

sulfúrico y se evaporan hasta completa sequedad; en seguida se diluye con agua, se filtra y se lava el residuo, hasta que la disolución no indique reacción ácida con el papel azul de tornasol.

El residuo contendrá el plomo al estado de sulfato, así como la sílice y algunos sulfatos mixtos. El residuo se recoge en una cápsula, lavando el filtro con una solución concentrada de carbonato neutro de sosa y se digiere por una hora. Se filtra nuevamente y se lava el residuo de carbonato de plomo, etc.; el cual se disuelve en ácido acético, y la parte filtrada se trata con el ácido sulfúrico necesario, para obtener una precipitación completa. El sulfato de plomo así obtenido se filtra, se seca, se calienta hasta el rojo y se pesa.

El peso del sulfato de plomo multiplicado por 0,6832, dará la cantidad de plomo metálico.

OBSERVACIONES. — Si el mineral contiene mucho carbonato de cal, la primera evaporación no debe ser demasiado activa, y antes de añadir el ácido sulfúrico hay que diluir con agua. Para esto se empleará ácido sulfúrico diluido. Este método lo recomienda Percy, y se practica con buenos resultados en Bleiberg en donde no exceden diferencias entre los duplicados de 0,2 de un céntimo.

#### ENSAYE ESPECIAL DEL PLATINO.

Se pesa un gramo del mineral ó aleación, se trata con ácido clorhídrico, se filtra y se lava. Esta operación separará al hierro y á los demás constituyentes solubles. El residuo se trata con ácido nítrico y muriático, este último en exceso y se digiere por algún tiempo — de ocho á quince horas. Se vuelve á filtrar y á lavar. El residuo contendrá la mayor parte del iridio y del osmio. La solución

contendrá al platino más ó menos puro, según la cantidad de otros metales que haya en el mineral. Se evapora hasta que se pone casi seco, y se añade dos veces su volumen de alcohol y cloruro de amonio hasta que deja de formarse un precipitado; éste se filtra, se lava y se seca; después se transfiere el filtro con su contenido á una cápsula de porcelana; se tapa y se calienta gradualmente, y al último con intensidad, se enfría y se pesa el residuo de esponja de platino.

Las aleaciones que contienen platino, oro, plata, iridosmina y algunos metales útiles, se pueden también ensayar por el método siguiente :

Se toman 200 mgs. de la aleación y de 150 á 200 mgs. de plata pura. Ambos se envuelven en lámina de plomo y se copelan, pesando el botón que resulte. La pérdida representará los metales útiles. El mismo botón se achata, se recuece y se lamina lo más delgado posible, se recuece por segunda vez y se forma con él un caracol como en el ensaye del oro. Este caracol se aparta con ácido sulfúrico concentrado, en el que se mantiene en hervor por algunos minutos. Se lava el residuo, se recuece y se pesa. La diferencia entre el peso que se obtiene y el del botón que resultó de la copelación, representará á la plata que hay en la aleación, más la que se añadió al copelar.

El mismo caracol se vuelve á alear con una cantidad de plata, que varía entre 12 y 15 veces el propio peso del caracol. El botón que se obtenga, se lamina, recuece y pesa como en el caso anterior; arrollándolo también en forma espiral para someterlo al apartado, usando esta vez ácido nítrico de 1,16 de densidad (21° Baumé), para el primer hervor y de 1,26 (32° Baumé), para el segundo. El residuo se lava, se recuece y se pesa. La pérdida en peso equivale al platino, más la plata con que se ligó.

El residuo se trata con agua regia para disolver el oro. Si aun quedare un resto de él que resista la acción del disolvente, será la iridosmina la cual se lava y se pesa.

OBSERVACIONES. — Cuando es muy grande la proporción de la plata en un botón, el ácido nítrico también disolverá el platino.

Los métodos anteriores, se han usado con excelentes resultados con varios compuestos platiníferos. Es algo difícil, sin embargo, disolver todo el platino con la plata y separar la iridosmina, etc. Al esponjar el platino debe enrollarse primero en papel y cubrirlo para impedir la pérdida. Se tendrá particular cuidado de eliminar todas las sales de amonio, lo que se consigue elevando la temperatura al terminar la operación.

#### ENSAYE ESPECIAL DEL ZINC.

El mineral puede contener plomo, arsénico, antimonio, azufre, oro, plata, cobre, zinc, manganeso, hierro, sílice, alúmina, cal y magnesia.

Para determinar el zinc se pesan de uno á cuatro gramos del mineral, según su riqueza, los cuales se tratan con diez c. c. de ácido nítrico, cinco c. c. de muriático y diez c. c. de sulfúrico, añadiendo cada uno separadamente y por el orden citado; la cantidad se puede aumentar si fuere necesario. Todos los ácidos deben ser concentrados. Procédase en seguida á evaporar casi hasta sequedad en una cápsula de porcelana; después se humedece con ácido muriático diluido, y el todo se diluye con agua. Se pasa un poco de hidrógeno sulfurado por la disolución, como se describe en la página 37 y se calienta, se filtra y se lava.



## RESIDUO A.

Contendrá al plomo, arsénico, antimonio, azufre, oro, plata, sílice y á la mayor parte de la cal.

## RESIDUO B.

Contendrá al hierro y alúmina.

## DISOLUCIÓN A.

Contendrá al zinc, manganeso, hierro, alúmina y magnesia. Se hierve con uno ó dos cristales de clorato de potasa casi neutralizado, con carbonato de sosa, hasta que se hace perceptible un color rojizo; y se añade acetato de sosa (de 4 á 8 gms.). Se vuelve á hervir por unos quince minutos, se filtra y se lava.

## DISOLUCIÓN B.

Contendrá al manganeso, zinc y magnesia. Se le añade ácido acético, se calienta y se satura con hidrógeno sulfurado, después se filtra y se lava cuidadosamente por una ó dos veces con agua cargada de hidrógeno sulfurado.

## RESIDUO C.

Contendrá zinc y azufre.

## DISOLUCIÓN C.

Contendrá manganeso y magnesia.

Se disuelve el residuo C. con ácido clorhídrico caliente, se añade un poco de clorato de potasa á la disolución y se hierve. Después se le agrega carbonato de potasa hasta que deje de precipitar, se filtra y se lava el precipitado, se seca con todo y papel y se quema en un crisol de platino. Una vez frío se pesa. Del peso que resulte se deduce el del crisol y papel del filtro, y la diferencia se multiplica por 0,8026. El producto equivaldrá al zinc metálico.

El tanto por ciento se puede determinar por medio de la fórmula siguiente: El tanto por ciento de zinc

$$\text{será} = \frac{\text{Peso del zinc} \times 100}{\text{Peso del mineral usado}}$$

Si el mineral no contiene manganeso, en vez de precipitar la disolución *a* con acetato de sosa, se hierve con dos ó tres cristales de clorato de potasa, y se añade un exceso de amoníaco; el residuo contendrá al hierro y alúmina y la disolución al zinc, el cual se puede determinar volumétricamente por el procedimiento que sigue:

Prepárese una solución de sulfuro de sodio en agua (10 gms. de la sal para 1.000 á 2.000 centímetros cúbicos de agua); la cual se titula con una solución normal de zinc que se obtiene disolviendo 10 gms. del metal enteramente puro en ácido clorhídrico, y se diluye hasta que se tiene un litro. La operación se ejecuta midiendo 50 c. c. de la solución de zinc en una vasija, añadiendo amoníaco hasta que el precipitado que se produce se redisuelve, después se agregan 400 c. c. de agua; acto continuo, se deja correr la solución de sulfuro de sodio por medio de una pipeta, hasta que una gota de la disolución de zinc puesta en contacto con cloruro de níquel en una plancha de porcelana, se vuelva negra-pardusca; se cuenta el número que se ha empleado de la solución de sulfuro de sodio, y se repite la operación para mayor seguridad. Sabiendo ya la cantidad de zinc que haya en la disolución, la equivalencia de la de sulfuro de sodio por cada c. c., se calcula muy fácilmente. Una vez hecho esto, la solución amoniacal de zinc proveniente de la disolución *a*, se puede dividir y ensayar del mismo modo.

Cálculo. El número de c. c. de la solución de sodio que se haya empleado, multiplicado por la equivalencia de un c. c., dará la cantidad de zinc.

$$= Z. \frac{Z \times 100}{\text{El peso del mineral empleado}} = \text{al tanto por ciento de zinc.}$$

OBSERVACIONES. — Un mineral de plata que contenía sulfuro de zinc, se ensayó por duplicado usando el primer procedimiento y dió los resultados siguientes :

Nº 1 dió.....	2,380	por	ciento	de	zinc	metálico.
Nº 2 » .....	2,367	»	»	»	»	»

#### DETERMINACIÓN DEL BISMUTO EN UNA ALEACIÓN.

Se pesan dos gramos de la aleación y se tratan con ácido nítrico hasta que cesa la reacción. Se evapora hasta sequedad, se añaden de 50 á 100 gotas de ácido sulfúrico concentrado, se mezclan perfectamente con un agitador de cristal y se evapora de nuevo. Á continuación se añade agua que contenga algunas gotas de ácido sulfúrico y se pone á hervir. Filtrese y á la disolución se añade un exceso de carbonato de amoníaco. Se recoge el precipitado de óxido de bismuto, sobre un filtro, se lava y se seca. Con todo cuidado se remueve del filtro, para quemarlo en un crisol de porcelana y poderlo pesar en seguida. Cada 100 partes del peso que se obtenga, corresponden á 89,87 de bismuto metálico. (Véase la obra de Mitchell, pág. 642).

OBSERVACIONES. — También se puede precipitar el bismuto de sus disoluciones por medio de plomo ó cobre; y después de lavado y seco se pesa en la forma metálica, ó se redisuelve para precipitarlo como se ha dicho. En este caso el cobre es el mejor precipitante.

#### DETERMINACIÓN DEL ESTAÑO POR LA VÍA HÚMEDA.

Los diversos procedimientos que han empleado para la determinación del estaño por la vía húmeda, pueden clasificarse bajo dos encabezados :

*a.* Cuando la sustancia es un mineral. Éste puede consistir en un óxido ó sulfuro de estaño, y encontrarse acompañado de hierro, cobre, zinc, bismuto, arsénico, antimonio, manganeso, sílice, cal, magnesia y alúmina; rara vez habrá molibdeno y ácido túngstico, tantálico y móbico.

*b.* Cuando la sustancia es una aleación, la cual puede contener hierro, cobre, zinc, bismuto, arsénico, antimonio, tungsteno y molibdeno.

*a.* Si la sustancia es un mineral, se entresaca la muestra y se pulveriza lo más fino posible.

1. Si el mineral contuviere sustancias volátiles, se reverbera como en el ensaye por fuego y el residuo se trata con agua regia (concentrada), (3 partes de ácido clorhídrico para 1 de nítrico), para disolver el hierro, cobre, etc. Se mantiene hirviendo hasta que está casi seco, se enfría, se dilata con agua y se pone á digerir. Filtrese; el residuo contendrá al óxido de estaño, á la sílice y probablemente también al ácido túngstico, etc. Se lava y si se sospecha que haya ácido túngstico, se digerirá por una hora con amoníaco cáustico. El residuo se lava, y después de seco se trata por fuego ó por uno de los métodos que se dan más adelante. En lugar de someter el mineral reverberando al tratamiento de los ácidos, puede fundirse con un exceso de bi-sulfato de potasa, el cual descompone los silicatos que hubiere en el mineral y disuelve las bases. La masa fundida que resulta, se trata con agua y ácido clorhídrico; el residuo se separa por filtración, se lava, y después de secado se ensaya por fuego ó por la vía húmeda según el caso. La adición de una poca de criolita ó fluoruro de potasio, al hacer la fusión con el bi-sulfato de potasa, da muy buenos resultados.

2. Si el mineral es puro ó ha sido purificado.

Método por fusión con azufre : Se pesa un gramo de la muestra, y se mezcla con cinco gms. de azufre pulverizado y cinco de carbonato de sosa bien seco.

La mezcla se coloca en un crisol de porcelana, se tapa y se calienta en un mechero de Bunsen, ó en una lámpara de alcohol, hasta que se vuelva líquida. Se mantiene en

fusión por diez ó quince minutos; se enfría, y la materia fundida se trata con agua, se filtra y se lava. El residuo se somete al soplete para ver si aún contiene estaño; y si así fuere, se vuelve á fundir agregando la nueva solución á la que ya se tenía.

Las disoluciones que se obtengan se colocan en una vasija grande y se tratan con ácido sulfúrico ó clorhídrico diluido, hasta que deje de producirse precipitado; se hierve, se decanta y se lava con agua cargada de hidrógeno sulfurado. El residuo se quema en un crisol de porcelana, tarado, para eliminar el azufre, añadiendo unas gotas de ácido nítrico para favorecer la oxidación. La operación se continúa hasta obtener un peso constante. Si se agrega un poco de carbonato de amoníaco al quemar el residuo, ayudará al desprendimiento del ácido sulfúrico que hubiere. El residuo quemado consta de bióxido de estaño y sílice, y si se requiere mayor exactitud, se debe purificar calentándolo con cloruro de amonio hasta que no disminuya su peso, ó reduciendo el bióxido de estaño por medio del hidrógeno, disolviendo el metal que se obtiene en ácido clorhídrico y pesando el residuo después de lavado. La pérdida en peso representa al bióxido de estaño, y la cantidad averiguada de este compuesto multiplicada por  $\frac{59}{75}$ , dará el estaño metálico.

El gas producido por la hulla, puede usarse en vez del hidrógeno, colocando el precipitado (después de pesarlo) en la bola de un tubo pequeño de cloruro de calcio á través del cual está pasando el gas, teniendo cuidado de calentar la bola al mismo tiempo.

Método por fusión con potasa cáustica.

Se pesa un gramo de la muestra y se funde en un crisol de plata, con potasa cáustica en proporción de 6 á 10 gms.

La potasa se coloca en el crisol con un peso igual de agua, el mineral se mezcla con esto, y toda la mixtura, se evapora hasta sequedad, calentándola después por media hora, hasta que la fusión sea completa. La masa fundida que resulta se disuelve en agua, y ácido clorhídrico, y se hierve; si ha quedado algo del mineral de estaño sin ser atacado, se filtra y se vuelve á fundir. Se procede en seguida á evaporar hasta sequedad, el residuo se humedece, en la cápsula, con ácido clorhídrico y agua, se digiere por un poco de tiempo, se filtra y, finalmente, se lava. La disolución contendrá al estaño libre de toda la sílice, al ácido túngstico, etc.

El estaño puede precipitarse de la disolución al estado metálico, por medio del zinc; se recoge, se lava y se pesa, ó también puede reducirse por el hidrógeno sulfurado, pesando el precipitado como bióxido después de lavado y quemado.

Cuando el mineral ha sido purificado por los ácidos ó por la fusión con bisulfato de potasa, la sílice puede eliminarse con fluoruro de amonio, hasta obtener un peso constante, pesando el residuo como bi-óxido. Los resultados pudieran ser, sin embargo, demasiado altos en este caso.

b. Si la sustancia es una aleación.

1. Se disuelve en ácido clorhídrico caliente, se filtra y se lava. La disolución se precipita con zinc. Los metales precipitados se recogen, y después de secados se queman; á continuación se tratan con ácido nítrico y se lavan. El residuo se seca y pesa como bióxido.

2. La aleación se reduce á limaduras y se oxida con ácido nítrico de 1,3 de densidad, se le añade en seguida una poca de agua, se digiere y se filtra. El residuo después de bien lavado, se quema y se pesa como bióxido de estaño.

OBSERVACIONES. — Las escorias que contienen estannatos, se pulverizan y después se digieren con agua pura, se filtran y la disolución se trata con ácido sulfúrico diluido.

El mejor método consiste en neutralizar la disolución con amoníaco; se añade un poco de ácido nítrico para disolver el precipitado que pudiera formarse, después el ácido sulfúrico y al último el agua para diluir. Se abandona al reposo por algunas horas antes de filtrar el precipitado que resulte, el cual se quema y se pesa como bi-óxido (Watts Dictionary of Chemistry, vol. 5, pág. 811).

Comparación de los resultados obtenidos en la oficina de ensaye, usando los diferentes métodos.

Mineral de.	Método por fusión con azufre.	Método con fluoruro.	Método con hidrógeno.
Durango.....	76,8	76,8	»
» .....	76,3	76,4	»
» .....	76,2	76,4	»
Localidad desconocida.	74,8	75,5	75,0
» .....	74,7	75,7	»

#### ENSAYE ESPECIAL DEL COBRE.

Se reverberan cinco gramos del mineral perfectamente pulverizado, añadiéndole un poco de carbón y de carbonato de amoníaco, cuando la operación toca á su fin. El residuo se trata en una cápsula tapada con 5 c. c. de sulfúrico, todos deberán ser concentrados y puestos por el orden que se han enumerado. Se somete toda esta mezcla á la evaporación, hasta que se desprenden en abundancia unos vapores blancos muy densos. Se deja enfriar, se diluye con una poca de agua y se digiere por un rato, después se filtra y el residuo se lava hasta que la disolución no ennegrece al contacto del hidrógeno sulfurado. El residuo se ensaya por cobre al soplete.

La disolución contendrá el cobre al estado de sulfato y puede tratarse de varios modos. Los métodos más á propósito son los siguientes :

- a. Precipitándolo con la batería.
- b. Precipitándolo por medio del zinc ó hierro.
- c. Determinándolo volumétricamente.

Divídase la solución en cinco partes iguales al volumen.

- a. Precipitación con la batería.

La disolución ácida de cobre se pone en una cápsula tarada de platino; la cual se coloca sobre una espiral de alambre de cobre, conectado con el polo negativo de una pila de Bunsen, poniendo en la solución una laminita de platino perfectamente limpia, y que se halla suspendida por medio de otro alambre que á su vez conecta con el polo positivo de la pila. Para saber si se ha terminado la precipitación del cobre, se hace la prueba siguiente. Se toma una poca de la solución y se le ponen unas gotas de ácido sulfhídrico, si no se observa ninguna coloración en el líquido, la precipitación ha sido completa. Se decanta en seguida el fluido que haya con el precipitado rojo de cobre, para lavar á éste, primero, con agua y después con alcohol. Se deseca al calor de una lámpara y se pesa. Del peso que resulte, se deduce el de la vasija en que se encuentre y el resto corresponderá al cobre metálico. La operación de secar y pesar debe hacerse lo más violentamente posible.

- b. Precipitación con zinc ó hierro.

Se vacía una parte de la disolución cobriza en una cápsula de porcelana, en la que se tiene colocada una lámina pequeña de platino, cuyo peso se ha determinado de antemano; sobre éste se coloca un pedazo de zinc puro (el zinc de Lehigh es el más á propósito) y se añade ácido sulfúrico diluido hasta que se disuelva completamente el zinc y cese el desprendimiento de vapores. La disolución deberá que-

dar clara y sin que se altere, al contacto del ácido sulfhídrico. Se decanta el líquido, se prensa el cobre y se lava con agua y alcohol; después se deseca y se pesa el cobre y la lámina de platino. Del peso que se obtenga, hay que deducir el de la lámina para saber el del cobre.

La precipitación con hierro, se ejecuta de idéntica manera, con sólo la diferencia de que la disolución deberá ser casi neutra, y de que no se necesita usar la lámina de platino. El hierro que se emplee para esta operación, es preciso que sea limpio y muy puro: en cuanto á forma es indiferente que esté en la de alambre ó lámina.

- c. Determinación volumétrica.

Se toma una parte de la disolución de cobre que se tiene separada y se le añade un exceso de amoníaco, hasta que se redisuelve el precipitado que se forma; la disolución deberá quedar de un azul muy hermoso. Se titula en seguida por medio de una disolución normal de cianuro de potasio, que se tiene preparada hasta que desaparezca completamente el color azul de la solución; el número de c. c. que se ha gastado de la disolución de cianuro, indica la cantidad de cobre que hay en la muestra que se ensaya.

La disolución normal se prepara disolviendo de sesenta á setenta gramos de cianuro ordinario del comercio en dos litros de agua (determinando su fuerza por medio de una solución de cobre puro de ley conocida).

Esta solución cobriza se prepara disolviendo cinco gramos de cobre puro en ácido nítrico, en el cual se hierve y después se diluye con agua hasta obtener un litro. Una parte de esta solución se trata con amoníaco y cianuro, para averiguar la fuerza de este último, con relación á cada centímetro cúbico. En caso de que hubiese algo de zinc, níquel, cobalto ó manganeso en la muestra que se ensaya, será mejor hacer con zinc, la precipitación del cobre en

una cápsula de porcelana, lavándolo con agua y redisolviéndolo en ácido nítrico, para someterlo en seguida al tratamiento volumétrico. La disolución normal de cianuro, debe guardarse en una botella verde, perfectamente tapada y en lugar oscuro.

OBSERVACIONES. — Un ensaye de cobre en una mezcla de piritas dió: por precipitación con hierro 16,6 por ciento; por el sistema volumétrico del cianuro 16,53 y 16,35 por ciento. Otra muestra dió 8,4 y 8,6 por ciento, y una tercera tratada con la batería, dió 1,3 por ciento y por precipitación con zinc también dió 1,3 por ciento de cobre.

#### ENSAYE ESPECIAL DEL HIERRO.

PROCEDIMIENTO VOLUMÉTRICO. — Se pesa un gramo del mineral reducido á polvo tenue, y se funde en un crisol de platino, ó porcelana, con 4 ó 6 gms. de carbonato de sosa y un gramo de nitrato de sosa, mezclando constantemente estos ingredientes hasta que se tiene una fusión completa; se deja enfriar la masa y se disuelve en una cápsula con agua que se acidulará gradualmente con ácido clorhídrico, hasta que cesa el desprendimiento de gases. La cápsula se debe mantener tapada para evitar cualquiera pérdida. Se vuelve á calentar por un corto rato y después se filtra y lava su contenido.

La disolución que se obtiene, se trata con amoníaco hasta que deja de precipitar; en seguida se hierve, se filtra y se lava por una ó dos veces. El precipitado que se recoge se disuelve en ácido sulfúrico diluido. Esta disolución contendrá el hierro al estado de sulfato, se pone en una botella de seis onzas de capacidad con una tira bien limpia de lámina de platino y un pedacito de zinc amalgamado, que no contenga nada de hierro. Se abandona al

reposo por algunas horas y después se trasvasa á una cápsula grande, en la que se trata con una disolución normal de permanganato de potasa, la cual se prepara como sigue: Se hace una solución de permanganato de potasa en agua, la que se titula por medio de una solución de sulfato de hierro de fuerza conocida. Esta última se obtiene disolviendo 0,2 gms. de alambre de hierro, del que se usa para pianos, bien limpio, en un frasco de cuatro onzas con ácido sulfúrico diluido: este frasco estará tapado de tal manera, que el gas que se desprenda pueda tener salida y el aire no pueda entrar; para conseguir esto, se tapa el frasco con un corcho en el que se encuentra ajustado un tubo de vidrio, como de dos pulgadas de largo, en cuya extremidad hay un pedazo de caucho vulcanizado tapado con un pedazo de barilla de cristal y rajado en un ladito. De esta manera se forma una válvula, que permite la salida del gas. El frasco se calienta únicamente lo necesario para efectuar la disolución del alambre; cuando ya se ha conseguido esto, se decanta el líquido en un vaso de regular tamaño; el frasco se lava en seguida y las aguas del lavado se añaden á la solución que se tiene en el vaso, (el agua que se use debe ser fría); después se añaden de 5 á 10 c. c. de ácido sulfúrico diluido y se procede á titular la solución de permanganato, dejándola correr de centímetro en centímetro cúbico, por medio de una bureta graduada.

El peso del hierro que se disolvió, multiplicado por 0,997, será igual al peso del hierro metálico puro á que equivalen los centímetros cúbicos del permanganato gastado. Todo lo que se necesita es conocer la fuerza de 1 c. c. de la disolución de permanganato, y al hacer un ensaye se multiplica por el número de centímetros cúbicos que se han empleado. El producto equivaldrá al hierro metálico en el mineral.