



TERCERA PARTE.

ENSAYES POR LA VÍA HÚMEDA.



## PLATA EN BARRAS Ó TEJOS.

Este procedimiento consta de dos partes.

*a.* Ensaye preliminar. *b.* Ensaye legítimo.

Para el último se necesitan tres clases de disoluciones, llamadas respectivamente, normal, décima de sal, y décima de plata.

La normal, es una disolución de sal, 100 c. c. de la cual deben precipitar exactamente 1 gramo de plata pura.

La décima de sal, es una disolución equivalente en fuerza á la décima parte de la normal. Un c. c. de esta disolución, deberá precipitar un miligramo de plata; se prepara diluyendo una parte de la normal en nueve partes de agua destilada.

La décima de plata, es una disolución hecha con un gramo de plata pura en ácido nítrico, la cual se diluye hasta obtener un litro. Un c. c. de esta disolución contendrá un miligramo de plata. Por consiguiente un c. c. de la décima de plata será equivalente á un c. c. de la décima de sal.

PREPARACIÓN DE LA DISOLUCIÓN NORMAL. — Se prepara una cantidad regular de la disolución, la cual se conserva en una garrafa grande de cristal en la que se habrá pegado una tira de papel cuidadosamente graduada que indique en cualquier tiempo la cantidad que contenga la vasija. La disolución se prepara diluyendo 2,07 partes de una disolución de sal saturada en 97,93 partes de agua destilada, ó hasta que cada centímetro cúbico de la disolución que resulta contenga exactamente 0,54167 de un gramo de sal, que es la cantidad que se necesita para precipitar un gramo de plata pura. La cantidad de la disolución concentrada que se requiere para 100 c. c. de la normal, depende de su fuerza,

la cual se puede determinar evaporando una porción previamente medida hasta sequedad y pesando el residuo. La disolución normal debe ser sumamente uniforme, y los tubos y pipetas se lavarán dejando correr por ellos algo de la misma. La disolución se debe reconocer y titular con toda exactitud. Á este fin se prepararán tres ó cuatro disoluciones de plata en ácido nítrico, á las que se da el nombre de « ensayos comparativos, » conteniendo cada una de ellas un gramo de plata pura. Las disoluciones se hacen con ácido fuerte y en frascos esmerilados de 8 onzas ó 250 c. c. de capacidad. Prepárese también una disolución décima de sal provisional diluyendo 25 c. c. de la normal aproximativa que ya se tiene con 225 c. c. de agua.

En uno de los ensayos comparativos, se dejan correr 100 c. c. de la normal y se agitan violentamente, permitiendo en seguida que se asiente el precipitado de cloruro de plata. Si fuere necesario, se vuelve á agitar hasta que la solución quede perfectamente diáfana, se añade á continuación un c. c. de la décima de sal; se agita como la primera vez, se vuelve á añadir otro c. c. de la misma disolución y así se continúa hasta que deje de formarse el precipitado. Supongamos que en junto hemos empleado 14 c. c., el último como no produjo precipitado no se cuenta; así es que se han necesitado 101,3 partes de la disolución normal, para precipitar un gramo de plata en vez de 100 que deberían de haber bastado. Tenemos de consiguiente demasiado débil la normal, y para saber la cantidad que se debe añadir de la disolución de sal, habrá que dividir el número de los centímetros cúbicos que se han usado de la disolución concentrada, para hacer la normal por 100 — 1,3 ó sea 98,7 y multiplicar por 1,3 el número de los c. c. de la décima que se añadieron después para corrección. Se ensaya de nuevo la disolución para hacer

otra décima de sal y así se continúa hasta llegar al término deseado.

Si la normal estuviese demasiado fuerte, se calcula por la plata precipitada el exceso de sal que hay en toda la disolución, y se agrega el agua en la proporción conveniente para efectuar su disolución. Sea  $a$  = exceso de la plata precipitada en un gramo; de donde:  $1 : a :: 0,54167 : x =$  sal excedente en 100 c. c. de la normal; ahora  $\frac{x}{0,54167} \times 100 =$  número de c. c. de agua que se deben añadir por cada 100 c. c. de la solución que aun queda en la garrafa.

*a.* ENSAYE PRELIMINAR. — Éste se hace necesario, á fin de emplear constantemente un mismo volumen de la disolución normal, que corresponda con toda exactitud á un gramo de plata pura.

Se pesan 500 mgs. de la aleación y se envuelven en lámina de plomo, la cual se deberá tener cortada en pedacitos como de dos pulgadas cuadradas; pesando cada uno como  $\frac{17}{100}$  de onza; ó 5,287 gms. y se procede á copelar.

Supongamos que resulte un botón de plata con peso de 0,43475 gms. diremos entonces  $500 : 1000 :: 0,43475 : x$

869,5 de ley, aproximativamente. Las correcciones por la pérdida de plata en la copelación pueden hacerse según la tabla siguiente de compensaciones, las cuales están puestas en milésimos que se deben agregar á la ley que acuse la copela.

Ley.	Compensación.	Ley.	Compensación.	Ley.	Compensación.
998,97	1,03	670,27	4,73	346,73	3,27
973,24	1,76	645,29	4,71	322,06	2,94
947,50	2,50	620,30	4,70	297,40	2,60
921,75	3,25	595,32	4,68	272,42	2,58
896,00	4,00	570,32	4,68	247,44	2,56

Ley.	Compensación.	Ley.	Compensación.	Ley.	Compensación.
870,93	4,07	545,32	4,68	222,45	2,55
845,85	4,13	520,32	4,68	197,47	2,55
820,78	4,22	495,32	4,68	173,88	2,12
795,70	4,30	470,50	4,50	148,30	1,70
770,59	4,41	445,69	4,31	123,71	1,29
745,38	4,52	420,87	4,13	99,12	0,88
720,36	4,64	396,05	3,95	74,34	0,66
695,25	4,75	371,39	3,61	49,56	0,44

Ejemplo : El número más próximo á 869,5 en la columna de las leyes es 870,93 ; la compensación correspondiente es 4,07, que sumados con 869,5 dan 873,57 como ley verdaderamente aproximativa de la aleación.

b. ENSAYE LEGÍTIMO. — Se toma de la aleación la cantidad que contenga un gramo de plata pura, lo que se averigua por medio de la ley aproximativa, usando la siguiente proposición 873,57 es á 100 como 1 es á  $x = 1,145$  gms. La aleación se coloca en un frasco esmerilado de ocho onzas de capacidad, y se disuelve en 10 c. c. de ácido nítrico. Se calienta suavemente en un baño de arena, para facilitar la disolución, y una vez efectuada se deja enfriar. A continuación se añaden 100 c. c. de la disolución normal y se procede de la misma manera que al titular la normal hasta que la décima de sal deja de producir precipitado. Supóngase que hemos añadido 6 c. c. de la décima de sal ; el último no dió precipitado, así es que necesitamos más de 4 y menos de 5 ó sean 4, 5 c. c. Si aun se requiere mayor exactitud hágase un ensaye comparativo con la disolución décima de plata. Hemos usado 100,45 de la disolución de sal = 1,0045 gms. de plata. La ley se averigua valiéndonos de la siguiente proposición 1,145 es á 1,0045 como 1000 es á  $x =$  la ley.

APARATOS QUE SE EMPLEAN EN ESTE ENSAYE. — (fig. 29). El recipiente deberá contener cerca de 60 litros ó de 15 á 16 galones ; tendrá pegada en un lado una escala de papel

numerada, como se ve en el grabado ; para hacer esta graduación se añade sucesivamente un número determinado de litros de agua hasta que se llene el depósito teniendo cuidado de marcar la altura del líquido después de cada adición.

B. y V. son partes de una válvula, B es una tapadera de cristal por la cual pasan dos tubos sostenidos en un corcho, V es un cuello de lámina de hierro de cuatro pulgadas de altura. La válvula se cierra con mercurio á un tercio de altura poco más ó menos. La Y representa una sección aumentada de la misma válvula. El tubo T y el sifón S llegan casi hasta el fondo del recipiente. El primero tiene por objeto la admisión del aire, y como nada puede salir se impide la evaporación. El sifón se une con caucho vulcanizado en el punto *a* y tiene una llave en *b*. En la extremidad inferior, hay un pedazo de tubo de caucho, para conectar el sifón con la pipeta de vidrio P, la

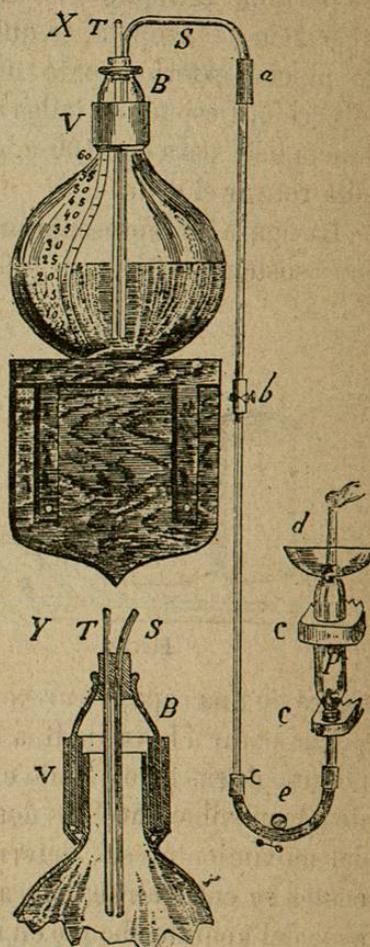


Fig. 29.

que se sostiene por medio de las abrazaderas *cc*, que se hallan fijadas en la pared del cuarto ó en un apoyo vertical. La extremidad superior de la pipeta P, pasa por la vasija *d*, la cual está destinada á recibir el líquido que se derrame. El

método para usar este aparato, consiste en unir el tubo á la pipeta abriendo la llave de compresión *e*, para que la disolución normal suba á la pipeta, la que se llena hasta que se derrame el líquido. Se cierra la llave, se aplica el dedo al orificio de la pipeta, se quita el tubo de goma y se limpia la pipeta exteriormente de la disolución que se haya adherido. Después de todas estas operaciones tenemos á la pipeta lista para dar 100 c. c. de la disolución normal, con sólo retirar el dedo.

La figura 30 representa un aparato sumamente cómodo, para sostener el frasco de cristal que ha de recibir el líquido de la pipeta, sin que se desperdicie el que escurre. C es un cilindro de hoja de lata, destinado á recibir el frasco del ensaye. E es una esponja envuelta en lino, que entra forzada en un tubo de hoja de lata que tiene arriba la

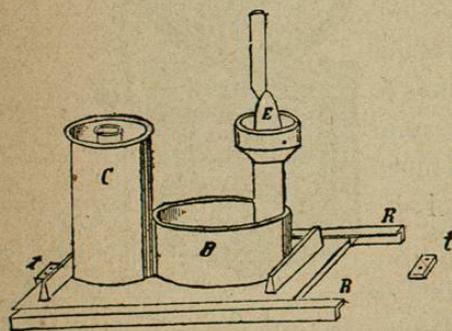


Fig. 30.

figura de una copa, y carece de fondo á fin de que el líquido pueda pasar á la vasija B, á la cual se halla soldado el tubo por uno de sus lados. Todo el aparato está fijado en una hoja de lata movable entre las dos correderas, R R. La extensión del movimiento está determinada por tropezos *t t*, los cuales se encuentran colocados de tal modo que cuando la base del aparato choque en uno de ellos, la pipeta venga en contacto con la esponja, y cuando con el otro quede directamente sobre el centro del cuello del frasco.

OBSERVACIONES. — El cloruro de plata que se precipita, debe exponerse á la luz lo menos posible. La luz solar convierte al cloruro en subcloruro, con desprendimiento de

cloro y esto naturalmente altera los resultados. La acción de la luz solar puede impedirse, poniendo en las ventanas vidrios amarillos, los cuales evitan la acción de los rayos químicos. Si la plata que se ensaya contiene mercurio, la luz no ennegrecerá la combinación de cloruros; el mercurio puede mantenerse en solución añadiendo 10 gms. de acetato al estado libre. Averígüese si hay presencia de mercurio, dejando por un rato el frasco expuesto á la luz. La temperatura de la disolución normal, deberá ser siempre la misma que cuando se tituló. La más conveniente es á 68° F., teniendo además cuidado de guardarla en un cuarto especial, cuya temperatura también se puede regularizar por medio de un buen termómetro.

Á pesar de todas estas precauciones, la disolución normal se pondrá más fuerte con el transcurso del tiempo, debido á la evaporación, y en la práctica ordinaria es costumbre tomar un peso determinado de plata pura, el cual se sujeta al mismo procedimiento que los ensayos de las muestras. Estos últimos se corrigen según las indicaciones del ensayo comparativo. 1,004 gms. de plata es una cantidad suficiente para esta operación.

Ejemplo: Supóngase que hemos añadido 100 c. c. de la disolución normal y 3,5 c. c. de la décima de sal, á una cantidad de plata pura igual á 1,004 gms. Esto demostraría que la normal está demasiado fuerte y en vez de hacer la proporción que en el ejemplo anterior que decía 1,145 : 1,0045 :: 1000 : *x*, deberíamos plantear la siguiente 1,145 : 1,005 :: 1000 : *x*. Si hemos determinado por la evaporación la cantidad de sal que haya en un c. c., simplemente tendremos que dividir 0,54167 por el peso averiguado, y así obtendremos el número de centímetros cúbicos de la disolución concentrada, que hay que diluir hasta obtener cien.

La presencia del sulfuro de plata, del antimonio, del plomo

y estaño, interviene desfavorablemente al hacer el ensaye de la plata pasta.

Los dos primeros se pueden eliminar, sometiéndolos á la ebullición con ácido más fuerte. Respecto al último se usa un poco de nitro y de ácido sulfúrico para aclarar la solución. (Véase el Report of the U. S. Mint for 1875).

La plata pura que se use como tipo en estas operaciones puede obtenerse disolviendo en ácido nítrico un pedazo de plata cortado de una barra, el cual se precipita con ácido clorhídrico. El precipitado blanco que se produce, se lava bien y se funde con bicarbonato de sosa; se vuelve á fundir el botón que resulta, añadiendo en esta segunda fusión un poco de bórax, para endurecerlo y purificarlo.

También puede reducirse el cloruro con zinc y ácido sulfúrico diluido fundiendo la plata que resulte con bórax vitrificado. Si aun se quiere obtenerla más pura, se repetirá la fusión como en el caso anterior.

#### ORO.

El ensaye de las monedas y de las barras y tejos de oro, comprende la determinación de *a* los metales útiles y de *b* el oro. La diferencia entre ambos y el peso total de la aleación, indicará la cantidad de la plata.

*a.* DETERMINACIÓN DE LOS METALES ÚTILES : COPELACIÓN. — Se pesan 0,500 gms. que se copelan con diez veces su peso de plomo puro laminado, envolviendo la muestra en la lámina. Si la aleación contiene mucho cobre, deberá ponerse más plomo ó solamente la mitad de la aleación.

El cobre sufre oxidación depositándose en la copela y dejando un botón de oro y plata, si ésta se hallase también en la liga.

Hay que hacer además un ensaye que sirva de tipo, en

cada partida de ensayes que se practique. Para esto se emplea una aleación normal que contenga 850 partes de oro, más 12 de cobre y el resto de plata. Esta aleación deberá perder precisamente en la copelación las 12 partes de cobre. Podría perder más ó menos y según la diferencia en *pro* ó en *contra*, se corrigen los demás ensayes que se han hecho bajo idénticas condiciones. Suponiendo que el ensaye que nos ha servido de tipo, dió 11,8 de cobre en vez de 12,0 la proporción del cobre obtenido en cada uno de los otros ensayes, deberá aumentarse con 0,2 de un milésimo, ó *viceversa* en caso contrario.

*b.* DETERMINACIÓN DEL ORO : APARTADO. — Se toman para este ensaye, 0,5 gms. de la aleación y se añade dos veces tanta plata pura, como oro haya en la aleación que se trata. La aleación y la plata, se envuelven en lámina de plomo y se copelan. Si la ley de la aleación excediese de 950 de fina, se añaden aproximativamente 0,005 gms. de cobre laminado para impartir cierta dureza al caracol que se forma con ella. El botón que resulta de la copelación se achata sobre el yunque; tres golpes con un martillo liviano serían más que suficientes. Después se calienta al rojo en un crisolito de arcilla, laminándolo á continuación. Se recuece de nuevo y se arrolla en forma de caracol, el cual se somete á la acción del ácido nítrico en un matraz de vidrio como de tres onzas de capacidad (fig. 24). El ácido que se emplea para esta operación, será de dos graduaciones diferentes. El primero tendrá una densidad de 1,16 (21° Baumé), y el segundo de 1,26 (32° Baumé). Si el primer ácido fuese muy fuerte, su acción por ser muy violenta podría romper el caracol. Primero se usa el ácido de 1,16 de densidad y se calienta por unos diez minutos, después se sustituye con el de 1,26 con el cual se mantiene en ebullición por diez minutos; se decanta éste y se sujeta á

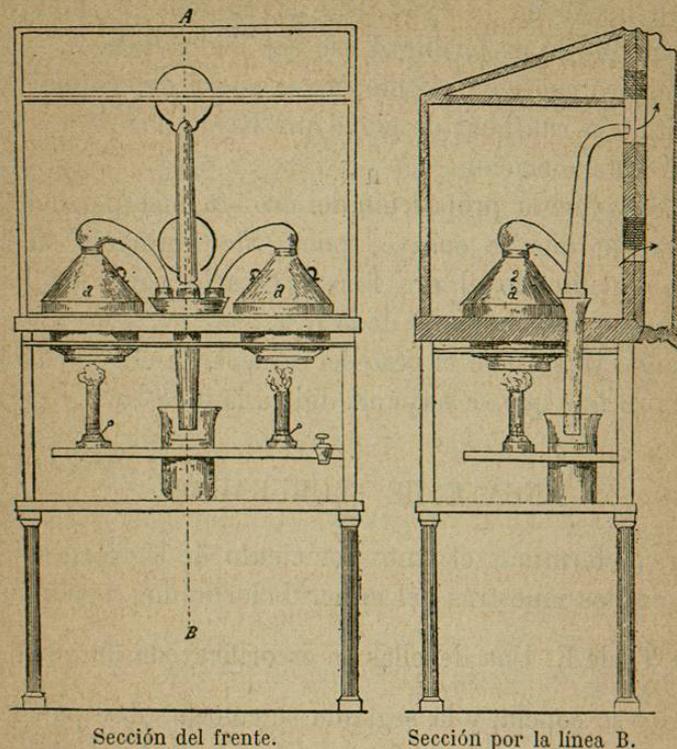
un nuevo hervor con ácido de la misma fuerza (1,26) por igual tiempo. Hay que procurar que el hervor sea suave, á fin de no descomponer el caracol. Finalmente, se lava éste llenando completamente el matraz con agua destilada, y colocando un crisolito de los que se usan para el recocido en el orificio del mismo se invierte todo su contenido. El oro cae en el crisolito, se retira el matraz, se decanta el agua y se seca el caracol para recocerlo. El peso de este caracol dará la cantidad de oro en la muestra que se ensaya.

El oro, la plata y el cobre se determinan por milésimos. En esta operación también se debe tener un tipo de oro fino, al cual se le haya añadido igual cantidad de cobre que al ensaye, sujetándolo á las mismas operaciones que éste, para que sirva de punto de comparación. Cuando hay que tratar varios caracoles á la vez, es muy conveniente emplear el aparato que representa la fig. 31; el cual consiste en cierto número de crisolitos de platino, arreglados en una charola del mismo metal, la cual se puede colocar en el interior de la vasija de platino (a). Ésta se tapa y se conecta con un aparatito que tiene por objeto condensar los vapores del ácido.

OBSERVACIONES. — El gobierno de los Estados Unidos, usa como base para los ensayos comparativos de las monedas de oro, una aleación que consta de 900 partes de oro, 75 ídem de cobre y 25 de plata.

El oro puro para estos ensayos, puede obtenerse disolviendo el metal en agua regia, diluyendo bastante la disolución y dejándola reposar un poco para que se asiente el cloruro de plata que pudiera existir; se filtra la disolución y se concentra hasta que cristalice; en seguida se diluye con agua pura, y el oro se precipita con ácido oxálico, se filtra, se lava el precipitado y después de secarlo

se funde con bórax y nitro, sometiéndolo á una segunda



Sección del frente.

Sección por la línea B.

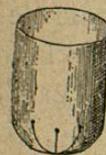
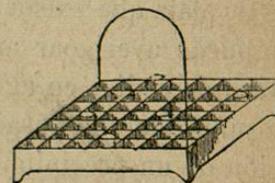
Crisolito de platino para el caracol.  
Tamaño natural.Charola de platino para los caracoles.  
Mitad del tamaño natural.

Fig. 31.

## APARATO DE PLATINO

Para el apartado del oro; tal como se usa en la Casa Real de Moneda de Londres.

fusión para purificarlo. El sulfato de hierro se puede em-

plear para la precipitación, pero los diferentes ensayos que se han hecho en la Casa Real de Moneda de Londres, prueban que es preferible el uso del ácido oxálico.

Si el oro contiene platino, no se podrá determinar con exactitud la cantidad de plata que haya, por el procedimiento de copelación.

En caso que la proporción del oro sea muy pequeña en la aleación que se ensaye, puede determinarse su ley exacta, añadiendo el oro fino necesario para que haya 900 partes en cada 1.000 de la liga.

Cuando ya se sabe el peso del caracol, de él se deducirá el del oro fino que se haya añadido á la muestra.

#### ENSAYE DE CLORURACIÓN.

Para determinar el tanto por ciento de la cloruración, se pesan dos muestras del mineral clorurado, cada una de  $\frac{1}{10}$  de T. de E. Una de ellas se escorifica con 30 gms. de plomo y se copela, y la segunda se coloca sobre papel de filtro y se lava con una fuerte solución de hiposulfito de sosa en agua, (2 libras para un galón), hasta que todo el cloruro de plata que exista en la muestra, se haya disuelto. Esto se puede averiguar añadiendo una gota de solución de sulfuro de sodio, en agua, á una poca de la disolución de hiposulfito que ha pasado por el filtro. Cuando no hay formación de un precipitado negro ó moreno, es señal de que todo el cloruro se ha disuelto habiéndose llegado por lo mismo al punto deseado. El residuo se lava con agua pura, y después se seca y se quema el filtro en una cucharilla, en la mufla de copelación. Las cenizas se mezclan con 30 gms. de plomo puro, se escorifican y se copelan. El cálculo se demostrará mejor con un ejemplo :

La « muestra » que no se trató con hiposulfito, dió 208 onzas de plata por tonelada.

La « muestra » que se trató con el hiposulfito dió 14 onzas de plata por tonelada, las que aún permanecían en el mineral, sin haber sufrido cloruración.

De donde, para determinar el tanto por ciento de la plata clorurada, se hace la siguiente proporción :  
 $208 : (208 - 14) :: 100 : x$ .

Cuando hay sulfato de plata de por medio, se toma una tercera muestra que se lava con agua hirviendo, cuyo residuo se ensaya de la misma manera. Al tratar tres muestras, se determina la plata que existe al estado de sulfato, la que se tiene clorurada y la que hay en totalidad.

En los Estados del Oeste de América, casi en todas las haciendas de beneficio, se practican estos ensayos diariamente; puesto que sólo la plata clorurada, es la que pueden extraer por el sistema de amalgamación usado allí.

OBSERVACIONES. — Este método es bastante eficaz para averiguar la cantidad de metal clorurado, y ejecutándolo con toda limpieza, no es necesario hacer los ensayos por duplicado.

Las operaciones de escorificar y copelar, se conducen como ya se ha descrito bajo el encabezado de minerales de plata.

El éxito del procedimiento depende del cuidado que se tenga al hacer el lavado.

#### ENSAYE ESPECIAL DEL PLOMO.

Se toman dos gms. del mineral pulverizado, que se tratan con ácido nítrico concentrado, y se calientan hasta que el residuo se vuelva casi blanco y cese el desprendimiento de vapores rojizos. Se añaden unas gotas de ácido