega sílice en polvo (pedacería de vasos rotos del laboratorio), que tiene por objeto hacer que los óxidos básicos formen escorias. La cantidad de mineral que se usa en este procedimiento varía de 2 a 4 gramos, excepcionalmente se usan 1 ó 5 gramos, el plomo varía según el caracter del mineral, de 30 a 70 gramos, el bórax, de 1 a 5 gramos, la sílice, no más de 1 gramo. Por ejemplo, para una galena que de por sí ya tiene bastante plomo, se usarán de 30 a 35 gramos de plomo granulado, 1 gramo de bórax y 3 gramos de mineral.

Las cantidades de plomo y bórax varían con la presencia de otros metales, la facilidad de oxidación de ellos y la solubilidad de los óxidos en las escorias formadas. El más rebelde - a la oxidación de los metales comunes, es el cobre, tanto, que hace necesaria una nueva escorificación del botón de plomo obtenido la primera vez, el óxido de calcio, el zinc, el antimonio, requieren mayor cantidad de bórax, para convertir sus - óxidos rebeldes, en escorias fusibles.

Al empezar la operación es conveniente tener la temperatura a un grado tal, que sea capaz de fundir al mineral tratado. Ejemplo:

Material	Temp. de Ignición.	Material	Temp. de ignición.
Stibnita	290-340	Galena	554-847
Pirita	325-427	Milerita	573-616
Pirrotita	430-590	Argentita	605-873
Chalcocita	430-679	Sphalerita	647-810.

Operación.- Generalmente se hace ésta por duplicado, y según que se tomen 2 o 4 gramos de muestra o bien 30 a 70 gra-

mos de plomo, se eligirá el tamaño del escorificador. La mitad del plomo que se va a utilizar se pone en el escorificador, se pesa cuidadosamente el mineral, se vacía sobre el escorificador, se mezclan íntimamente con una espátula, se cubre con el resto del plomo, por último se agrega la cantidad de bórax necesaria. Se lleva ahora el escorificador al horno, que debe estar al rojo brillante o amarillo.

Período de fusión.- Se colocan los escorificadores en la parte media del horno, se cierra la puerta y se deja que la masa funda.

Período de tostación.- Cuando está completamente fundida se abre la puerta a fin de admitir aire que vaya a oxidar al mineral y al plomo. Si el mineral contiene sulfuros se verán flotar sobre la masa fundida. El azufre es eliminado como SO_2, los metales no aprovechables son oxidados y pasan a la escoria. Los metales preciosos no son oxidados y pasan al plomo líquido, los lunares de mineral van siendo cada vez menores y cuando desaparecen, la superficie fundida aparece brillante, constituída de un baño de plomo, rodeada de un anillo de escoria.

Perído de escorificación.- El plomo continúa oxidándose y el anillo de escoria crece cada vez más, tanto como va oxidándose el plomo. Finalmente todo el plomo se cubre con la escoria, dándose la escorificación por terminada. El mineral deberá estar completamente descompuesto y prácticamente todo el oro y la plata deben estar ligados con el plomo metálico.

Perído de licuación.- Se cierra la puerta de la mufla y se aumenta la temperatura por unos minutos para hacer la escoria más fluída y asegurar un vaciado completo. Entonces se vacía el contenido de los escorificadores en una payonera límpia y caliente, que previamente se ha cubierto con una capa de óxido de fierro. El vaciado se hace al centro del molde, cuidando que no salpique el plomo y que pase todo éste. La superficie debe estar tersa y vítrea. Una vez frío se retira la masa sólida dando unos golpecitos con el martillo en la payonera, se lleva al yunque y se martillea a fin de separar la escoria del botón de plomo, el cual es martilleado para darle una forma cúbica. Si el plomo es suave y maleable y el color del escorificador no indica la presencia de grandes cantidades de Cu-Ni-Co, el botón está listo para copelarse. Si está duro y quebradizo, contiene impurezas y debe reescorificarse.

Observaciones.- En lugar de pesar el plomo generalmente se usan unas medidas de 10, 20 o 30 gramos, el tamaño del escorificador debe ser el apropiado, si es muy grande, hay mayor oxidación de plomo y por lo tanto el botón de plomo es muy chico y con pérdida de plata. Si se agrega bórax más del

necesario, se formará mas pronto la escoria, cubriendo antes de tiempo al plomo.

Si el mineral contiene bastante Sn, Sb, As, Ni ú Oxidos básicos, se formará una escoria infusible que no es removida ni por más calor ni por más bórax, aquí el Ensayador seguíra su propio criterio. El agregar Litargirio de más tiene sus inconvenientes, tales como el que el plomo tiende a formar escoria con la sílice del escorificador. Cuando se se trata de Matas o Bullion de Cobre, es conveniente agregar sílice. El botón de plomo debe pesar de 12 a 20 gramos, si es más chico hay pérdidas de plata, si es mayor habrá que escorificar nuevamente. Algunas manchas blancas en la masa vítrea son debidas a Sulfato de Plomo, la escoria debe aparecer siempre homogénea y vítrea. Si se ha empezado con muy baja temperatura o se ha abierto muy pronto la puerta de la mufla, es probable que haya pérdidas por retención de mineral nó descompuesto.

Reacciones probables.-

Reacciones por calor: $FeS_2 + calor = FeS + S$

$$Ag_2S + Pb = 2Ag + PbS$$

Reacciones al formarse la escoria:

$$2\ PbO + SiO_2 = Pb_2SiO_4$$

Oxidación simple: $2\ O + 2\ Pb = 2\ PbO$

Reacciones en la tostación:

$$FeS + 3\ O = FeO + SO_2$$
$$PbS + 3\ O = PbO + SO_2$$
$$2\ PbS + 7O = PbO + PbSO_4 + SO_2$$

Reacciones entre Sulfuros y Oxidos:

$$PbS + 2\ PbO = 3\ Pb + SO_2$$
$$ZnS + 3\ PbO = 3\ Pb + ZnO + SO_2$$
$$AgS + 2\ PbO = 2\ Pb + Ag + SO_2$$
$$Cu_2S + 2\ CuO = 4\ Cu + SO_2$$
$$Cu_2S + 2\ PbO = 2\ Cu.Pb + SO_2$$

Estas dos últimas reacciones son indeseables y se producen más facilmente a altas temperaturas.

Coloración de los Escorificadores.- Una vez vaciada la masa fluída queda una capa cristalina en el escorificador, el color de ésta nos da las siguientes indicaciones: el cobre dá un verde brillante u obscuro, según su cantidad.- El fierro, según su cantidad, dá un amarillo café o café muy obscuro.- El Plomo, en ausencia de otros metales dá una coloración amarillo muy pálido o amarillo limón.- El Cobalto, si no interfieren otros metales, da un hermoso color azul.- El Niquel colorea de pardo o negro, y si hay mucho, da una capa delgada de óxido color verde.- El Manganeso colorea el escorificador de café obscuro o un color rojo vino.

Pérdidas en la escorificación.- Las principales son por proyecciones, sobre todo si está húmedo el bórax, por volatilización, en el vaciado si no se hace con cuidado saltan bolitas de plomo.

Las cargas varían desde la Galena hasta la Mata cobriza

Material	Peso de la muestra en gramos.	Peso de Plomo en gramos.	Bórax gramos.	Escorificador, tamaño pulg.	Calor inicial
Facil	3 a 4	35	2 a 3	2 1/4	bajo
Medio	3	60	3 a 4	2 3/4 a 3	alto
Rebelde	3	60 a 70	3	3	bajo

ENSAYE EN CRISOL.

La mayor parte de los minerales son por si mismos fusibles, pero bien pulverizados y mezclados en la proporciones convenientes, con reactivos apropiados, la mezcla funde más facilmente. Entre más finamente pulverizado sea el mineral, mejores serán los resultados obtenidos. Consideramos que cada partícula de mineral esté en contacto con una o más de flujo. A una temperatura de 500 a 550°C, el litargirio es reducido a Plomo y éste Plomo es el que se liga con el Oro y la Plata. Más o menos a la temperatura de 550°C el bórax de la carga empieza a fundir y formar compuestos fusibles con algunas bases de la carga y del mineral.

Las condiciones deben ser tales que la escoria permanezca viscosa hasta que todas las partículas del mineral se descompongan y que todo o su mayor parte de Oro y Plata, se hayan ligado con el plomo. Después, de éste punto la temperatura debe ser lo suficientemente alta para hacer las escorias fluídas y el plomo pueda reunirse en el fondo, concentrando todo el oro y la plata del mineral. Para hacer un ensaye correcto de Oro y Plata es necesario conocer el caracter del -

coloración de los concentradores.- Una vez vertida la masa fluida queda una capa cristalina en el concentrador, el color de esta nos da las características indicadoras del oro: da un verde brillante y pesado, según su densidad.- El cierto, según su densidad, da un amarillo oscuro y sólido, oscuro.- El plomo, en ausencia de otros metales de una coloración amarillo muy pálido o amarillo limón.- El cobalto, si no interfieren otros metales, da un naranja colorado.- El níquel colores de pardo o negro, y si hay mezcla de una capa delgada de óxido color verde.- El manganeso colora el concentrador de café obscuro o un color rojo vino.

Pérdidas en la concentración.- Las pérdidas son por proyecciones, sobre todo si esta mezcla es ácrea, por volatilización, en el vaciado si no se hace con cuidado así como salidas de plata.

Las cargas varían desde la galena hasta la hasta cobrizas

Material	Peso de la carga.	Peso de Plomo en gramos.	Bórax gramos.	Bórax, sosa, tamaño pulg.	Color Mineral
Pacal	3 a 4	35	2 a 3	2 1/4	Gris
Mexico	3	50	3 a 4	2 3/4 a 3	Gris
Escalde	3	60 a 70	3	3	Gris

ENSAYE EN CRISOL.

La mayor parte de los minerales son por sí mismos fusibles, pero bien pulverizados y mezclados en la proporción conveniente, con reactivos apropiados, la mezcla funde más fácilmente. Entre más finamente pulverizado sea el mineral, mejores serán los resultados obtenidos. Generalmente que cada partícula de mineral esté en contacto con una o más de flujo. A una temperatura de 500 a 550°C, el litargirio se reducido a plomo y este plomo es el que se liga con el oro y la plata. Más o menos a la temperatura de 550°C el bórax de la carga empieza a fundir y formar compuestos fusibles con algunas bases de la carga y del mineral.

Las condiciones deben ser tales que la escoria permanezca en fluidez hasta que todas las partículas del mineral se descomporgan y que todo o su mayor parte de Oro y Plata, se haya ido ligado con el plomo. Después, de este punto la temperatura debe ser lo suficientemente alta para hacer las escorias fluidas y el plomo pueda reunirse en el fondo, concentrando todo el oro y la plata del mineral. Para hacer un ensaye correcto de Oro y Plata es necesario conocer el carácter del -

mineral, ya que los minerales silicosos requieren un tratamiento diferente al de un mineral calcáreo, de esta manera nos encontramos con una primera división, o sea minerales de carácter ácido, básico o neutro. Se clasifican tambien los minerales según la cantidad de constituyentes que puedan formar escorias, y según su carácter oxidante, reductor o neutro en la fusión con Pb y PbO.

Minerales clasificados según los constituyentes capaces de formar escorias:

Sílice	SiO_2	Acidos.
Alúmina	Al_2O_3	
Oxido Ferroso	FeO	
Oxido Manganoso	MnO	
Oxido de Calcio	CaO	
Oxido de Magnesia	MgO	
Oxido de Sodio	Na_2O	Bases.
Oxido de Potasio	K_2O	
Oxido de Zinc	ZnO	
Oxido de Plomo	PbO	
Oxido Cuproso	Cu_2O	

A excepción de los óxidos de Na,K y Pb, los demás son infusibles a la temperatura del horno y para tenerlos fluídos hay que agregarles flujos. En terminos generales podemos decir que para fluír la Sílice ácida es necesario agregarle bases y para fluir los óxidos básicos, hay que agregarles cuerpos ácidos. A la alúmina es conveniente agregarle de ambos.

Clasificación de los minerales de acuerdo con su caracter oxidante o reductor.- Quedan divididos en 3 clases.

1a. Minerales neutros.- Silicosos.- Oxidos.- Carbonatos. Minerales que no contienen sulfuros, arseniuros, antimoniuros, telururos, etc.

2a. Minerales que tienen poder reductor.- Minerales que contienen sulfuros, arseniuros, antimoniuros, telururos, materia carbonosa, etc. o sea minerales que descomponen al litargirio con reducción de plomo.

3a. Minerales que tienen poder oxidante.- Minerales que contienen óxido férrico, Dióxido de manganeso, etc. o sea minerales que fundidos con los flujos oxidan al plomo y a los agentes reductores. Minerales muy oxidantes son poco abundantes.

Determinación del caracter de la muestra. (Tentadura). Es una prueba práctica que se efectúa con el mineral pulverizado en una cucharilla de cuerno o en un vidrio de relox y está basada en la separación, según sus densidades, de los productos

mineral, ya que los minerales silicosos requieren un tratamiento diferente si de un mineral cualquiera, de sean menas que encontramos con una primera división, o sea minerales de carácter ácido, básico o neutro. Se clasifican también los minerales según la cantidad de constituyentes que pueden formar escorias, y según su carácter ácido, neutro o básico en la fusión con RO y R_2O.

Minerales clasificados según los constituyentes capaces de formar escorias:

Sílice	SiO_2	Acidos.
Alúmina	Al_2O_3	
Oxido férrico	FeO	
Oxido manganoso	MnO	
Oxido de Calcio	CaO	
Oxido de magnesia	MgO	
Oxido de sodio	Na_2O	Bases.
Oxido de Potasio	K_2O	
Oxido de Zinc	ZnO	
Oxido de Plomo	PbO	
Oxido cúprico	Cu_2O	

A excepción de los óxidos de Na, K y Pb, las demás son infusibles a la temperatura del horno y para transformarlas hay que agregarles fluxes. Los fundentes y escorias producen más que para fluir la sílice ácida se necesario agregarlo bases y para fluir los óxidos básicos, hay que agregarles compuestos ácidos. A la alúmina su convenientes agregarla de carácter básico.

Clasificación de los minerales de acuerdo con su carácter oxidante o reductor.- Quedan divididos en 3 clases.

1a. Minerales neutros.- Silíceos.- Ocráceos.- Carbonatos. Minerales que no contienen sulfuros, arsenuros, antimoniuros, bismuros, etc.

2a. Minerales que tienen poder reductor.- Minerales que contienen sulfuros, arsenuros, antimoniuros, carburos, sílicos carbonos, etc. o sea minerales que descomponen al litargirio con reducción de plomo.

3a. Minerales que tienen poder oxidante.- Minerales que contienen óxido férrico, Dióxido de manganeso, etc. o sea minerales que fundidos con los fluxes oxidan al plomo y a los sulfuros reductores. Minerales muy oxidantes son pocos abundantes.

Determinación del carácter de la mena.- Tomar una porción que se elija con el mineral pulverizado en una cucharilla de cuarzo o en un vidrio de reloj y ensayar en la separación, según sus cualidades, de los sig-

componentes del mineral.

Se colocan uno o dos gramos de mineral en el vidrio de relox, se cubre con agua y se deja reposar un momento para que se asiente y se moje el mineral, se agita violentamente según su plano horizontal para romper los terroncitos y para que quede en suspensión la lama. Se deja reposar un momento, se decanta algo del agua si es necesario, al hacer este movimiento, el agua debe correr en una sola dirección, quedando así separado el mineral de acuerdo con la densidad de los diferentes componentes, los más pesados al centro, los más ligeros hácia afuera, afectando una forma de abanico, con una lupa, se observan las especies separadas.

Escorias del crisol.- Las obtenidas en el ensaye por crisol, pueden considerarse como silicatos y boratos de los óxidos metálicos. Escorias de ensaye altas en litargirio y bajas en sílice, bórax y otros ácidos, se llaman escorias - oxidadas. Escorias muy ácidas son mas bien emulsiones y no soluciones verdaderas. Contienen suspendidos glóbulos solidos o fundidos del mineral. Una escoria ideal para los ensayes debe tener las siguientes propiedades.

1 Una temperatura de formación relativamente baja, facilmente alcanzable en el horno de ensaye.

2 Debe ser pastosa, cerca y en su temperatura de formación, a fin de que retenga las partículas de plomo reducido y el oro y la plata tengan oportunidad de reunirse con él.

3 Cuando se calienta sobre su punto de fusión, debe ser delgada y fluída, para que el plomo pueda facilmente asentarse.

4 Debe de ser poco ávida de oro y plata, y debe permitir una completa descomposición del mineral por los flujos.

5 Hasta donde sea posible no debe atacar el material de los crisoles.

6 Su densidad debe guardar una diferencia lo mayor posible con el plomo, a fin de asegurar una completa separación.

7 Fría, debe separarse rápidamente del plomo y ser homogénea, indicando una completa descomposición del mineral.

8 Debe contener todas las impurezas del mineral.

Color de las Escorias.- Estas toman el color, nó del - óxido del metal, sino del silicato, así la del cobre no será

verde, sino roja, en cambio el fierro dará una escoria color verde.

El bórax tiene un poder solvente sobre los silicatos, baja la temperatura de formación de las escorias y para el caso de los minerales no sulfurados, ayuda a hacer viscosa la escoria durante el período de reducción, como en el caso de minerales básicos, baja la temperatura de fluidez completa.

El carbonato de sodio es poderoso flujo básico, en alguna forma obra tambien como desulfurante y oxidante, fundido es muy fluído.

El litargirio es un flujo básico facilmente fusible, actúa como oxidante y desulfurante y reducido es el vehículo para el oro y la plata.

Fierro metálico. Se usa como desulfurante principalmente, en forma de clavos. En Europa se usan crisoles de fierro.

Nitrato de Potasio. Agente fuertemente oxidante, tiene el peligro, cuando se usa en grandes cantidades, de oxidar tambien al plomo.

Escorias ácidas y básicas.- Escorias más ácidas que los monosilicatos se conocen como ácidas, mientras que aquellas que se acercan a los subsilicatos, son básicas. Las primeras son viscosas y se enfrían lentamente. Las segundas son muy fluídas y solidifican rápidamente.

Tamaño del botón de plomo.- Las opiniones varían entre hacerlo guardar una relación con la carga total o bien de acuerdo con las cantidades de oro y plata presentes. Ambas ideas son razonables, quedando un botón entre los límites de 20 y 30 gramos.

Los crisoles cargados se cubren con una capa de sal común que no tiene más objeto que aislar la carga del contacto del aire, tiene la ventaja sobre otras substancias propuestas, de no formar compuestos con la carga, ser muy fluída y bastante ligera.

Cargas.- Para fundir minerales silicosos (Acidos), es necesario agregar flujos básicos y el litargirio que se agregue debe ser suficiente para dar un botón de 25 a 28 gramos, para minerales que no sean muy ricos, basta tomar 15 gramos de muestra. (Ejemplo)

Mineral..... 15 gramos
Carbonato de Sodio 15 gramos (Bicarbonato de Sodio)
Litargirio.....35 gramos.
Harina.....1 gramo.

Generalmente se prepara una cantidad de flujo que sirva para muchas cargas, tomándose con una medida apropiada.

El caso anterior es excepcional, lo más probable es que contenga substancias como óxido de fierro, sulfuros, entonces una carga como la siguiente, dará buenos resultados:

Mineral.....	15	gramos.
Carbonato de Sodio.....	15	"
Borax.....	3 á 5	gramos.
Litargirio.....	50	gramos.
Harina.....	2	"

Para el caso de minerales básicos, es necesario agregar flujos ácidos, (Sílice, borax,), para obtener una escoria fusible, y como es probable que haya fierro, calcio, habrá que agregar mayor cantidad de sílice.

Mineral.....	15	gramos.
Carbonato de Sodio.....	15	"
Borax.....	5	"
Litargirio.....	30	"
Harina.....	1 a 2	"
Sílice.....	6	"

Para un mineral que contenga más de 50 % de $CaCO_3$:

Mineral.....	15	gramos.
Carbonato de Sodio.....	15	"
Borax.....	15	"
Litargirio.....	30	"
Harina.....	1 a 2	"
Sílice.....	15	"

Para minerales sulfurosos: es necesario eliminar el azufre, ya que hay peligro de que el azufre forme con el plomo un sulfuro artificial y éste, absorve en grandes cantidades el oro y la plata, se acostumbra usar Nitrato de potasio o clavos, si no es muy grande la cantidad de azufre, es conveniente usar poco Nitro, prefiriendo los clavos, y solamente para los muy sulfurosos, se usará únicamente Nitro, debe asimismo acompañarse la carga de sílice, para las bases.

Mineral.....	15	gramos.
Carbonato de Sodio.....	25	"
Borax.....	5	"
Litargirio.....	60	"
Nitro.....	20	"
Sílice.....	8	"

Para el caso de haber mucho zinc, siendo el silicato de éste bastante infusible, para fluir la escoria debe agregarse más bórax, tal vez hasta 10 gramos. Sin haberlo practicado,

nunos, algunos autores recomiendan tostar previamente el mineral.

Otros ejemplos de cargas:

	Galena	Sphalerita	Pirita pura.
Mineral	15 gr.	15 gr.	15 gr.
Carbonato de Sodio	19 "	21 "	25 "
Borax	0 "	10 "	5 "
Litargirio	50 "	60 "	60 "
Nitro.	5 "	23 "	35 "
Sílice.	5 "	6 "	8 "
Crisol	20 "	25 "	30 "

Como se ve, la galena requiere menos Nitro y nada de bórax, pero es que el plomo mismo del mineral, ayuda la fusión.

Por último, tenemos los minerales muy oxidados, el uso del carbón está indicado, la carga será como para los minerales básicos, pero con más harina.

Una vez revueltos los crisoles y cubiertos de sal,(Bugbee considera innecesario su uso para hornos de mufla), se llevan a la mufla, que debe estar al rojo blanco, al principio la temperatura desciende bastante, así que hay que aumentar la cantidad de combustible, cuando empieza la fusión se oye un ruido característico, cuando terminan las reacciones en el crisol, este ruido se hace más tranquilo, una fusión en un buen horno, dura de 30 a 45 minutos, las payoneras se preparan como para los escorificadores, la forma de las depresiones es cónica y de más capacidad, el vaciado y moldeo del botón de plomo es igual que para la escorificación, las escorias con diferentes, generalmente pardas o negras, se observan para ver si son homogéneas o no tienen partículas de mineral sin descomponer.

Cuando el mineral es rico en oro y casi no contiene plata, se le agrega a la carga intencionalmente, una cantidad conocida de plata.

COPELACION.

La copelación es la operación de eliminar el Plomo de los botones antes obtenidos o de otros que después veremos, y dejar en libertad al oro y la plata que contengan. El plomo es oxidado a PbO el cual es absorvido por un recipiente llamado copela y hecho de ceniza de hueso, una parte del plomo se volatiliza, el oro y la plata quedan en forma de una bolita (botón de plata), el tamaño de las copelas varía con el

tamaño del plomo por copelarse.

La mufla se calienta al rojo vivo, se introducen las copelas y se dejan por un tiempo suficiente para que se calienten, se conoce ésto porque al principio forman una sombra en la mufla y después la mufla queda uniformemente alumbrada. Se corta el gas y se empiezan a colocar los botones de plomo, nosotros empezamos por la parte más próxima a la puerta, porque el fondo es la parte más caliente y si se empieza por aquí, al llegar a las últimas, las primeras ya empezaron a "trabajar", se procura que ésta operación sea rápida; una vez que todos los botones han sido colocados se cierra la puerta de la mufla y se eleva un poco la temperatura, cuando a través de la ventanita que tiene la puerta se vé que el plomo está fundido, (se abrillanta y pierde su forma original), se abre la puerta a fin de dar entrada al aire que va a oxidar el plomo, cuando el mineral es muy rico, es conveniente no tener muy alta la temperatura de la mufla, se puede bajar la temperatura metiendo unos crisoles fríos o una pala especial, sin embargo hay que tener mucho cuidado de no enfriar demasiado ya que se corre el peligro de solidificar la masa, y es dificil además de inseguro, volver a hacer que " anden " de nuevo las copelas, si se sospecha que ha bajado mucho la temperatura (estara al rojo sombra), se elevará un poco y se cerrará la puerta, una vez llegado al final, estará opaca la copela, se cierra la puerta completamente unos momentos, se abre despues completamente para enfriar un poco y se sacan las copelas, si la copelación ha sido caliente, las copelas aparecen lisas, en caso contrario estará su borde superior rodeado de cristales de óxido de plomo y si ha sido muy fría, esos cristalitos llegarán hasta el centro de la copela, los cristalitos se conocen con el nombre vulgar de "plumas".

PLOMO AURO-ARGENTIFERO.

Este plomo provenía de Chihuahua, con destino a la Afinadora de Monterrey, hasta antes de que existiera la Planta de Apartado, teníamos la obligación de ensayarlo; la plata contenida variaba de dos a diez kilos por tonelada y el oro de 10 a 50 gramos, se pesaban dos muestras de plomo de 10 gramos y una de 20 gramos, se le daba una forma de cubo al plomo y se copelaba, cuidando de hacer la copelación un poco fría; se obtenía un botón de oro y plata.

APARTADO.

El apartado es la operación de separar el oro de la plata, para ello nos valemos de la propiedad que tiene la plata de disolverse en el ácido nítrico, no así el oro, sin embargo la plata debe existir por lo menos en una proporción tres veces mayor en peso, que el oro. El botón de plata obtenido de cualquiera de los métodos anteriores, es retirado de las copelas con las pinzas que el tamaño del botón requiera, se colocan en una payonera apropiada, y se limpian apretando los

botoncitos con unas pinzas. Al tomar el botoncito con éstas, se aprieta fuertemente alargándose un poco el botón, desprendiéndose parte de las adherencias de la copela, con un cepillito de cerda dura, se limpia esa parte, después se vuelve a tomar el botoncito sobre la parte que se ha alargado, se aprieta nuevamente y se vuelve a cepillar, si es necesario, pero con mucho cuidado, con unas pinzas finas se quitan los pedacitos de copela que aún queden adheridos; una vez limpio el botón, se pesa en una balanza de ensaye de 1/200, si es muy grueso el botón se lamina y se lleva a unas botellitas llamadas frascos de apartado, de 30 a 60 c.c., se trata con ácido nítrico q.p. diluído 6 a 7 veces con agua destilada (nosotros usamos 1-6), se lleva a la estufa, preferimos usar poco calor durante esta parte de ataque, la plata se disuelve, quedando el oro como un polvo café obscuro, si la proporción de oro es próxima de uno a tres con la plata, entonces queda el oro no como polvo, sino como una lámina compacta, en el caso de usarse ácido más concentrado, el oro queda más disgregado en todos los casos, y es difícil su manipulación posterior, si se usa demasiado calor, al hervir, tiende a saltar el oro del matracito, cuando ha terminado el ataque se retira, se deja enfriar un momento y se decanta el ácido, se le agrega ahora ácido nítrico q.p. diluído al doble y se lleva nuevamente el matracito al fuego, ahora se puede elevar más la temperatura, se deja así por unos minutos, el resíduo cafe obscuro, toma un color más claro, si se prolonga mucho el calentamiento se verá casi el color natural del oro. Se retira el matracito del fuego, se decanta el ácido (en los laboratorios particulares, se acostumbra guardar este ácido para diluirlo y usarlo en la primera operación), se lava el oro llenando el matráz con agua destilada, decantando y repitiendo esta operación de tres a cuatro veces, si accidentalmente se ha usado agua que contenga cloruros, se usará en el primer lavado agua amoniacal, la última vez se deja el matráz lleno de agua, se coloca un crisolito numero 0 en su boca y rápidamente se voltea, se verá por su mayor densidad al oro descender hácia el crisolito, se pone una poca de agua a fin de elevar un poco el matracito y golpear la boca ligeramente contra las paredes del crisol, a fin de que todo el oro descienda, se evitará que entren burbujas de aire; cuando se ha conseguido que baje todo el oro, se inclina el crisolito, se lleva el matraz hácia la orilla y rápidamente se retira el matraz, se decanta el crisolito, quedando todo el oro en éste, si no se puede retirar toda el agua por peligro de que arrastre el oro, se puede secar con un papel filtro, se acaba de pesar llevando el crisolito a la estufa a un fuego moderado, y finalmente a la llama de un quemador "Bunsen", el oro toma ahora su hermoso color, se enfría y queda listo para pesarse. El peso de oro obtenido restado del peso del botón de oro y plata, dará el peso de ésta.

BARRAS MIXTAS.

Las barras que llegan a esta Oficina con el carácter de barras mixtas, tienen unas leyes de plata de 990 a 996 milésimos y Oro de 2 a 9 milésimos, el resto son impurezas como Cu, Pb, etc. En caso de que fuera muy irregular la ley de plata y oro en conjunto, habría que tener presente el siguiente cuadro, para usar la cantidad de plomo necesaria.

Au + Ag	Pb en grms.	Au + Ag	Pb en grms.
950	5	750	11
900	7	700	12
850	8	650	13
800	10	600	15

Operación.- Se pesa cuidadosamente medio gramo de la muestra, se toman tantas repeticiones como se crea conveniente, se colocan en una lámina de plomo del peso que requiera la tabla anterior (Plomo puro exento de plata) se dobla el plomo, quedando listo para la copelación, pero sucede que ya con esas cantidades de plata, las pérdidas por volatilización son muy notables, directamente proporcionales a la cantidad de plata al tiempo y a la temperatura a que se lleva la copelación.

Ag en milig.	Pb grms.	Temp. °C	Pérdida de Ag Mgs.	Observaciones.
200	10	700	1.02	Cristales de PbO cerca del botón.
200	10	775	1.03	Cristales de PbO en la orilla.
200	10	850	1.73	No hay cristales.
200	10	925	3.65	No hay cristales.
200	10	1000	3.88	No hay cristales.

Y si hay que atender que esa pérdida para el cálculo hay que multuplicarla por 5, se verá lo grande del error.

Para conocer la pérdida se lleva un "testigo", es decir, plata purísima en peso igual al de la muestra tomada, y si el oro pasa de 5 milesimos, será conveniente entonces agregar oro, cuando es muy notable la cantidad de cobre, igualmente se agrega cobre puro en una proporción semejante a la de la muestra, un testigo para cada muestra basta.

La copelación en sus partes es semejante a la anterior, únicamente que la temperatura debe ser más baja, al final, para asegurar una superficie límpia en el botón, hay que elevar un poco la temperatura; los botones, cuando la proporción de

MATERIAS MIXTAS.

Las cartas que siguen a esta Orfeina son el resultado de pruebas mixtas, tienen unas leyes de plata de 950 a 995 milésimas y oro de 2 a 5 milésimas, el resto son impurezas de cobre, fierro, etc. Un otro de que fueron muy irregulares las leyes de plata y oro en conjunto, hacía que tener presente el mínimo cuarto, para saber la cantidad de plata recuperada.

Ag ó Au	Pb en grms.	Ag ó Au	Pb en grms.
950	5	750	11
900	5	700	12
850	5	650	13
800	10	600	15

Observación.- Se pesa cuidadosamente medio gramo de la muestra, se toman tantas repulsiones como se crea conveniente, se colocan en una lámina de plomo del peso que requiera la tabla anterior (plomo puro excepto de plata) se funde el plomo, primero, listo para la copelación, pero acuerde que ya esta constituye de plata, las pérdidas por volatilización son muy notables, directamente proporcionales a la cantidad de plata al tiempo y a la temperatura a que se lleva la copelación.

Ag en milés.	Pb grms.	Temp. °C	Pérdida de Ag %.	Observaciones.
200	10	700	1.02	Orfelina de 750
200	10	715	1.05	Orfelina de 750
200	10	850	1.72	No hay orfelina.
200	10	925	2.65	No hay orfelina.
200	10	1000	3.88	No hay orfelina.

Y si hay que atender que esa pérdida para el cálculo hay que multiplicarla por 5, se verá lo grande del error.

Para conocer la pérdida se llama un "testigo", es decir, plata pulida en peso igual al de la muestra tomada, y al otro peso de 5 milésimas, será convenientísimo arreglar otro, cuando se hay notable la cantidad de cobre, igualmente se agrega cobre puro en una proporción semejante a la de la muestra, un testigo para cada muestra buena.

La copelación en sus partes en semejanza a la anterior, diríamos que la temperatura debe ser una sola, si fuera, para asegurar una averiguación limpia de el botón, hay que si en poco la semejanza, los botones, cuando la proporción

oro es menor de 10%, tienden al enfriarse, de "gallear" o sea proyectarse, saltando estos pedacitos a veces fuera de la copela, cuidando que al final no entre aire muy frío, cerrando la puerta de la mufla ya casi al terminar, dejando así hasta que se ve por la ventanilla que los botones de plata tienen ya el color natural de ésta, se logra en parte eliminar el "galleo", algunos ensayadores prefieren tapar la copela con otra. El final es muy interesante observarlo, empieza a irisarse el botón, adquiere la capa superior un movimiento que da la impresión de que es todo el glóbulo el que gifa, adquiere un máximo de movimiento para hacerse casi repentinamente inmóvil, este es el momento en que la última capa de óxido de plomo va a desaparecer, empieza a obscurecerse y en un momento dado hay una rasgadura con una brillantez momentánea (relámpago) que indica el final, no hay que retirar las copelas todavía, se dejan enfriar como antes se dijo.

Si el oro está en una proporción mayor de 10%, una vez que se ha limpiado, es conveniente aplastarlo un poco, se calienta en el quemador y se lamina, se enrolla y se coloca en el matracito de apartado, se usan los mismos ácidos que para la operación anterior.

ENCUARTACION.

Como ya antes dije, cuando la proporción en peso de plata no excede por lo menos en tres veces a la del oro, el apartado no se efectúa, es decir, la plata no se disuelve, se remedia esta dificultad agregando intencionalmente plata Q.P. en cantidad conocida y suficiente para que el apartado se efectúe, a esta operación se le da el nombre de Encuartación.

CASO ESPECIAL.

Ultimamente se ha presentado a esta Oficina un nuevo producto con la clasificación de "Oro de Alhajas", se presenta en pequeñas cantidades de 300 gramos a 10 kilogramos, lo común es de uno a dos kilogramos, son de una notable irregularidad, al principio estudiamos los casos más diferentes y llegamos a la conclusión de que el oro no sufre pérdidas que sean de tomarse en consideración, la plata sufre pérdidas de 3 a 4 milésimos en medio gramo de muestra, con la mufla fría, para las muestras rojizas (presencia de cobre) es menester usar más plomo. Invariablemente a 0.200 de muestra le agregamos 0.500 de plata pura, la copelación se lleva baja, el apartado es igual, pero según el Reglamento, cuando el conjunto de leyes de oro y plata es inferior a 600 milésimos, habrá que investigar el otro metal dominante. Procedemos en este caso así: se pesan separadamente 0.200 gr. de muestra, se encuartan con 0.500 de plata Q.P. se funde todo

oro en menor de 10%, vienden el anterior, de "galleo" o sea
recuperarlo, utilizando estos productos a veces durante la la -
vada, omitiendo que el final no entre esta vez Tiro, cuando
la pureza de la mulla ya casi al terminar, dejando sal -
ficos que se ve por la ventanilla que los totales de dicha
tiendo ya el color natural de éste, se logra or parte eliminar
mar el "galleo", algunos enseñadores practicaron tapar la co-
pela con otra. El final es muy interesante observarlo, es-
pera a tirarse el botón, adquiere la cara superior un mo-
mento que da la impresión de que es todo el plomo el fundido el
que está, adquiere un destino de movimiento pero después es-
al repentinamente inmóvil, esta es el momento en que la fi-
gura es de color de plomo ya a desaparecer, empieza a obs-
curecerse y en un momento dado hay una transformación una -
brillantez momentánea (relámpago) que indica el final, no
hay que retirar las copelas todavía, se dejan enfriar como
antes se dijo.

Si el oro está en una proporción mayor de 10%, una vez
que se ha limpiado, es conveniente aplastarlo un poco, se
calienta en el quemador y se lamina, se enrolla y se coloca
en el matraz de apartado, se usan los mismos ácidos que
para la operación anterior.

EMPLEADOS.

Como ya antes dije, cuando la proporción en peso de pla-
ta no excede por lo menos en tres veces a la del oro, el -
apartado no es efectivo, es decir, la plata no se disuelve,
es remota esta dificultad apareciendo intencionalmente plata
q.p. en cantidad conocida y suficiente para que el apartado
se efectúe, a esta operación se le da el nombre de Emplea-
ción.

CASO ESPECIAL.

Ultimamente se ha presentado a esta oficina un nuevo -
producto con la clasificación de "Oro de Alhajas", se pre-
senta en pequeñas cantidades de 500 gramos a 10 kilogramos
lo común es de uno a dos kilogramos, son de una ley de fi-
nidad, al principio actuábamos los ocasos con diferentes
y llegamos a la conclusión de que el oro no entra, adiciona
que esen de tomarse en consideración, la plata entre pro-
ñas de 3 a 4 milésimas en medio grano de mineral, con la mu-
fla fría, para las muestras rojizas (presencia de cobre) se
necesitar usar más plomo. Invariablemente a 0.200 de muestra
se agregamos 0.500 de plata pura, la copelación se lleva en-
ja, el apartado es igual, pero según el Reglamento, cuando
el conjunto de leyes de oro y plata es inferior a 500 milé-
simas, habrá que investigar el oro metal dominante. Proce-
dimos en este caso así: se pesan separadamente 0.200 gr. de
muestra, se ensayan con 0.500 de plata q.p. se funde con

esto en un crisolito especial llamado de encuartación, en la mufla caliente, o bien con un quemador "Teclu". Una vez fundida la masa, se deja enfriar el crisol, toma la forma de un glóbulo, se retira del crisol, se lamina y se aparta en la forma conocida, pero usando un ácido más fuerte que el 1-6 (Usamos nosotros 1-3) se lava perfectamente, quedando el oro insoluble, el líquido contiene Ag, Cu, Zn, etc., la experiencia nos ha enseñado que el metal dominante es el cobre, por lo tanto la solución es tratada en un vaso de 250 c.c. con ácido clorhídrico, la plata precipita, se filtra, quedando en el filtro el cloruro de plata, pasando el cobre en solución, se trata con el procedimiento de Scott para el cobre, antes descrito.

ORO AFINADO.

Todas las extremas precauciones que sea posible tomar serán pocas para este ensaye. Por la cantidad de muestra mandada por la Inspección de Muestreo, tomamos 0.100 de oro afinado y 0.500 de plata, para encuartar, se lleva un testigo con oro y plata purísimos, la copelación se lleva fría, el apartado es igual, lo que se debe cuidar es la pureza del agua destilada, los lavados se harán hasta escurrir la última gota, probando con ácido clorhídrico la presencia de plata, se usaran crisoles de los más nuevos, la pesada final se hará en la balanza "Heusser" marcada con el número 2.

Queda aún mucho qué decir sobre ésto, pero no quiero alargar más este capítulo, únicamente resumiendo indicaré algunas observaciones sobre el apartado.

1 - El ácido nítrico debe agregarse caliente al botón a fin de evitar que éste tienda a pulverizarse.

2 - Una ebullición rápida causa el mismo efecto, pulverizar el botón y es una dificultad en la manipulación posterior.

3 - Cuando hay muy poco oro, menos de 1 miligramo, no es necesario lavar con el segundo ácido.

4 - Nunca se usará un ácido nítrico concentrado, es posible que disuelva algo de oro.

5 - Como en el caso del oro de alhajas, para evitarse dificultades posteriores, es preferible encuartar de todas maneras.

6 - Algunas manchitas negras que quedan en el crisol después del calentamiento, son debidas a plata metálica, indicios de un mal lavado.

El siguiente cuadro indicará aproximadamente la temperatura en grados centígrados, según el color de la mufla.

sario en un crisolito especial llamado de separación, de la
mezcla calizoso, o bien con un "embudo especial". Por otra
vez la masa, se deja enfriar al crisol, para la forma
de "pastillas", se recoge del crisol, se lavan y se separa en
la forma conocida, pero usando un ácido más fuerte que el
I-C (Usamos nosotros I-X) se lava perfectamente, quedando
oro insoluble, el líquido contiene Ag, Cu, etc., los dos
primeros nos ha enseñado que el metal desaparece en el centro,
por lo tanto la solución se trasada en un vaso de 250 c.c.
con ácido clorhídrico, la plata precipita, se filtra, quedando
en el filtro el cloruro de plata, pasando el cobre en solu-
ción, se trata con el procedimiento de Scott para el co-
bre, antes descrito.

ORO AFINADO

Todas las extremas precauciones que son posible tomar
serán pocas para este ensayo. Por la cantidad de muestra
dada por la Inspección de Ensayes, tomamos 0.100 de ora-
nado y 0.500 de plata, para encontrar, se lleva un crisol
con oro y plata purísimos, la copelación se lleva otra, al
cuarteado se igual, lo que es fabe-quitar en la purpura del
oro desatlada, los lavados se harán hasta asegurar la ri-
tura pura, probando con ácido clorhídrico la presencia de
plata, se usarán crisoles de los más nuevos, la pesada final
se hará con la balanza "Hausser" marcada con el número 2

Queda sin modo que decir sobre éste, pero lo quiero
alegar una este capítulo, únicamente resumiendo informa-
ciones observaciones sobre el ensayado.

1 - El ácido nítrico debe agregarse cuidando el cobre
a fin de evitar que éste tienda a pulverizarse.

2 - Una ebullición rápida causa el ataque excesivo, ativa-
tiar el cobre y es una dificultad en la manipulación posa-
tior.

3 - Cuando hay muy poco oro, menos de 1 milígramo, no es
necesario lavar con el segundo ácido.

4 - Nunca se usará un ácido nítrico concentrado, es posi-
ble que disuelva algo de oro.

5 - Como en el caso del oro de alhajas, para evitar
dificultades posteriores, se preferirá encontrar la tabla ma-
cera.

6 - Algunas escobillas negras que quedan en el crisol des-
pués del calentamiento, son debidas a pasta metálica, debidas
a un mal lavado.

El siguiente cuadro indicará aproximadamente la temperatu-
ra en grados centígrados, según el color de la mufla

Rojo obscuro, visible solamente en la obscuridad.....	470°C	- Fría.
Rojo sangre.....	550°C	
Cereza obscuro.....	625°C	
Cereza vivo.....	700°C	- Media.
Rojo brillante.....	850°C	
Naranja.....	900°C	
Naranja brillante.....	950°C	
Amarillo.....	1000°C	- Caliente.
Amarillo brillante.....	1100°C	
Blanco.....	1200°C	

Nota: Por costumbre me permito escribir Zinc y nó Cinc.

Zn Peso atómico: 65.38 Núm.de Orden 30, densidad 7.1

Volúmen atómico: 92. Punto de fusión: 419°C

Reacción general del grupo: H_2S en solución acética, precipita sulfuro de zinc blanco:

$$ZnCl_2 + H_2S = \underline{ZnS} + 2HCl.$$

El Ferrocianuro de Potasio con las sales solubles de Zinc dá un precipitado blanco de Ferrocianuro de Zinc y Potasio, color blanco (Reacción cuantitativa) en solución no muy ácida:

$$3\ ZnCl_2 + 2\ K_4Fe(CN)_6 = Zn_3K_2\ \{\ Fe\ (CN)_6\ \}_2 + 6KCl.$$

De acuerdo con Low, la fórmula del Ferrocianuro de Zinc y Potasio puede escribirse así:

$K_2ZnFe\ (CN)_6 .\ Zn_2Fe\ (CN)_6$, de acuerdo con la reacción anterior, vemos que dos moléculas de Ferrocianuro equivalen a 3 átomos de zinc, atendiendo a que el ferrocianuro cristaliza con tres moléculas de agua, el peso molecular de él es igual a - 422.37, o sea 422.37 x 2 : 65.34 X 3, ahora bien, nosotros - queremos nuestra solución de tal manera, que tomando medio - gramo de muestra, 1 c.c. de solución de ferrocianuro sea igual a 1.% de zinc, tendremos que:

844.72 : 196.12 :: X : 0.005 = 21.53 de Ferrocianuro de - potasio por litro.

Informándome más sobre éste procedimiento, encuentro en las "Notas sobre Ensayes" de F. V. Valdés, la reacción en esta forma:

$$2\ ZnCl_2 + K_4FeC_6N_6 = Zn_2FeC_6N_6 + 4KCl.$$

Rojo obscuro, visible solamente en la obscuridad.....	470°C	- Rojos.
Rojo sangre.....	530°C	
Pardo obscuro.....	625°C	
Pardo vivo.....	700°C	- Zarzos.
Rojo brillante.....	850°C	
Naranja.....	900°C	
Naranja brillante.....	950°C	
Amarillo.....	1000°C	- Amarillentos.
Amarillo brillante.....	1100°C	
Blanco.....	1200°C	

Nota: Por consiguiente se permite escribir Zinc y no cinc.

Zn Peso atómico: 65.36 Kilo. de Orden 30, densidad 7.1

Volumen atómico: 9.2. Punto de fusión: 419°C

Reacción general del grupo: H_2S en solución acética, precipita sulfuro de zinc blanco:

$$ZnCl_2 + H_2S = \underline{ZnS} + 2HCl.$$

El ferrocianuro de Potasio con las sales solubles de Zinc da un precipitado blanco de Ferrocianuro de Zinc y Potasio, con color blanco (Reacción cuantitativa) en solución no muy ácida:

$$3\ ZnCl_2 + 2\ K_4Fe(CN)_6 = Zn_3K_2\left\{Fe\ (CN)_6\right\}_2 + 6KCl.$$

De acuerdo con lo, la fórmula del Ferrocianuro de Zinc y Potasio puede escribirse así:

$Zn_2KFe\ (CN)_6$, $Zn_2Fe\ (CN)_6$, de acuerdo con la reacción anterior, vemos que dos moléculas de Ferrocianuro equivalen a 3 átomos de zinc, atendiendo a que el ferrocianuro cristalizado con tres moléculas de agua, el peso molecular de él es igual a 422.37, o sea 422.37 x 2 : 65.34 X 3, ahora bien, necesitamos nuestra solución de tal manera, que tomando medio gramo de muestra, 1 c.c. de solución de Ferrocianuro sea igual a 1.% de zinc; tendremos que:

$$844.72 : 196.12 :: X : 0.005 = 21.53$$ de Ferrocianuro de Potasio por litro.

Informándose más sobre este procedimiento, encuentro en las "Notas sobre Ensayes" de F. V. Valdés, la reacción de esta forma:

$$2\ ZnCl_2 + K_4Fe(CN)_6 = Zn_2FeCN_6 + 4KCl.$$

Y en lugar de ser la relación de Ferrocianuro a Zinc de 2 a 3, sería de 1 a 2, lo cual es contradictorio con los resultados prácticos obtenidos.

Los procedimientos gravimétricos para el Zinc son sumamente gravosos en su manipulación, por lo tanto hemos excluído su aplicación en esta Oficina.

El procedimiento del Ferrocianuro descrito por W. W. Scott, es como sigue:

Valoración de la solución de Ferrocianuro.- Se toma un peso de zinc Q.P. en cantidad aproximada a la que dará por titulación la muestra. Se disuelve en 15 o 20 c.c. de ácido clorhídrico y se diluye más o menos a 225 c.c. Se agregan 37 c.c. de hidróxido de amonio concentrado, teniendo cuidado de evitar salpicaduras, se calienta hasta ebullición se agregan 4 gotas de sulfuro de amonio, se neutraliza con ácido clorhídrico y se agrega un exceso de 10 c.c. quedando listo para la titulación.

Procedimiento para minerales.

Se pesa medio gramo o un gramo (dependiendo de la cantidad de zinc presente), de muestra, se coloca en un vaso de 250 c.c., se agregan 15 c.c. de ácido clorhídrico, se cubre el vaso, se agita para evitar que se pegue el mineral. Se hierve hasta un volúmen de 5 c.c. más o menos, se enfría, se lavan las paredes del vaso y el vidrio que lo cubre. Se agregan 10 c.c. de una solución saturada de agua de bromo, 5 gramos de cloruro de amonio y 15 c.c. de hidróxido de amonio, se hierve vigorosamente por 1 ó 2 minutos. Se filtran los hidróxidos precipitados, se lava 4 veces con agua caliente que tenga 50 gramos de cloruro de amonio y 25 c.c. de hidróxido de amonio por litro, el precipitado se baja en el vaso original, se disuelve con ácido clorhídrico concentrado, se agregan 10 c.c. de hidróxido de amonio, se hierve la solución, se filtra y se lava como antes, el líquido filtrado se junta con el anterior. La solución se diluye a 250 c.c. se calienta a ebullición, se agregan 4 gotas de una solución de sulfuro de amonio, para destruir los agentes oxidantes y precipitar las pequeñas cantidades de cobre y cadmio presentes. La solución se neutraliza con ácido clorhídrico, la redisolución del sulfuro de zinc precipitado, sirve como indicador, se agregan 10 c.c. de HCl en exceso, se titula la solución a una temperatura no menor de 75°C, con la solución de Ferrocianuro, usando como indicador exterior Nitrato de Uranio (10%) en solución.

La variante que usamos en esta Oficina está alejada de la técnica anterior, y es aplicable a las variedades de mineral de zinc recibidas: Clase Calcinados, con 25 a 50 % de zinc, Silicoso, Clase Concentrados, de 50 a 60 % de zinc, - Sulfuroso.

Valoración de la solución.- Se pesan 0.200 de lámina de zinc Q.P. en un vaso de 400 c.c., se disuelven en 10 c.c. de ácido clorhídrico diluído al doble, se neutraliza la solución con hidróxido de amonio, usando papel reactivo para indicar el cambio, se agregan, gota a gota, ácido clorhídrico, uno o dos c.c., por si hubo un exceso de hidróxido de amonio, finalmente se agregan 5 c.c. de ácido clorhídrico concentrado en exceso, se diluye a 300 c.c. más o menos, se calienta hasta ebullición y se valora, esta operación se hace por duplicado, si el operador no tiene experiencia, puede dividir la solución de cada vaso en dos partes, ver cuanto gasta aproximadamente la primera parte, y ya con esta indicación, terminar agregando a la primera porción, la otra parte separada; se termina con cuidado. El final de la reacción, es facilmente observable, ya que al aproximarse a éste, se nota que el color verdoso apenas perceptible de la solución, cambia bruscamente a color blanco, 2 ó 3 gotas más de ferrocianuro bastan generalmente para alcanzar el punto final, se confirma con una solución de acetato de Uranio (ni muy diluída ni concentrada), ésta se coloca con un gotero sobre un trozo de papel (Champion Bond, común de correspondencia), lo indicado por los téxtos, es hacerlo sobre placas apropiadas, pero éstas tienen muy pocas depresiones y la índole del trabajo de esta Oficina es, hacer un gran número de muestras, con ahorro de tiempo; con el agitador con que constantemente se mueve la solución se toma una gota y se prueba sobre el acetato, aparece, cuando es el final, una leve coloración café (es el punto tomado por nosotros), se toma la lectura y tenemos:

N c.c. gastados es a 0.200 de zinc, :: 1 c.c. de

solución es a X = valor de la solución.

Cuanteo en las muestras.- Se pesan 0.500 de muestra en una cacerola de porcelana de 200 c.c. de capacidad, se tratan con 15 c.c. de ácido nítrico concentrado, saturado de clorato de potasio, se cubre la cacerola con un vidrio de relox, se calienta, hay que regular muy bien el calor, si nó se corre el peligro, sobre todo con los minerales sulfurados, de que, al reducirse el volúmen, empieza a proyectarse, con las pérdidas consiguientes; se evapora hasta sequedad, pero nó a calcinación, se enfría un poco, se le agregan 50 c.c. de agua caliente, cuando son calcinados el resíduo hay que despegarlo muy bien, si es necesario, hervir un poco, con los concenvrados no hay necesidad de hacer ésto, basta una pasada con el agitador provisto de "gendarme", se agregan 35 c.c. de una solución de 200 gramos de cloruro de amonio, 500 c.c. de hidróxido de amonio y 750 c.c. de agua pura, si se sospecha que hay Mn, se agregan unas gotas de bromo, se hierve por espacio de uno o dos

minutos, se retira del fuego, se filtra, (nosotros usamos con buen éxito papel filtro #597) cuando todo ha pasado - se lava y despega todo lo que sea posible del residuo que haya en la cacerola, con agua caliente, pasándose por el filtro, los hidróxidos que están en los bordes del filtro se bajan, lavando, después éstos ya reunidos en el fondo del filtro, son lavados con agua caliente que tiene disueltas 100 c.c. de la solución de cloruro de amonio, por litro, 3 o 4 lavados son suficientes, se le dá un último lavado con agua pura, caliente, el filtrado se recibe en un vaso de 400 c.c., una coloración azul, más o menos intensa, nos indicará la presencia de cobre, la solución es neutralizada con ácido clorhídrico, nosotros usamos en esta operación buretas de 250 c.c. para regularizar todas las muestras tratadas, si hay cobre, la desaparición del color - azul indica el momento de neutralización, en caso contrario, se usará un trocito de papel reactivo, se agrega un exceso de 5 c.c. de ácido clorhídrico, si hay cobre, se agrega plomo granulado, cubriendo el fondo del vaso, y se lleva a ebullición, quedando lista la solución para titularse.

Observaciones.

1 - Entre 70 y 100°C, se consigue un consumo regularizado de Ferrocianuro,

2 - Se debe usar un volúmen igual, tanto para el zinc C.P. para valorar, como en el de la solución del mineral.

3 - Usando 5 a 10 c.c. de ácido clorhídrico en exceso, se consiguen resultados más regulares.

Se puede tener, como precaución, una solución de Cloruro de Zinc perfectamente valorada, a fin de corregir el ensaye en el caso de que se haya usado un exceso de ferrocianuro.

Un método rápido en que la misma muestra que se usa para la determinación del plomo, sirve para la determinación del zinc, siempre que no haya cobre presente. La solución de sulfatos obtenida en el procedimiento para el cobre, es tratada con hidróxido de amonio hasta neutralización, se agregan después 35 c.c. de la solución de cloruro de amonio, se hierve, filtra, pasando en solución el zinc, se termina como antes.

ZINC AFINADO.

La única diferencia de este producto con respecto al Zinc usado para valorar la solución de Ferrocianuro, es de unos décimos de %, la solución usada de ferrocianuro, es de

doble concentración, llevándose la titulación como para el Zinc Q.P.

Cd. Peso atómico: 112.40 Núm.de Orden:48. Densidad 9.80

Volúmen atómico: 13.1 Punto de fusión: 310°C

Reacción general del grup a que pertenece: H_2S

En solución ácida, da con las sales solubles de Cd, un precipitado amarillo de sulfuro de Cadmio.

$$CdCl_2 + H_2S = \underline{CdS} + 2HCl$$

Con el hidróxido de Sodio o Potasio, precipita el hidróxido de Cadmio, blanco amorfo.

$$CdCl_2 + KOH = \underline{Cd(OH)_2} + 2\ KCl.$$

Solamente una vez, en el tiempo que tengo de prestar mis servicios en esta Oficina, nos ha sido presentada una muestra de Cadmio. Era con el fin de decidir unas leyes en discordia (Tercería) por tal motivo y no estando por entonces equipado como está ahora el laboratorio, hubimos de escoger un procedimiento exacto y sencillo. El jefe nuestro escogió un procedimiento volumétrico, para tener una idea de la clase de producto que nos había sido presentado, obtuvo resultados distintos para la misma muestra, por lo tanto tuvimos que buscar entre los procedimientos gravimétricos, y nos decidimos por el descrito por Low, suprimiento el tratamiento con Cianuro de Potasio, por no haber Cu presente.

Operación.-

A medio gramo de la muestra, se le trata en un frasco Erlenmeyer de 200 c.c. con 10 c.c. de Acido Clorhídrico concentrado y 5 c.c. de Acido Nítrico Concentrado. Se hierve hasta que todos los sulfuros presentes hayan sido expulsados y más o menos la mitad del ácido se haya evaporado. Si los óxidos permanecen aún sin descomponerse se continúa el calentamiento con nueva cantidad de ácido clorhídrico, para completar la solución del cadmio. Finalmente se agregan más o menos 6 c.c. de ácido sulfúrico concentrado (nosotros preferimos usar 10 c.c. de ácido diluído al doble) se calienta hasta desprendimiento de humos blancos abundantes. Se enfría, se diluye con 25 c.c. de agua, se calienta a ebullición, se deja por algún tiempo a fin de asegurar la disolución del sulfato de fierro anhidro, se enfría, se filtra el resíduo insoluble (incluyendo el sulfato de Pb, nuestra muestra tenía 11% de Pb, detalle muy importante, porque la diferencia entre las leyes era de 65% y 80%, ley ésta última -

improbable con la presencia de tal cantidad de Pb.) se lava con ácido sulfúrico diluído 1-10 frío, se diluye el filtrado más o menos a 200 c.c., se agregan 10 gramos de sulfato de amonio (la presencia de una cantidad grande de sulfato de amonio, es necesaria para obtener buenos resultados en la precipitación del Cd con el ácido sulfihídrico en las soluciones sulfúricas), se pasa una corriente de ácido sulfihídrico hasta saturación (el precipitado obtenido fué completamente amarillo, nos dió idea de tener un producto de Cd y Pb como metales solamente), se filtran los sulfuros precipitados, se lavan con agua sulfihídrica diluída y ligeramente acidulada con ácido clorhídrico. Se baja el precipitado del filtro a un vaso, tan completamente como sea posible, no usando más agua de la necesaria, se coloca el vaso debajo del embudo y se pasa sobre el filtro una solución concentrada fría de cianuro de potasio puro. Agítase el vaso para mezclar los líquidos y no usar mayor cantidad de solución de Cianuro que la necesaria, para disolver el sulfuro de cobre, etc. que haya presentes. Si no hay Bi o Pb presentes (todo el Pb debe haber sido prácticamente eliminado como sulfato,) el sulfuro de Cd aparecerá de un color amarillo o naranja (cuando es precipitado de soluciones sulfúricas, aun cuando sea muy débil, el sulfuro de Cd es más bien naranjado que amarillo), se filtra la mezcla sobre el mismo filtro, si pasa turbio regrésese hasta que se consiga clara la solución. Se lava bien con agua sulfihídrica diluída. El sulfuro de Cd tiene la tendencia de apretarse en el filtro e impedir la filtración. Si es posible lávase aflojando el precipitado cada vez, así el lavado será más rápido. Si el precipitado ya lavado aparece muy descolorido tendremos indicación de Bi, se procederá como más adelante se indica. Si está limpio amarillo o naranja, se disuelve con ácido clorhídrico caliente diluído 1-1, pasándolo a través del filtro, usando la menor cantidad posible. Si el volumen del filtrado no es muy grande, se recibe en un crisol de porcelana grande ya pesado. De otra manera se recibe en un vaso y se pasa al crisol en pequeñas porciones. Se coloca el crisol y su contenido en un Baño María y se evapora la solución de Cloruro de Cd hasta sequedad completa. Se cubre el crisol, se agrega un pequeño exceso de ácido sulfúrico diluído, cuando ha terminado de proyectarse se quita la tapa y se lava y se continúa la evaporación tanto como sea posible, en el Baño María. Finalmente se quita el exceso de ácido sulfúrico, calentando con mucho cuidado en la llama viva, hasta que no haya más desprendimiento de humos blancos. Evítese calentar más de lo necesario. Es preferible colocar el crisol en uno más grande sujetado con un anillo de asbestos de tal manera que los crisoles no se toquen. Cuando los humos han cesado, se enfría y se pesa el crisol y contenido.

El sulfato de cadmio debe ser puro, blanco y soluble en agua, sin dejar resíduo, su peso multiplicado por 0.5391 nos dará el peso de Cd puro.

Si el sulfuro de cadmio después del tratamiento con cianuro de potasio aparece de otro color, probablemente Bi, Pb o Hg, estarán presentes. Se colocan, el precipitado húmedo y el filtro en un frasco de 200 c.c. se agregan 10 c.c. de ácido clorhídrico concentrado y 10 c.c. de agua, se hierve la mezcla hasta que el sulfuro de Cd está disuelto totalmente y el ácido sulfihídrico ha sido expulsado, el filtro estará bien desintegrado. Cualquier resíduo obscuro, libre de Cd debe desecharse. Se diluye con 25 c.c. de agua caliente y se filtra, lávase con agua caliente, se diluye algo el filtrado, se agrega carbonato de sodio en exceso y uno o dos gramos de Cianuro de Potasio. Se calienta por algún tiempo a fuego moderado y se filtra. Lávase con agua fría, el Bi y el Pb quedan en el filtro como carbonatos. Pásase ácido sulfihídrico al filtrado, diluyendo si es necesario, se precipitará el sulfuro de Cd puro, de color amarillo. Se filtra, se lava con agua sulfíhidrica que tenga acetato de amonio (para evitar que pase el filtrado) se disuelve en ácido clohídrico y se termina como antes se describió.

Hg Peso atómico 200.6-Núm.de órden 80 -Densidad 13.50

Volúmen atómico 14.8 Punto de fusión -38.9

Reacción general del grupo a que pertenece H_2S

Con las sales solubles de Hg dá un precipitado que se ennegrece, de sulfuro mercúrico: la reacción se lleva en dos fases:

$$3HgCl_2 + 2\,H_2S = 4\,HCl + Hg_3S_2Cl_2 \text{ (blanco)}$$

Con el exceso de ácido sulfihídrico que pasa, la reacción continúa así:

$$Hg_3S_2Cl_2 + H_2S = 2\,HCl + 3\,HgS \text{ (negro)}$$

El yoduro de potasio da con las sales solubles de Hg un precipitado rojo de Yoduro mercúrico.

$$HgCl_2 + 2KI = 2KCl + \underline{HgI_2}$$

El yoduro de potasio con las sales solubles mercuriosas da un precipitado amarillo verdoso de yoduro mercurioso:

$Hg_2(NO_3)_2 + 2KI = \underline{Hg_2I_2} + 2KNO_3$

La forma como se presenta el mercurio en esta Oficina es Mercurio Afinado, la única investigación que se le hace es la del Au y Ag que contenga, considerando el resto como Hg, lo que en realidad és un ensaye de Au y Ag y nó determinación de Hg.

El método aplicable a toda clase de minerales, es el conocido como, Método de Seamon.

Se pesan 0.500 de mineral finamente pulverizado, en un frasco Erlenmeyer de 125 c.c. Se agregan 5. c.c. de ácido clorhídrico concentrado y se deja actuar por unos 10 minutos a una temperatura entre 40 y 50°C, se agregan después 3 c.c. de ácido nítrico concentrado, se deja que continúe la acción por 10 minutos más. El Hg debe estar ahora en solución. Si hay Pb se agregan 5 c.c. de ácido sulfúrico concentrado, en caso contrario se omite esta operación Si hay Pb se transforma en sulfato insoluble, se filtra, se diluye el filtrado o la solución original con 15 c.c. de agua, se agrega hidróxido de amonio cuidadosamente hasta que el líquido queda ligeramente alcalino. Si hay Bi queda precipitado. Se acidula ligeramente con ácido nítrico y se filtra, se recibe el filtrado en un vaso lavando cuidadosamente. Al filtrado se le agrega un c.c. de ácido nítrico concentrado que tenga humos pardos por exposición a la luz. Se titula con una solución valorada de yoduro de potasio, hasta que una gota de líquido dé en contacto del indicador exterior (engrudo de almidón) una coloración violeta. Es de recomendarse apartar una tercera parte de la solución de Hg y agregarla en porciones, cuidando que se pase del punto que dá el indicador, hasta que con la última porción se alcanza el punto final, cuidadosamente. Se deduce como corrección 0.5 c.c. de la lectura en la bureta.

La solución de yoduro de potasio contendrá 8.3 gramos por litro.

$$Hg(NO_3)_2 + 2\,KI = HgI_2 + 2\,KNO_3$$

$$\underset{KI}{166 \times 2} : \underset{Hg}{206.6} :: X : 0.005 \quad X = 8.27$$

Se valora la solución de yoduro de potasio con cloruro mercúrico Q.P. Se pesa una cantidad de la sal, se disuelve en agua, se le agregan 2 c.c. de ácido nítrico y se titula como antes se describió. Cuando hay pequeñas cantidades de Hg no aparece el precipitado rojo de yoduro mercúrico, sin ser esto motivo de error. La plata es causa de error.

Procedimiento seco de Eschka:

Particularmente aplicable a minerales de baja ley. Se mezclan de 0.200 a 2 gramos de mineral con uno a cuatro gramos de limaduras de fierro, en un crisol de porcelana de un tamaño adecuado. Se prepara una cubierta de oro laminado. Esta cubierta debe ser de tal forma que pueda mantenerse fría llenándola con agua, debe ser lo suficientemente grande para bordear hácia abajo al crisol a fin de evitar que escape algo de Hg. Se coloca el crisol en un soporte de anillo, se coloca la tapa que ha sido previamente pesada, se llena con agua (es preferible usar un trocito de hielo, cuando se ha licuado, el agua se retira con un gotero de succión, repitiendo cuantas veces sea necesario). Se calienta cuidadosamente la parte inferior del crisol en un quemador Bunsen, manteniendo la parte superior aislada, un anillo de asbestos ajustado al crisol a una altura conveniente, servirá para aislar la parte superior de un calentamiento fuerte. Se necesitan de 10 a 30 minutos para destilar todo el Hg, cuando se considera que la operación ha terminado, se quita la tapa de Au, se sumerge en alcohol, se seca cuidadosamente sin calentar, y se pesa. El aumento de peso de la tapa, representa el peso del Hg.

Observaciones.-

En lugar de llenar la cubierta con agua, se coloca sobre ella un platillito de metal, al que se le pone en agua. El platillo debe tener el fondo redondeado. Es conveniente tener una pequeña capa de limaduras de fierro, sobre la masa que está bien revuelta. Minerales sulfurosos que contengan As es conveniente mezclarlos con el doble de su peso, con una mezcla de 4 partes de óxido de Zn y una parte de Carbonato de Na, junto con las limaduras de fierro, 5 veces el peso del mineral.

Sn - Peso atómico 118.7 Núm. de orden 50. Densidad 7.28

Volúmen atómico 16.3 Punto de fusión, 231.8

Reacción general del grupo a que pertenece: Las sales solubles estánicas con el ácido sulfihídrico, precipitan Sulfuro estánico, en soluciones moderadamente ácidas:

$$SnCl_4 + 2\,H_2S = \underline{SnS_2} + 4HCl$$

El carbonato de Sodio precipita hidróxido estánico,

$$SnCl_4 + 2\,Na_2CO_3 + H_2O = \underline{SnO(OH)_2} + 4NaCl + 2\,CO_2$$

El cloruro mercúrico no precipita mercurio metálico con las sales estánicas, con las sales estanosas se verifica la siguiente reacción:

$$HgCl_2 + SnCl_2 = \underline{Hg} + SnCl_4$$

ESTAÑO EN MINERALES.

Se funden 8 a 10 gramos de NaOH en un crisol de fierro de 2.5 pulgadas. Se quita de la llama un momento y se le agregan, según la riqueza del mineral, de 0.5 a 2 gramos de la muestra, bien pulverizada, se calienta al rojo por 5 ó 10 minutos. Se enfría un poco y se sumerge el fondo del crisol en agua fría. Las substancias fundidas, de esta manera son fáciles de remover del crisol en forma de torta, Se colocan juntos el crisol y la tapa en una cápsula de 5 a 6 pulgadas, se agregan 50 c.c. de agua y poco a poco, ácido clorhídrico, hasta disolución, es conveniente usar siempre la misma cantidad de ácido, 20 a 30 c.c. por ejemplo. Ahora se lava la solución en un frasco de 250 c.c. hasta cierta marca, 200 c.c. son un buen volumen. Se coloca una laminita de níquel, colgada al borde del frasco con un alambre de fierro, este no debe estar en contacto del líquido. Se tapa con un pequeño vridrio de relox, se hierve suavemente por 15 o 20 minutos, se quita del fuego y se agrega un pedacito de piedra de cal del tamaño de un chícharo. Se enfría rápidamente, utilizando la llave de agua, se quita la lamina de níquel, se lava y se titula con una solución especial de yodo, usando engrudo de almidón como indicador.

Valoración de la solución de yodo.- Se pesan 0.200 de ácido arsenioso en un frasco de 250 c.c. se disuelven por calentamiento con una solución diluída de Sosa caústica, una vez disuelto el ácido arsenioso se diluye a 100 c.c. con agua fría, se agregan unas gotas de Phenoltaleína como indicador, se hace ligeramente ácida con HCl. Se cubre, se enfría a temperatura ambiente, finalmente se agregan de 3 a 4 gramos de bicarbonato de sodio, y 3 c.c. de solución de engrudo de almidón. Se titula hasta conseguir un tinte azul palido permanente. El peso de Anhidrido arsenioso por 1.199 es igual a la cantidad de estaño, equivalente.

Cuando se oxida el estaño, oso a estaño, ico, es a través de un átomo de oxígeno, o sea Sn = O, cuando el óxido arsenioso As_2O_3 cambia a Oxido arsénico As_2O_5 de tal manera que cada As_2O_3 necesita O_2, teniendo en cuenta que Sn = O, As_2O_3 es a Sn_2

$$197.92 : 237.4 :: 1 : X = 1.199$$

ESTAÑO EN ALEACIONES.

El disolvente natural del Sn en esta forma, es el Acido sulfúrico, se pesa medio gramo de la muestra en un frasco Erlenmeyer, se le agregan 10 c.c. de ácido sulfúrico concentrado. La mezcla se calienta preferiblemente en la llama viva, hasta que la aleación está completamente atacada. Casi todo el exceso de ácido libre es expulsado, agitando el fras-

co durante el ataque, con el fin de evitar que haya proyecciones, sobre todo cuando el ácido empieza a concentrarse. El residuo se deja enfriar, se agregan 100 c.c. de agua hervida, a fin de que no contenga aire, y 50 c.c. de ácido clorhídrico concentrado, se calienta hasta que se aclare la solución. El frasco se tapa con un tapon horadado por el que pasa un tubo de vidrio que apenas atraviesa el tapón; al exterior se dobla una vez en ángulo recto y otra hácia abajo en ángulo más abierto, en esta parte se coloca un tubo de hule, en la parte opuesta al tubo de hule, un tubo de vidrio un poco más grande que la altura de un vaso de 400 c.c., una vez preparado así el aparato, se le agregan, levantando el tapón, 15 c.c. de una solución saturada de Bicarbonato de Sodio, el tubo exterior estará ya sumergido en una vaso de 400 c.c. que contenga solución saturada de bicarbonato de sodio. Al mismo tiempo se agrega, más o menos, un gramo de Sb finamente pulverizado, se tapa nuevamente, el aire es expulsado quedando la solución en una admosfera de anhidrido carbónico, se coloca el frasco al fuego, se calienta durante 10 ó 15 minutos. El Sb deber ser lo suficientemente finopara que durante la ebullición permanezca suspendido. El aparato se deja enfriar cuidando de que el tubo exterior esté sumergido en la solución de bicarbonato, al enfriarse hay una contracción de volúmen y para evitar la entrada del aire, es por lo que se usa la solución exterior de bicarbonato. Una vez que está a temperatura ambiente, con mucha rapidez se agrega una solución de almidón, operación que se hace a través del tapón, quitando el tubo y dejando caer el almidón con una pipeta, cuidando que no llegue a vaciarse completamente ésta, queda lista la solución para titularse, pasando el pico de la bureta por el agujero del tapón. Si en lugar de usar una solución empírica de yodo se usa N/10, es conveniente pesar 0.5935 de la muestra, ya que un c.c. de la solución de yodo = 0.005935 de Sn.

Cuando se está seguro de que una aleación de Sn no tiene nada más que plomo, se puede hacer gravimétricamente la determinación. Lo mejor es usar ácido nítrico diluído, se pesa medio gramo de muestra, se ataca con el ácido nitrico (más o menos 10 c.c.) en Baño María, agregando 2 o 3 veces unas gotas de agua, hasta que no se produzca enturbiamiento, cuando ha sido disuelta la muestra, queda un residuo blanco de ácido metaestánico $(H_2SnO_3)_N$, según Newth, $H_{10}Sn_5O_{15}$ ya que se ha conseguido esto, se agregan 50 c.c. de agua caliente, se filtra el ácido metaestanico, se lava con agua caliente y se deseca. El contenido del filtro se baja lo más que sea posible a un crisol de porcelana ya tarado, el filtro se quema, recogiendo las cenizas en el crisol, se humedece todo con unas gotas de ácido nítrico, se calienta un poco por si ha sido reducido algo del estaño con el papel, después se calcina, el residuo es $Sn\ O_2$.

El peso obtenido, multiplicado por el factor 0.7877 nos dará Estaño puro.

Nota.- En caso de minerales sulfurosos hay que calcinar la muestra, se puede hacer ésto en un escorificador.

Pb Peso atómico 207.2 - Núm. de órden 82, Densidad 11.34

Volúmen atómico 18.2 - Punto de fusión 327.4

Reacción general del grupo a que pertenece, H_2S

El H_2S dá con las sales solubles de plomo ligeramente ácidas, un precipitado negro de sulfuro de plomo

$$Pb(NO_3)_2 + H_2S = \underline{PbS} + 2HNO_3$$

El ácido sulfúrico con los sulfatos solubles dan con las de plomo, dan un precipitado blanco de sulfato de plomo. dificilmente soluble,

$$Pb(NO_3)_2 + Na_2SO_4 = \underline{PbSO_4} + 2NaNO_3$$

El plomo es presentado en esta Oficina, en diversas formas: en minerales, en plomo antimonial, en plomo bismuto, plomo auro-argentífero, plomo afinado.

Plomo en minerales.

Se toma medio gramo de muestra, que es tratado con 10 c.c. de ácido clorhídrico en un vaso de 250 c.c., se calienta, (cuando se trata de minerales rebeldes, es necesario agregar más ácido clorhídrico) pasados unos momentos, sobre todo en minerales sulfurosos, se agregan 7 c.c. de ácido nítrico, se continúa el calentamiento hasta descomposición completa, se agregan 10 c.c. de ácido sulfúrico diluído 1-1 - (cuando se usa ácido concentrado, al final hay proyecciones muy violentas) se continúa el calentamiento, elevando la temperatura si es posible hasta abundantes humos blancos, se retira del fuego, se enfría, se le agregan 50 c.c. de agua, se hierve a fin de que se disuelvan los sulfatos solubles, cuando el mineral no contiene sílice, se puede apreciar por la cantidad de precipitado, la cantidad de plomo presente, se filtra, usando papel filtro Núm. O, si el mineral es silicoso, la sílice tiende a obstruir los poros del filtro, por lo tanto en estos casos preferimos lavar decantando y solamente al final, con la ayuda de una varilla de vidrio con "gendarme" se despega todo y se pasa al filtro, no es necesario limpiar meticulosamente el vaso, en el filtrado, como ya dijimos, pasa el cobre, si lo hay. Una vez lavado el filtro, se regresa

al vaso de ataque, se diluye con 75 c.c. de agua y se le agregan 7 c.c. de una solución de 500 gramos de acetato de amonio en un litro de agua y 60 c.c. de ácido acético, es de recomendarse no usar más cantidad de esta solución, porque la precipitación con el molibdato de amonio es incompleta, si se usa menos cantidad, no alcanza a disolver toda el sulfato de plomo, se hierve, quedando listo para la titulación, ésta se hace con una solución valorada de molibdato de amonio, que precipita el plomo en forma de molibdato de plomo, el final de la reacción se conoce usando ácido tánico, como indicador exterior, una ligera coloración amarilla indica el final de la reacción, cuando se tiene menos de 5% de plomo, el precipitado de plomo que se forma en el vaso, no es muy abundante, cuando se está lejos del final de la reacción, las pruebas en el ácido tánico aparecen lechosas, se van haciendo más cristalinas hasta que aparece la coloración amarilla, la solución de molibdato de amonio se prepara disolviendo 4.26 de la sal pura, por litro,

$$(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O + 7\ Pb(CH_3COO)_2 = 7\ PbMoO_4 + 6(NH_4)CH_3COO$$

$$+ 8\ CH_3COOH$$

1 molécula de Molibdato = 7 Pb; 1/7 de Molibdato = 1 Pb

$$\frac{1.236.06}{7} : 207.20 :: X : 0.005 = 4.261$$

Todos los autores están de acuerdo en admitir que este es un procedimiento rápido, pero no muy exacto, desde luego para un trabajo científico no se utilizaría, pero con el margen de tolerancias que dá el Reglamento, la rapidez y sencillez con que se efectúa la determinación, lo hace un procedimiento ideal; si la cantidad de sílice que queda en el filtro es muy grande, es conveniente disolver el sulfato de plomo en el mismo filtro, con acetato de amonio caliente, 15 c.c. de la solución anterior, lavando tambien con agua caliente, son suficientes.

La solución de Molibdato se valora ya sea usando sulfato de plomo Q.P., o plomo laminado purísimo, nosotros preferimos usar éste, se pesan 0.200 de plomo, se tratan con 10 c.c. de agua y 5 c.c. de ácido nítrico (el ácido nítrico concentrado no tiene acción completa) se calienta un poco, una vez disuelto se enfría, se neutraliza con hidróxido de amonio agregando un exceso, se forma un precipitado blanco, el cual es disuelto con ácido acético, si no se agrega un pequeño exceso de este, al hacer la dilución para titular, se vuelve a formar el precipitado blanco, pero unas gotas de ácido acetico bastan para redisolverlo. La titulación se efectúa como

para los minerales, siendo mucho más notable la formación de la gota lechosa cuanto más alejado se está del punto final.

Plomo afinado.

Con este nombre se presenta el que procede de la fundiciones, su tratamiento es en todo igual al usado para valorar la solución de Molibdato, las leyes obtenidas varían de 99.7 a 99.9 por ciento.

Plomo antimonial.

Con este nombre se presenta una aleación de las usadas en la industria tipográfica, sus componentes esenciales son Pb y Sb, con menos de 1.5% de impurezas. Se toman 0.250 de la muestra, se llevan a un vasito de 100 c.c. se atacan con ácido clorhídrico diluído (3-7), 15 cc de éste ácido bastan, se calienta a fuego muy lento colocando el vasito sobre un escorificador, se lleva el calentamiento hasta sequedad, se enfría la masa, se trata con 30 c.c. de agua y 10 c.c. de acido nítrico concentrado, se calienta sin llegar a la ebullición, por unos 10 minutos, se filtra usando filtros de la mejor calidad, se lava con agua fría, 3 a 4 veces, se le agregan 10 c.c. de ácido sulfúrico (100 de ácido sulfúrico, 700 de agua y 0.5 de sulfato de plomo), los 10 c.c. dichos, son filtrados de la solución. El plomo presente precipita, dejándose reposar por 12 horas. Se filtra, procurando lavar por decantación 3 ó 4 veces con agua fría. Ahora se puede proceder de dos maneras, llevando todo el filtro de una vez con el sulfato de plomo a un vaso de 250 c.c. con 100 de agua y 15 c.c. de la solución de acetato de amonio, o bien, haciendo pasar el acetato de amonio caliente, por el filtro recogiendo el filtrado, se lleva la titulación hasta el fin y se agrega después el filtro, preferimos, por ahorro de tiempo, el primer método.

Plomo bismuto.

Este es un producto que se presenta periódicamente, empezando su producción, hace más o menos un año, al ampliar la American Smelting su planta de afinación. Por lo tanto hubimos de escoger un método exacto, que por tratarse de un trabajo que pudiéramos llamar especial, el factor tiempo no lo tomamos en cuenta, con tal de tener resultados lo más exactos posibles. El primer método ensayado nos dió magníficos resultados, mientras la proporción de plomo no fué menor de 25%, este método será descrito al tratar Bismuto. Se pesan 0.250 de muestra finamente pulverizada, se tratan en un vaso de 250 c.c. con 15 c.c. de ácido nítrico diluído 1-6, se calienta suavemente hasta disolución total, si es necesario, unas gotas más de ácido nítrico, completarán la disolución, se con-

tinúa el calentamiento a Baño María, evaporando hasta consistencia siruposa, se añade la menor cantidad de agua posible, se agita con una varilla de vidrio y se evapora hasta sequedad completa, se agrega nuevamente una pequeña cantidad de agua, se repite la evaporación hasta que una nueva adición de agua no produce un enturbiamiento, generalmente son necesarias 4 evaporaciones, en estas condiciones está el bismuto como Bi_2O_2 NO_3OH . Se agregan ahora 100 de solución de nitrato de amonio (1 gramo dela sal en 500 c.c. de agua) se deja reposar durante 6 horas, agitando de vez en cuando con una varilla de vidrio, para asegurar que todo el nitrato de plomo ha sido disuelto. Se filtra a través de papel filtro de buena calidad, se lava con agua que tenga un poco de nitrato de amonio disuelto (a veces es necesario usar papel filtro doble) en el filtrado pasa el plomo, en el resíduo queda Bi (al tratar de éste, no repetiré hasta aquí el proceso) se procura no usar mucho líquido al lavar, se evapora a Baño María hasta conseguir un volúmen de 30 c.c. más o menos, se pueden seguir dos caminos, agregar 20 c.c. de ácido sulfúrico 1-1 y a fuego directo continuar el calentamiento hasta humos blancos, o bien agregar 30 c.c. de acido sulfúrico 1-7 con sulfato de plomo disuelto, dejando reposar toda la noche. Pudiendo en cualquiera de los dos casos seguir el procedimiento volumétrico o el procedimiento gravimétrico, en este caso filtramos a través de un crisol de Gooch tarado, el peso del sulfato de plomo, multiplicado por 0.6831, nos dará plomo puro.

As Peso atómico, 74.96 Núm. de Orden 33, Densidad, para el As metálico gris, 5.72, para el As metálico amarillo inestable, 2.03.

Volúmen atómico, para el primero, 13.1 para el segundo, 38.1. Punto de fusión 818°C.

Reacción general del grupo a que pertenece, para el arsénico trivalente, H_2S, precipita en soluciones acidas, trisulfuro de arsénico amarillo coposo,

$$2H_3AsO_3 + 3H_2S = 6\ H_2O + \underline{As_2S_3}$$

El nitrato de plata en soluciones neutras, produce un predipitado amarillo de Arsenito de plata,

$$K_3AsO_3 + 3AgNO_3 = Ag_3AsO_3 + 3\ KNO_3$$

El arsénico pentavalente, en solución fuertemente ácida clorhídrica, pasando en frio una corriente de H_2S precipita inmediatamente pentasulfuro de arsénico.

$$2H_3AsO_4 + 5H_2S = 8H_2O + \underline{As_2S_5}$$

El Nitrato de Plata en soluciones neutras precipita arseniato de plata de color rojo ladrillo:

$$H_3AsO_4 + 3\ AgNO_3 = \underline{Ag_3AsO_4} + 3\ HNO_3$$

La forma en que se presenta el As en esta Oficina, es Arsénico Blanco, llamado así comúnmente y que corresponde a la fórmula de As_2O_3. Solamente una vez se ha recibido en forma de polvillo, recogido al limpiar una cámara de polvillos.

En el primer caso se procede así: Se pesan 0.250 de la muestra, se tratan en un vaso de 250 c.c. con 40 c.c. de agua y unas gotas de sosa caustica (concentrada), se cubre el vaso y se calienta hasta disolución completa, si es necesario, una o dos gotas más bastarán para terminar la operación. Se retira del fuego, se agregan 100 c.c. de agua fría, se neutraliza con ácido clorhídrico usando anaranjado de metilo como indicador, se agrega un pequeño exceso de una o dos gotas de ácido.

Se deja enfriar a temperaturaambiente, se agregan 3 a 4 gramos de bicarbonato de sodio, procurando haya un exceso de este, a fin de neutralizar el HI que queda libre durante la titulación, se enfría nuevamente si es necesario y se titula con una solución valorada de Yodo, usando engrudo de almidón como indicador. Una coloración ligeramente color violeta, indica el final de la reacción.

El As_2O_3 al ser tratado con NaOH pasa a la forma de - Na_3AsO_3

$$As_2O_3 + 6NaOH = 2Na_3\ AsO_3 + 3H_2O$$

Durante la reacción se efectúa el siguiente cambio:

$$Na_3\ AsO_3 + I_2 + H_2O = Na_3AsO_4 + 2HI$$

Esta reacción es reversible, por lo tanto es indispensable agregar el exceso de bicarbonato de sodio a fin de que la reacción sea solamente de derecha a izquierda.

Además, de la reacción anterior se deduce que por cada As presente se consumen 2 I, o sea en peso

74.96 de As = 253.84 de I pero el As no es aprovechable en la industria agrícola en esa forma, sino como As_2O_3.

197.92 de As_2O_3 = 507.64 de $2I_2$.

Para encontrar la cantidad de Yodo necesaria para una solución de la cual 1 c.c. sea igual a 1.% de As_2O_3, si se toma medio gramo de muestra, y valorando la solución contra As_2O_3

197.92 : 507.64 :: 0.005 : X = 12.8

La solución de Yodo se prepara de la siguiente manera: Para prevenir que no baje su valor mucho, se toman 13.5 gramos de Yodo.

Se pesan 20 gramos de Yoduro de Potasio C.P. que se disuelven en 300 c.c. de agua, una vez disuelto se agrega el Yodo y cuando se ha conseguido la disolución de éste, se completa hasta un litro y se pasa a un frasco obscuro.

Arsénico en polvillo.- Para determinar el arsénico en esta forma, usamos el aparato Knorr, consta de un embudo con llave en su tallo, el cual entra en un matracito de destilación, la construcción del aparato permite que quede bien cerrado en esta parte, el tubo de destilación del matraz pasa a un condensador de bolas con un ajuste completo, el aparato está construído de tal manera que basta unir las tres piezas para que quede bien cerrado. El procedimiento se basa en que el Tricloruro de Arsénico es volátil a una temperatura no muy alta.

En el matraz se coloca medio gramo de muestra. En el embudo se colocan 50 c.c. de ácido clorhídrico, se vacía el ácido en el matracito, procurando que no se vacíe el tallo del embudo, se cierra la llave y se vuelven a colocar en el embudo 50 c.c. de ácido clorhídrico (Algunos autores recomiendan usar Cloruro Cuproso para asegurar la reducción del As), se calienta, recibiendo el destilado en un vaso de 400 c.c. con 100 c.c de agua, el vaso es conveniente tenerlo en el hielo; de vez en cuando se deja gotear el ácido del embudo, hasta vaciarlo, y nuevamente se agregan 50 c.c. de ácido clorhídrico, con 150 c.c. de este ácido generalmente basta para provocar el ataque completo, cuando se ha agotado la última porción de ácido, se retira el vaso que recibe el destilado y se coloca otro, se deja unos minutos y se le hace una prueba para determinar As, si es negativa, el primer vaso tiene todo el As, el cual, una vez neutralizado el ácido clorhídrico en exceso que tiene con bicarbonato de sodio y convenientemente enfriado, queda listo para la titulación; si se usa la anterior solución de Yodo, la lectura da directamente As_2O_3, pero si se quiere el valor en As puro, la lectura se multiplica por 0.7575.

---o---

Sb Peso atómico 121.8 - Núm de orden 51 - Densidad 6.67

Volúmen atómico 18.3 - Punto de fusión 630°C.

Para el antimonio trivalente, reacción general, el H_2S en soluciones debilmente ácidas dá un precipitado coposo color anaranjado:

$$2SbCl_3 + 3H_2S = 6HCl + Sb_2S_3$$

El Yoduro de potasio no deja en libertad Yodo al ser tratado con una sal antimoniosa.

Para el antimonio pentavalente el H_2S en soluciones moderadamente ácidas da un precipitado rojo naranja:

$$2SbCl_5 + 5H_2S = 10HCl + Sb_2S_5$$

El Yoduro de potasio reduce los compuestos antimónicos, á antimoniosos, en soluciones ácidas, con desprendimiento de Yodo:

$$SbCl_5 + 2KI = SbCl_3 + 2KCl + I_2$$

La presentación de Sb que se efectúa en esta Oficina, es en las siguientes formas: Mineral de Antimonio, Plomo Antimonial, Antimoniato de Sodio y Antimonio Puro.

El que se presenta como Mineral de Antimonio, como es producto de exportación y no sería costeable transportarlo tal y como sale de la mina, viene escogido de tal modo, que para su ensaye, sin serlo propiamente, puede tratarse como si fuera Concentrado.

Antimonio por fusión, con Carbonato de Sodio y Azufre.- Se pesa medio gramo de mineral en un crisol de porcelana, se agregan 6 o 7 gramos de una mezcla de partes iguales en peso, de Carbonato de Sodio y Azufre, se revuelve todo bien, se tapa y se funde, esta operación puede hacerse sobre un quemador Bunsen, pero si se quiere evitar la molestia del olor del SO_2 que se desprende, puede hacerse en la mufla, empezando con rojo sombra para ir aumentando poco a poco hasta el rojo vivo, 10 minutos en esta temperatura bastan para terminar la operación. Una vez frío el crisol, se coloca junto con la tapa en un vaso de 400 c.c., se agrega agua caliente, lo suficiente para que se cubra el crisol y la tapa, se calienta hasta que se disuelve el contenido. Se filtra, el filtrado se trata con un pequeño exceso de ácido clorhídrico, el Sb precipita como sulfuro antimonioso, se lava bien, el filtro con su contenido se seca a 110°C, puede llevarse al mismo tiempo otro filtro igual para tarar el peso del que tiene el precipitado. Una vez bien seco se toma una cantidad del precipitado, 100 o 200 miligramos, se llevan a un crisol tarado, con una varilla de vidrio se agregan unas gotas de ácido Nítrico, densidad 1.20, se calienta despacio al principio y se llega hasta el rojo. Se en-

fría y para asegurar la operación, se agregan otras gotas más de ácido, se calienta nuevamente, se enfría, se pesa como Óxido, este camino es más lento que tratar el precipitado de Sulfuro Antimonioso con ácido clorhídrico y unas gotas de Bromo, calentando hasta disolución, y expulsión del exceso de Bromo, se enfría, se diluye un poco, se agrega Bicarbonato de Sodio como para el caso del As y se titula con una solución de Yodo.

$$Sb_2O_3 + 2I_2 + 2H_2O = Sb_2O_5 + 4HI$$

W. Scott recomienda que antes de agregar el bicarbonato necesario, se agregue un poco de acido tartárico y hacer la titulación inmediatamente después de agregar el Bicarbonato de Sodio.

La solución de Yodo se valora contra Sb puro. El método antes descrito lo usamos como comparación, el procedimiento general que seguimos es el siguiente:

Descomposición con Acido Sulfúrico.

Se pesa de medio gramo a un gramo de muestra, según la apariencia de riqueza de la muestra, se coloca en un frasco de Kjeldahl, se mezcla con 5 a 7 gramos de Sulfato de potasio Q.P. y 10 c.c. de acido sulfúrico concentrado. Se recomienda, a fin de asegurar la reducción del Sb agregar medio gramo de Acido Tartárico o bien un trozo de papel filtro, se calienta al principio con poco fuego. Low, indica el uso de matraces Erlenmeyer, pero el cuello de éstos resulta muy corto y a pesar de llevar muy cuidadosamente el calentamiento, aumenta tanto el volúmen del contenido del matraz que se derrama. Por eso preferimos los matraces que indica W. Scott, tan pronto se ve que no hay espuma se aumenta el calentamiento hasta conseguir desprendimiento de humos blancos y el color obscuro de la metaria carbonosa haya desaparecido. Hay que evitar la total expulsión del ácido sulfúrico. La masa fundida se deja enfriar haciendo girar el frasco a fin de que no quede únicamente en el fondo.

Se agregan alrededor de 50 c.c. de ácido clorhídrico diluído (1:1) se calienta ligeramente para disolver la masa fundida (para casos completamente generales, a partir de aquí, se trata con ácido sulfihídrico a fin de precipitar el As, el filtrado perfectamente lavado se diluye al doble, se pasa a un frasco de Erlenmeyer y se satura con ácido sulfihídrico, los precipitados obtenidos de Cu, Pb y Cd, son separados del Sb, usando 5 a 10 c.c. de una solución que contenga 60 gramos de Na_2S y 40 de NaOH diluídas a 1000 c.c., el sulfuro de antimonio es disuelto, la solución se trata con 2 gramos de sulfato de potasio y 10 c.c. de ácido sulfúrico, se continúa como al

principio), se pasa a un vaso de 250 c.c. usando la menor cantidad de agua posible, se agregan 3 a 5 gramos de sulfito de sodio, se calienta hasta reducir a mitad de volúmen, se retira del fuego y se agregar 75 c.c. de agua hervida caliente y 20 c.c. de ácido clorhídrico concentrado, quedando lista la solución para ser titulado, se utiliza como indicador 2 o 3 gotas de anaranjado de metilo.

$$K\,BrO_3 + 3SbCl_3 + 6HCl = 3SbCl_5 + KBr + 3H_2O$$

De donde se deduce que por uno de $K\,BrO_3$ = 3Sb, la solución de $K\,BrO_3$ es N/10 y tenemos que:

3Oxígenos = 6Hidrógenos. Peso molecular de $K\,BrO_3$ dividido entre 6 y después la décima parte, por ser la solución N/10, igual a 2.78, se recomienda tomar un poco más de la sal, o sea 2.82 gramos, de esta manera 1 c.c. de solución igual a 0.006 de Sb.

La solución se valora contra Sb purísimo, este procedimiento para valorar la solución es aplicable para el Sb afinado, Sb impuro, plomo antimonial y Antimoniato de Sodio.

Se pesan 0.250 del producto, se tratan en un vaso de 250 c.c. con 25 c.c. de ácido clorhídrico concentrado, se cubre el vaso, se agregan de 1 a 2 cc. de Bromo puro, se deja que el ataque empiece en frío, solamente al final se calienta un poco, tanto para terminar el ataque como para eliminar el Bromo que hay en exceso, se retira del fuego el vaso, se agregan 25 cc. más de ácido clorhídrico concentrado, se deja enfriar a temperatura ambiente, se agregan 3 a 5 gramos de sulfito de sodio, se calienta hasta ebullición, reduciendo a mitad de volúmen, el Sb queda reducido a Antimonio Trivalente, se retira del fuego el vaso, se agregan 20 c.c. de ácido clorhídrico concentrado, 75 c.c. de agua hervida caliente y 3 a 5 gotas de anaranjado de metilo, la solución pierde su tinte amarillo para tomar uno color naranja, se deja correr la solución de Bromato de Potasio, cuando desaparece el tiente naranja y reaparece el amarillo tenemos indicado el fin de la reacción.

Si se trata de encontrar el valor de la solución, suponiendo que hemos gastado 40 c.c. de solución para 0.250 mg. de antimonio puro, tendremos

40 c.c. : 0.250 mg.de Pb :: 1 : X lo que dará el valor de 1 c.c. de solución.

Bi Peso atómico 209.0 Núm.de orden 83. Densidad 9.80

Volumen atómico 21.3 Punto de fusión 271.5.

Reacción general del grupo a que corresponde, el H_2S en soluciones moderadamente acidas dá un precipitado pardo de sulfuro de Bismuto.

$$2\,BiCl_3 + 3\,H_2S = 6\,HCl + \underline{Bi_2S_3}$$

Una solución de cloruro estanoso adicionada de un exceso de hidróxido de potasio, precipita Bi metálico negro.

$$2Bi(NO_3)_3 + 3K_2SnO_2 + 6KOH = \underline{2Bi} + 3K_2SnO_3 + 6KNO_3 + 3H_2O$$

La solución alcalina de Cloruro Estanoso que contiene Estanito potásico se obtiene vertiendo algunas gotas de solución de Cloruro Estanoso en un gran exceso de Hidróxido Potásico.

Determinación del Bi.

El primer procedimiento adoptado por nosotros fué el siguiente; el producto presentado se denominó Bismuto Impuro, siendo la impureza Pb.- Se toman 0.250 de muestra que son tratados en un vaso de 250 c.c. con 7 c.c. de ácido Nítrico y 10 c.c. de ácido clorhídrico, la aleación queda disuelta, se agregan 10 c.c. más de ácido clorhídrico y 10 c.c. de ácido sulfúrico diluído 1:1, se lleva el calentamiento hasta humos blancos, pero no a sequedad, el Pb queda como Sulfato de plomo insoluble, se filtra pasando en solución el Bi, (siempre antes de adoptar un método vemos si hay elementos que interfieran, en este caso solamente había Au y Ag en muy pequeñas proporciones), la solución se diluye a 300 c.c. en un vaso de Phillips, se neutraliza con hidróxido de Amonio hasta obtener una ligera opalescencia, para seguridad nuestra, en las últimas adiciones usábamos hidróxido de amonio muy diluído, al alcanzar la opalescencia, se agregan 3 c.c. de ácido clorhídrico diluído 1:3, se agita un momento se deja después reposar una a dos horas en Baño María y por último, se deja reposar toda la noche. Se filtra a través de un crisol de Gooch quedando el Bi en forma de Oxicloruro, se lava por decantación y finalmente cuando todo el oxicloruro está en el crisol, se le da al Bi un último lavado con alcohol, se seca en una estufa a 110 ó 120°C y el peso de oxicloruro obtenido multiplicado por 0.8017, da Bi puro; ya antes dije que este procedimiento no nos dió buen resultado cuando hay más de 80% de Bi, siendo los resultados irregulares y sumamente bajos para el Bi.

El siguiente método es general, ya al tratar el Pb en Plomo Bismuto, obtuvimos la sal básica de Bi en el filtro (filtro de cenizas conocidas), se extiende el filtro en un vidrio de relox, se seca en una estufa a 110°C, una vez seco, con una espátula se baja lo más que se pueda a un crisol tarado, se quema el filtro, recogiendo las cenizas en el crisol, se calienta poco a poco, aumentando la temperatura hasta

la llama completa del quemador, el crisol estará descubierto a fin de facilitar la oxidación, el residuo final es de Bi_2O_3, que multiplicado por 0.8965 nos dá Bi puro.

---o---

Se. Peso atómico 79.2 Núm.de orden 34 Punto de ebullición 688°C,

Variedades	Metálico gril	Rojo	Amorfo.
Densidad	4.80	4.47	4.28
Vol.atómico	16.51	17.7	18.50
Punto de fusión	220.2°C	144.0°C	80.°C más o menos.

Reacciones generales del Se.

El H_2S produce en soluciones de Selenixto acidulado con ácido clorhídrico, o en solución acuosa de ácido selenioso, un precipitado amarillo limón formado por una mezcla de Se y S

$$H_2SeO_3 + 2\ H_2S = 3\ H_2O + Se + 2S$$

Reductores, el anhidrido sulfuroso en frío y en caliente, en soluciones concentradas y di uídas conteniendo ácido clorhídrico, o en soluciones moderadamente sulfúricas, precipita Selenio rojo que por ebullición pasa a Selenio gris.

El $SnCl_2$ precipita selenio rojo aún en presencia de mucho ácido sulfúrico.

El Clorhidrato o Sulfato de Hidracina, precipita de las soluciones ácidas,(aún siendo Nítricas) y de las alcalinas en caliente Selenio rojo al principio, que poco a poco pasa a la variedad gris.

El producto presentado era Se puro con pequeñas cantidades de Fe 0.17%, Ag 0.136 gr. Au 0.0015, Se 96 a 99 por ciento.

Determinación del Se.- Reducción con SO_2

Se pesa medio gramo de muestra finamente pulverizada, se trata en un vaso de precipitación de 150 c.c. con 10 c.c. de agua destilada y 15 c.c. de ácido nítrico concentrado; después de que la muestra se ha disuelto se cubre el vaso y se evapora a sequedad en Baño María (es indispensable usar Baño María, ya que a más de 100°C hay pérdidas sensibles de Se) dando lugar a la formación de Acido Seleniosos el cual es disuelto en 10 c.c.de Acido Clorhídrico y 20 c.c. de agua, se hace en frío, la meteria insoluble se separa por filtración, haciendo lavados con una solución de ácido clorhídrico, teniendo presente la cantidad de agua usada. El filtrado se recibe en

un vaso de precipitación de 400 c.c.; terminada la filtración se agrega ácido clorhídrico, hasta hacer la solución de 70% de ácido clorhídrico; esta concentración es muy importante dado que el Telurio es reducido por el anhidrido sulfuroso en solución Clorhídrica debil, lo que daria lugar a encontrar resultados altos.

La temperatura media en Monterrey, en primavera y verano es de 35°C, la reducción del Se no se efectúa en condiciones correctas sino entre 15 y 22°C, por lo tanto hay necesidad de enfriar la solución, para hacer pasar la corriente reductora de anhidrido sulfuroso (a más de 22°C el Se se aglomera y ocluye impurezas, a menos de 15°C la precipitación es incompleta), el anhidrido sulfuroso es producido en un matraz con Sulfito de Sodio y ácido sulfúrico, ambas substancias químicamente puras; algunos autores indican producir el anhidrido sulfuroso en el mismo vaso en que se efectúa la reducción, pero esto puede dar lugar a que se deposite azufre y encontrar resultados altos, el anhidrido sulfuroso se hace pasar poco a poco agitando constantemente para granular el selenio, cuando la solución huele fuertemente a anhidrido sulfuroso, se suspende el desprendimiento. Se deja reposar por el tiempo necesario para que se asiente el Selenio. El líquido sobrenadante se decanta a través de un crisol de Gooch, previamente puesto a peso constante a una temperatura de 100 a 105°C, el resíduo del vaso, es lavado 3 veces con ácido clorhídrico concentrado, es necesario esto para lograr que pase en forma soluble el Telurio posible que haya, después es lavado con agua fría, después se agrega agua caliente, con lo cual inmediatamente pasa el Se a la forma metálica gris, entonces se baja al crisol de Gooch todo el Se, se lava varias veces con agua destilada y por último con alcohol puro, esto es con objeto de que el alcohol recoja toda el agua y no haya necesidad de elevar mucho la temperatura al secar, esta no debe de pasar de 105°C. Una vez conseguido el peso constante del crisol y su contenido, para estar seguro de haber pesado únicamente Se, se calienta el crisol fuertemente para eliminar el Se, se enfría, se pesa nuevamente y el peso no debe de variar.

---o---

Fe (Por costumbre me voy a permitir seguir escribiendo Fierro y no Hierro)

Peso atómico 55.84 Núm. de orden 26. Densidad 7.88

Volúmen atómico 7.10 Punto de Fusión aproximado 1520°C

Reacción general del grupo a que pertenece, para las sales férricas, el Sulfuro Amónico produce un precipitado negro de Sulfuro Férrico.

$$2\,FeCl_3 + 3(NH_4)_2S = 6NH_4Cl + \underline{Fe_2S_3}$$

El hidróxido de amonio precipita hidróxido férrico gelatinoso de color café obscuro.

$$FeCl_3 + 3(NH_4)OH = 3NH_4Cl + \underline{Fe(OH)_3}$$

El ferrocianuro potásico produce en soluciones de sales férricas, neutras o ácidas, una coloración azul intensa llamada azul de prusia:

$$3\,K_4Fe(CN)_6 + 4\,FeCl_3 = \underline{Fe_4\{(CN)_6\}_3} + 12KCl$$

Reacciones principales de las sales ferrosas:

$$FeCl_2 + (NH_4)_2S = \underline{FeS} + 2(NH_4)Cl$$

El hidróxido de amonio precipita de las soluciones neutras hidróxido ferroso blanco-verdoso:

$$FeCl_2 + 2(NH_4)OH = \underline{Fe(OH)_2} + 2NH_4Cl$$

El Ferricianuro potásico produce en soluciones neutras o ácidas de sales ferrosas un precipitado azul obscuro llamado azul de Turnbull:

$$3K_3Fe(CN)_6 + 4FeCl_2 = \underline{Fe_3\{Fe(CN)_6\}_2} + \underline{FeK\{Fe(CN)_6\}} + 8KCl$$

La forma en que ha sido presentado el Fe en esta Oficina, es como óxido de fierro Fe_2O_3 Hematita roja, con la clasificación de Mineral Natural, por lo tanto su determinación es sumamente sencilla. Usamos dos métodos, el de Zimmerman modificado y el de reducción con plomo puro, valorando con Dicromato de Potasio; encontrando resultados completamente iguales, escogimos por lo tanto, como procedimiento para esta Oficina, el segundo, por su rapidez y sencillez de operación.

Procedimiento de Zimmerman-Reinhardt.

Soluciones necesarias: Cloruro Estanoso, 225 gramos de Cloruro estanoso y 225 gramos de ácido clorhídrico, densidad 1.2, se diluyen hasta completar 1000 c.c; ácido clorhídrico, se mezclan volúmenes iguales de ácido clorhídrico, densidad 1.2, y agua; Cloruro mercúrico, se hace una solución saturada en caliente, se deja enfriar y se filtra; Sulfato de Manganeso, se disuelven 160 gr. de la sal y se diluye a 1750 cc. a esto se agregan 330 c.c. de ácido fosfórico siruposo, densidad 1.7 y 320 c.c. de ácido sulfúrico, densidad 1.84.

Se pesa de 0.250 a 1 gramo según la riqueza del mineral, se puede asimismo disolver 5 gramos y tomar una parte alícuota , una vez efectuada la disolución. Se trata la muestra en un vaso de 250 c.c. con 10 a 15 cc. de ácido clorhídrico concentrado (Low recomienda añadir en este momento 2.5 c.c. de la solución de Estaño) se calienta hasta disolución; con minerales como los que recibimos se efectúa rápidamente el ataque, la solución tiene un color amarillo, se retira del fuego, si es necesario se filtra, si se va a tomar una parte alícuota, se diluye a 500 o 1000 c.c., a la solución caliente se le agrega, gota a gota, utilizando una bureta y agitando constantemente, la solución de cloruro estanoso, hasta que el color amarillo de la sal férrica desaparece, indicando la reducción total

$$2\ FeCl_3 + SnCl_2 = 2FeCl_2 + SnCl_4$$

Como siempre queda un pequeño exceso de $SnCl_2$ que consumiría $KMnO_4$, se lavan cuidadosamente los bordes del vaso y se le agregan 5 c.c. más o menos de la solución de cloruro mercúrico, si se produce un enturbiamiento muy grande, debe desecharse la operación; el exceso de cloruro estanoso queda destruído

$$SnCl_2 + 2HgCl_2 = SnCl_4 + Hg_2Cl_2$$

Se tiene preparado un vaso de 500 c.c. con 400 c.c. de agua fría y 6 a 8 c.c. de la solución de sulfato de manganeso. Se pasa la solución de fierro, quedando lista para titularse con permanganato de potasio.

Observaciones.- Una vez agregado el cloruro mercúrico, la solución contiene $FeCl_2$, $SnCl_4$, $HgCl_2$, un precipitado de Hg_2Cl_2 y el exceso de HCl. En la valoración el $FeCl_2$ se transforma en $FeCl_3$. No perjudican el $SnCl_4$ y $HgCl_2$. Por el contrario, el Hg_2Cl_2 separado, si existe en gran cantidad, actúa como reductor sobre el $FeCl_3$ formado así como sobre el $KMnO_4$ lo que motiva un aumento en el consumo de permanganato. Se debe proceder, por lo tanto, con mucho cuidado, al agregar la solución de Cloruro Estanoso.

La adición de la solución de Sulfato de Manganeso, antes de la titulación con permanganato, es necesaria cuando se efectúa la valoración en solución clorhídrica, no siendo necesaria en solución sulfúrica.

La explicación para el primer caso es la siguiente: si las sales ferrosas son oxidadas por el permanganato en presencia de mucho ácido clorhídrico, se consume más permanganato

del que corresponde a la sal ferrosa, cuando sucede esto se percibe un olor de cloro, puede atribuirse a una descomposición del permanganato por el ácido clorhídrico.

$$2\ KMnO_4 + 16HCl = 2KCl + 2MnCl_2 + 4H_2O + 5Cl_2$$

En realidad es a través del fierro que se efectúa el desprendimiento del Cloro

Cuando el oxidulo de fierro se oxida mediante el eptóxido de Manganeso no se forma inmediatamente el Fe_2O_3 según la siguiente reacción

$$Mn_2O_7 + 10FeO = 5Fe_2O_3 + 2MnO \qquad (\ I\ )$$

Sino que según Manchot hay el siguiente cambio

$$Mn_2O_7 + 2\ FeO = 2\ MnO_2 + \underline{Fe_2O_5} \qquad (\ II\ )$$

Dándole el nombre a este óxido de Oxido primario. Este peróxido oxida al FeO quedando reducido a Fe_2O_3

$$Fe_2O_5 + 4FeO = 3Fe_2O_3 \qquad (\ III\ )$$

Al mismo tiempo que el MnO_2 formado según la ecuación (II) ejerce su acción oxidante sobre el FeO

$$2MnO_2 + 4FeO - 2Fe_2O_3 + 2MnO \qquad (IV)$$

Así vemos que los productos finales son los mismos. Esta oxidación es rápida y sin obstáculo en solución sulfúrica. En cambio el Fe_2O_5 formado según (II) no ejerce su acción sobre el FeO según reacción (III) sino sobre el ácido clorhídrico según la siguiente reacción

$$Fe_2O_5 + 10HCl = 2FeCl_3 + 5H_2O + 2Cl_2$$

Así vemos que la acción del manganeso de la solución es para inclinar al Fe_2O_5 a pasar a Fe_2O_3 según la siguiente reacción

$$Fe_2O_5 + 2MnO = 2\ MnO_2 + Fe_2O_3$$

La acción del MnO_2 formado se explica según la reacción (IV)

La solución de permanganato puede ser empírica ó N/10. Por ser una solución de uso general es preferible hacerla N/10.

Así que corresponde a la sal ferrosa, cuando hubiese sido se perdida un atomo de cloro, nada significaba a una desproporción del permanganato por el acido clorhídrico.

$$2\ KMnO_4 + 16HCl = 2KCl + 2MnCl_2 + 8H_2O + 5Cl_2$$

En realidad es a través del fierro que se efectúa el desprendimiento del cloro

Cuando el oxidulo de fierro se oxida mediante el permanganato de la manera no se forma inmediatamente el Fe_2O_3 según la siguiente reacción

$$MnO_4 + 10FeO = 5Fe_2O_3 + MnO \qquad (\ I\ )$$

Sino que según Knobel hay el siguiente cambio

$$MnO_4 + 5\ FeO = 3\ MnO_2 + \underline{Fe_2O_3} \qquad (\ II\ )$$

Durante el nombre a este óxido de óxido ferrico. Este peróxido oxida al FeO quedando reducido a Fe_2O_3

$$Fe_2O_3 + 6FeO = 3Fe_2O_3 \qquad (\ III\ )$$

Al mismo tiempo que el MnO_2 formado según la ecuación (II) obrase en acción oxidante sobre el FeO

$$2MnO_2 + 6FeO = 3Fe_2O_3 + 2MnO \qquad (IV)$$

Así vemos que los peróxidos difieren con los [illegible] oxidación es rápida y sin obstáculo en cualquier sentido. Se cambio el Fe_2O_3 formado según (II) no obrase en acción sobre el FeO según reacción (III) sino sobre el ácido clorhídrico según la siguiente reacción

$$Fe_2O_3 + 10HCl = 2FeCl_3 + 3H_2O + 2Cl_2$$

Así vemos que la acción del manganeso de la solución se para impedir el Fe_2O_3 a pasar a Fe_2O_3 según la siguiente reacción

$$Fe_2O_3 + 2MnO = 2\ MnO_2 + Fe_2O_3$$

La acción del MnO_2 formado se explica según la reacción (IV)

La solución de permanganato puede ser empleada a [illegible] por ser una solución de uso general se preferible hacerla [illegible]

La valoración de ella por comodidad la hacemos con Fe_2O_3 purísimo de la casa Baker, expresando la reacción entre $KMnO_4$ y FeO en la forma de ecuación más sencilla, tendremos

$$Mn_2O_7 + 10FeO = 5Fe_2O_3 + 2MnO$$

o sea que 10 moléculas de FeO necesitan 5 átomos de oxígeno tomados de una molécula de Mn_2O_7 para pasar a Fe_2O_3

Pero 5 átomos de oxígeno equivalen a 10 átomos de hidrógeno, o sea que un H es igual a 1/10 de Mn_2O_7 además un Mn_2O_7 está contenido en $2KMnO_4$, luego la solución normal debera contener la décima parte de 2 moléculas gramo de $KMnO_4$

$$\frac{2 \times 158.03}{10} = 31.606 \text{ de } KMnO_4$$

que equivalen por litro a 55.85 gramos de Fierro, y 1 c.c igual a 0.05585, luego 1 c.c. de solución N/10 de permanganato será igual a 0.005585 de Fe.

Procedimiento del Dicromato.

Ya antes dije que el producto presentado es bastante puro, por lo tanto el procedimiento es muy sencillo, esta basado en la siguiente reacción

$$6FeCl_2 + K_2Cr_2O_7 + 14HCl = 6FeCl_3 + 2KCl + 2CrCl_3 + 7H_2O$$

en donde se ve que una molécula de Dicromato oxida a 6 de cloruro ferroso, o sea

294.2 partes de $K_2Cr_2O_7$ = 335.04 partes de Fe

para hacer la solución en que 1 c.c. de ella sea igual a 1% de Fe cuando se toma una muestra de medio gramo, tendremos

294.2 : 335.04 :: X : 0.005 = 4.39 gr. de Dicromato por litro.

Esta solución la valoramos con alambre de fierro purísimo, el exceso de Dicromato al efectuarse la titulación se reconoce con Ferricianuro de potasio como indicador exterior, las sales ferrosas coloran de azul el Ferricianuro, al pasar totalmente a sal férrica, una gota de la solución no vuelve a producir la coloración.

Se pesan 0.250 a 0.500 de muestra en un vaso de 250 c.c. se ataca con 30 c.c. de ácido clorhídrico concentrado, se cubre el vaso, se calienta hasta descomposición completa, se

retira el vaso del fuego una vez conseguido, se agregan 150 c.c. de agua y se cubre el fondo del vaso con plomo puro granulado, se hierve hasta que el color amarillo de la sal férrica desaparece, pasando a sal ferrosa incolora

$$2FeCl_3 + H_2 = FeCl_2 + 2HCl$$

Se retira del fuego, y por decantación se pasa la solución a un vaso de 400 c.c. lavando varias veces el plomo que queda en el fondo del vaso original. Se enfría la solución (si aparece la coloración amarilla se agregan $SnCl_2$ y $HgCl_2$) quedando lista para titularse; no se gasta un tiempo mayor de 15 minutos en esta operación.

---o---

C. Peso Atómico 12. Núm.de orden 6. Densidad, amorfo 1.75 a 2.10; Grafito 2.25; Diamante 3.47 a 3.55.

Punto de fusión, sobre 3,500°C.

Su reconocimiento se efectúa por su aspecto e inactividad a los reactivos generales. Quemándolo en corriente de oxígeno y pasando el gas resultante por agua de cal, precipita $CaCO_3$.

Nunca nos ha sido presentado este producto, por lo tanto no se precisamente que determinaciones se hagan; pero teniendo en cuenta el modo como se liquidan los productos, habrá, primero que tomar la humedad. El producto que se exporta es Coque, luego no hay necesidad de investigar materia volátil, sino humedad únicamente. Se pesa un gramo de la muestra pulverizada, si esta no está muy húmeda, en caso contrario se tomarán de 5 a 10 gramos sin pulverizar, se seca en la estufa entre 100 y 105°C, la diferencia entre los pesos nos dará la humedad.

Para conocer la pureza del Coque, habrá que quemarlo y ver la cantidad de cenizas que deja la muestra secada, se aprovecha la de la operación anterior, se coloca en un crisol de porcelana sobre la llama de un quemador (bien quemado el gas) primero suavemente, el crisol se inclina un poco a fin de que circule aire, se aumenta gradualmente la temperatura hasta que desaparece el carbón, quedando únicamente las cenizas, se pesa el crisol, el peso de las cenizas obtenidas restado del peso original de la muestra seca, nos dara Carbón puro.

---o---

Mo. Peso atómico 96. Núm.de orden 42. Densidad 10.2

Volúmen atómico 9.4. Sublima a más de 2,450°C

Reacciones principales. Los ácidos diluídos precipitan de las soluciones concentradas de molibdatos alcalinos H_2MoO_4 blanco, soluble en exceso de ácido.

El ácido sulfúrico concentrado, evaporando a sequedad una pequeña cantidad de un compuesto de Molibdeno en una cápsula de porcelana, con una gota de ácido sulfúrico concentrado, al enfriarse la masa se colora en azul. Según Treadwell es debido a la formación de - $Mo_3O_8 + X\ H_2O$, en el cual el Mo alcanza su mayor grado d oxidación.

El Reglamento de la Ley de Impuestos a la Minería, clasifica para su liquidación al Mo, al estado de sulfuro; existiendo el MoS_2 y MoS_3, no se a cual de ellos se refiera, me supongo que es el primero de ellos, que al estado natural se conoce con el nombre de Molibdenita.

Después de estudiar diversos métodos para escoger - uno que fuera adaptable en esta Oficina, me inclino por el que presenta Low, para minerales ricos y concentrados determinando el Mo como Molibdato de Plomo.

Se pesa medio gramo de mineral, se coloca en un crisol de fierro de 25 a 30 c.c. de capacidad, se mezcla con un gramo de carbonato de sodio, y más o menos 6 gramos de peróxido de sodio, todo bien revuelto. Tomando el crisol con unas pinzas se calienta sobre un quemador Bunsen, suave al principio y finalmente al rojo. Al ir fundiendo la mezcla se le dá un movimiento rotatorio a fin de obtener una fusión perfecta, se evita sobrecalentar. Un rojo sombra, es todo lo que se necesita alcanzar, un calentamiento mayor puede hacer que la masa ataque y rompa el crisol. El carbonato de sodio es únicamente para moderar la acción del peróxido. Para materiales oxidados no es necesario, en cambio cuando no se agrega a los minerales sulfurados, - hay proyecciones. Después de la fusión se deja enfriar la masa hasta que se le forma una costra arriba, se coloca en un vaso de 400 c.c. que contenga 100 c.c. de agua, se cubre el vaso, se voltea el crisol con una varilla de vidrio. La desintegración generalmente es rápida, se levanta el crisol, se lava bien y se retira. Se agregan 10 gramos de carbonato de amonio que serán suficientes para neutralizar los alcalis fijos y dejar un exceso. Se calienta hasta que todo el carbonato de amonio se disuelva, se filtra (mejor sobre placa de Will y succión) se lava por lo menos 10 veces con agua caliente, se agregan 2 gramos de ácido Tartárico o sal de Rochelle al filtrado, que debe - permanecer ahora fuertemente alcalino, esto es a fin de evitar la precipitación del Tungsteno y Vanadio, cuando la solución es posteriormente acidulada. Se satura el líquido alcalino con H_2S y se acidula ligeramente con ácido - sulfúrico diluído 1:1. Se pasa por 15 minutos más la co-

rriente de ácido sulfihídrico. Se filtra el Sulfuro de Molibdeno precipitado, se lava 5 a 6 veces. Se coloca el filtro con el Sulfuro de Molibdeno en un vaso grande, se agregan 20 c.c. de agua, 10 c.c. de ácido nítrico concentrado y más o menos 2 gramos de clorato de potasio c.p. Se cubre el vaso, se calienta hasta disolución total del sulfuro de molibdeno, se agita, pero no fuertemente, se evita un calentamiento prolongado, se diluye un poco, se recibe el filtrado en un vaso de 400 c.c. se hace el líquido alcalino con hidróxido de amonio concentrado, agregando 10 c.c. de exceso, se acidula con ácido acético agregando un pequeño exceso (se filtra si es necesario, lavando con agua caliente.) Se tiene lista una solución al 4% de acetato de plomo, se prepara disolviendo 20 gramos de la sal en 500 c.c. de agua, agregando un poco de ácido acético para clarificar la solución, un c.c. de esta solución precipita más o menos 0.01 gramos de Mo o bien 0.02 si se toma medio gramo de muestra. Se agrega un exceso de acetato de plomo, se calienta hasta ebullición, se deja que se deposite el precipitado cristalino formado, se calienta a Baño de María por un corto tiempo; se filtra en caliente usando un filtro de la mejor calidad, se lava (hasta eliminación de cloruros) con agua caliente. Se lleva el filtro húmedo a un crisol de porcelana tarado, se seca y se calcina después, calentando por unos 20 minutos. El pepel se quema sin peligro de reducir al Pb, se enfría y se pesa como $PbMoO_4$, este peso por 0.2615 igual a Mo puro. Ninguno de los elementos comunes perjudican el buen resultado.

---o---

Mn. Peso atómico 54.93 Númde orden 25. Densidad 7.3

Volúmen atómico 7.5 Punto de fusión, 1,250°C.

Reacción general del grupo, el Sulfuro amónico precipita de las soluciones de las sales manganosas, Sulfuro manganoso hidratado de color rosado

$$MnCl_2 + (NH_4)_2 S = \underline{MnS} + 2(NH_4)Cl$$

Si se mezcla una solución que contenga indicios de Mn con dióxido de plomo exento de Mn y ácido nítrico concentrado, hirviendo y diluyendo el líquido después, queda al sedimentarse, el exceso de dióxido de plomo de un color rojo-violeta debido a la formación de acido permangánico.

$$5PbO_2 + 6HNO_3 + 2MnSO_4 = 2PbSO_4 + 3Pb(NO_3)_2 + 2\ \underline{HMnO_4} + 2H_2O$$

Procedimiento de Volhard. Este es el procedimiento que juzgo más adecuado para esta Oficina.

Mientras los datos anteriores, se filtra el sulfuro de bario precipitado, se lava 5 a 6 veces. Un volumen de filtro con el sulfuro de bario se coloca en un vaso grande, se extraen 20 c.c. de agua, 20 c.c. de ácido nítrico concentrado y más o menos 2 gramos de clorato de potasio o permanganato y se calienta hasta ebullición. Se cubre el vaso, se calienta hasta ebullición, se filtra y se lava. Se cuidará de calentar con cuidado, se evitará el salpicado, se seca. Para lo anterior, se filtra un poco, se evitará el filtrado en un vaso de 400 c.c., se lava el filtro alrededor con bifrecido de amonio concentrado, se pone a calentar 10 c.c. la ebullición, se neutraliza con ácido nítrico concentrado un ligero exceso (se filtra si es necesario, se lava con agua caliente.) Se tiene listo una solución al 4 % de sulfato de plomo, se precipita disolviendo 20 gramos de sal en 500 c.c. de agua, agregando un poco de ácido sulfúrico para clarificar la solución, un c.c. de este reactivo es suficiente para el 0.01 gramos de bario. Se agrega un exceso de 0.02 al 1% como medio gramo de bario. Se agrega un exceso de sulfato de plomo. Se calienta hasta ebullición, se deja que se deposite el precipitado cristalino durante 20 minutos. El líquido se vierte por un sorto ciempol, se filtra, se calienta a punto de hervir, por un sorto ciempol se filtra al principio usando un filtro de la mejor calidad, se lava al principio usando un filtro de clorures) con agua caliente. Se lleva el filtro húmedo a un crisol de porcelana vertido, se seca y se calcina cuidadosamente, calentado por unos 20 minutos. El peso es cuando sin pesarlo de residuo el PbO, se pesa como PbSO4. Este peso por 0.6625 multiplicado por 100. Ejemplo de los elementos comunes estudiados el bario resultado.

Ejm: Peso crómico gr.0.2 Bruto crómico 75. Porcentaje 7.5

Volumen crómico 7.5 Punto de fusión. 1.250°c.

Necesario general del crómico, el sulfuro muestra precipitado de las soluciones de las sales manganosas, sulfuro manganoso hidratado de color rosado

$$MnCl_2 + (NH_4)_2S = \underline{MnS} + 2(NH_4)Cl$$

Si se precipita una solución que contenga iniciones de Mn con dióxido de plomo exento de Mn y ácido nítrico concentrado, hirviendo y diluyendo el líquido tranquilo, queda el sedimentarse, el exceso de dióxido de plomo de un color rojo-violeta debido a la formación de ácido permangánico.

$$5PbO_2 + 2HNO_3 + 2MnSO_4 = 2PbSO_4 + 3Pb(NO_3)_2 + 2\underline{HMnO_4} + MnO_2$$

Procedimiento de Volhard. Esto es el procedimiento que tiene no más adecuado para este Cálculo.

Se trata un gramo de la muestra en un frasco de 250 c.c. con 10 c.c. de ácido clorhídrico concentrado, se calienta cuidadosamente; si hay óxidos con esto basta, si hay sulfuros se agrega además ácido nítrico, a fin de descomponerlos y peroxidar el fierro. Cuando la descomposición se ha completado se agregan 7 c.c. de ácido sulfúrico concentrado, se calienta fuertemente hasta desprendimiento de abundantes humos blancos. Se enfría, se agregan 25 c.c. de agua, se hierve un poco, se deja reposar agitando frecuentemente hasta que todo el sulfato de fierro anhidro se disuelve. Se pasa ahora la mezcla a un frasco de 500 c.c. usando agua caliente para lavar, se agrega un pequeño exceso de una emulsión de óxido de zinc a fin de precipitar el fierro

$$Fe_2(SO_4)_3 + 3ZnO + 6H_2O = 2Fe(OH)_3 + 3ZnSO_4 + 3H_2O$$

Se agita el frasco a fin de facilitar la precipitación, se ve que existe un pequeño exceso de ZnO cuando ha terminado la reacción, se diluye hasta la marca del matraz, se agita y se deja reposar un momento hasta un parcial depósito; por medio de una pipeta graduada se toman 100 c.c. del líquido sobrenadante claro, se lleva a un frasco de 250 c.c. Se calienta la solución de este frasco hasta ebullición, se agregan 2 ó 3 gotas de ácido nítrico (que hace que la precipitación posterior sea más rápida) se titula con una solución valorada de $KMnO_4$, El permanganato produce un precipitado que obscurece el líquido, es por lo tanto necesario titular cuidadosamente y agitar el frasco a cada nueva adición, dejar que se precipite el precipitado lo suficiente, para poder ver cuando se produzca un ligero tinte rosa, esto indica el final de la reacción. Para asegurar la operación se calienta sin llegar a la ebullición, si el color aún persiste, se dará por terminada. El precipitado que se produce no es necesariamente de MnO_2, pero el cálculo puede hacerse como si todo lo fuera.

$$3MnSO_4 + 2KMnO_4 + 2H_2O = 5MnO_2 + K_2SO_4 + 2H_2SO_4$$

En presencia de sales como las de Zn o Cu

$$4KMnO_4 + 5ZnSO_4 + 6MnSO_4 + 14H_2O = 4KHSO_4 + 7H_2SO_4$$
$$+ 5(ZnH_2O_2 \cdot 2MnO_2)$$

Sigue, a pesar de esto existiendo la relación de 2 a 3 de $KMnO_4$ a $MnSO_4$; se usa la misma solución de permanganato que para el Fe, el factor de Fe se multiplica por 0.2952 para obtener el factor de Mn.

En la ecuación anterior vemos que $2KMnO_4$ equivalen a 3 de Manganeso, y la reacción (I) para el Fe vimos que 2 de $KMnO_4$ equivalen a 10 de Fe, luego 558.4 partes de Fe equiva-

len a 164.79 partes de Manganeso, de donde una parte de Fe igual a 0.2952 de Mn.

---o---

Wo. Peso atómico 184. Núm.de Orden 74 Densidad 19.1

Volúmen atómico 9.6 Punto de fusión aproximado 3,300°C.

Reacciones principales del Wo. El Sulfuro amónico produce en las soluciones aciduladas un precipitado de WoS_3, de color pardo obscuro, se disuelve en un exceso. El cloruro estanoso produce primero una coloración amarilla, pero si se añade ácido clorhídrico y se calienta, se produce un precipitado azul, reacción esta muy sensible del ácido - Wolfrámico.

Determinación.- El siguiente método es el que me ha parecido más adaptable y es debido a Low.

Método del ácido fluorhídrico.- Se trata medio gramo del mineral finamente pulverizado en una cápsula de platino, con partes iguales de ácidos Clorhídrico y Fluorhídrico. Se desdompone a Baño María hasta disolución completa, agregando unas gotas más de cada ácido si es necesario, se tarda esto de una a varias horas, para completar una total descomposición del mineral. Finalmente se evapora a unos 15 c.c. con un exceso de ácido clorhídrico. Un precipitado amarillo de ácido Wolfrámico H_2WoO_4, se separa durante la evaporación final debido a la expulsión del ácido Fluorhídrico que lo mantiene en solución. Se lleva la solución y el precipitado a un frasco de 250 c.c., si queda algo del precipitado adherido, se baja lo más que se pueda con un "gendarme" usando agua caliente en muy pequeña cantidad, si a pesar de esto queda todavía algo, se vierten unos c.c. de hidróxido de amonio, se cubre la cápsula y se aparta por el momento. A la mezcla del frasco se le agregan 20 c.c. de ácido clorhídrico concentrado y 5 c.c. de ácido nítrico concentrado. Se hierve hasta un volúmen de 10 c.c., esto hará que se - expulse cualquier cantidad que haya todavía de ácido Fluorhídrico y tener una precipitación total del H_2WoO_4. Se diluye con 50 c.c. de agua caliente, se hierve a fuego muy lento por media hora mas o menos hasta que el ácido Tungstico se haya depositado, quedando clara la solución, lavando bien con agua caliente. El ácido Tungstico del filtro se disuelve con hidróxido de amonio diluído, evaporandose a sequedad en la cápsula de platino que antes separamos, se verá que el ácido tungstico se disuelve, calentando un poco si es necesario, para completar la disolución. Se pasa esta a un vasito, se lava, se seca y se pesa la cápsula, el líquido del vasito se pasa a través del filtro, recibiendo el filtrado en la cápsula, usando la menor cantidad de agua amoniacal para disolver. Se evapora el filtrado en la cáp-

sula de platino a Baño de María hasta sequedad y después se calcina al rojo. Se enfría y se pesa como WoO_3. El Reglamento clasifica el Tungsteno como óxido, pero si queremos tener Wo puro, el peso anterior por 0.793 nos dará éste. El procedimiento tiene, como único inconveniente, el uso del ácido Fluorhídrico, pero usando anteojos especiales, ventilando bien la pieza y una buena campana de gases, se evitara el peligro.

-----o-----

Monterrey, N. L. a 27 de septiembre de 1933.

-----o-----

BIBLIOGRAFIA.

AUSTIN.- Metallurgy of the Common Metals.

BERINGER.- Text Book of Assaying.

BROWN.- Manual of Assaying.

BUGBEE.- Text Book of Fire Assaying.

CLASSEN.- Análisis Químico.

COUCH.- Dictionary of Chemical Terms.

FURMAN.- Manual of Practical Assaying.

HOFMAN.- General Metallurgy.

HOFMAN.- Metalurgía General.

HOLLEMAN.- Tratado de Química Inorgánica.

LIDDELL.- Handbook of Chemical Engineering.

LOW.- Technical Methods of Ore Analysis.

NEWTH.- Inorganic Chemistry.

OLSEN.- Chemical Annual.

OLSEN.- Quantitative Chemical Analysis.

RICKETTS.- Notes of Assaying.

SCOTT.- Standard Methods of Chemical Analysis.

TREADWELL.- Analytical Chemistry (y Química Analítica)

VALDES.- Notas sobre Ensaye.

-----o-----

AUSTIN.- Metallurgy of the Common Metals.

BARTHEN.- Text Book of Assaying.

BROWN.- Manual of Assaying.

SUPERS.- Text Book of Fire Assaying.

CLASSEN.- Analisis Cuantico.

DOUCE.- Dictionary of Chemical Terms.

FURMAN.- Manual of Practical Assaying.

HOFMAN.- General Metallurgy.

HOFMAN.- Metalurgia General.

MOLDENAR.- Tratado de Quimica Industrial.

LIDDELL.- Handbook of Chemical Engineering.

LOW.- Technical Methods of Ore Analysis.

MEYER.- Inorganic Chemistry.

OLSEN.- Chemical Manual.

OLSEN.- Quantitative Chemical Analysis.

RICKETTS.- Notes of Assaying.

SCOTT.- Standard Methods of Chemical Analysis.

TREADWELL.- Analytical Chemistry (y Problems Analitica)

WALTER.- Notes Sobre Ensaye.

I N D I C E:

------oOo------