

ENSAYE DE BULLION

*Por el Dr. Antonio Durán A.
Profesor de la Facultad*

(Capítulo IX del libro "Ensayes al Fuego", próximo a aparecer)

Se entiende por bullión, una aleación que contiene metales preciosos, oro, plata, platino, etc., acompañados por un metal básico que generalmente son plomo y cobre. De aquí la denominación de bullión de cobre y bullión de plomo. El nombre de bullión se da por extensión, a una aleación que toma el nombre del metal más abundante; así: se puede llamar también bullión de oro o bullión de plata. Un bullión de plata que contenga oro se llama universalmente Doré Bullión; este tiene una variación en plata de 600 a 990 milésimas, siendo los metales básicos, cobre, plomo y antimonio en pequeñas cantidades.

El término base del bullión se usa en dos sentidos, uno es: considerando que el metal en abundancia ha sido obtenido por fundición de sus minerales, los cuales contienen como impurezas metales preciosos, tal como ocurre con el plomo obtenido de galenas argentíferas; el otro, es el caso de agregar plomo a una barra de oro y plata que se desee analizar, formándose así un bullión de plomo.

En el caso del análisis de un bullión de plomo o de cobre, se acostumbra dar los resultados en onzas por tonelada; en cambio, en el análisis de una aleación de oro y plata, "Bullión Doré", los resultados de metales preciosos se dan en milésimas o en kilates.

En este caso los términos milésimas o kilates se toman como medida de pureza, es decir que plata de 900 milésimas, significa que en mil partes de aleación, hay 900 partes de plata pura. El kilate que también es medida de pureza para los metales preciosos, se ha considerado como un número de milésimas de metal puro en una aleación. Así por ejemplo, oro de 24 kilates, es equivalente a oro de mil milésimas, es decir es oro puro; oro de 750 milésimas, es un oro que en mil partes de la aleación, tiene 750 partes de metal puro, es decir

18 kilates; de aquí, que un kilate, es equivalente a $1000/25 = 41.62$ partes por mil.

Muestreo del Bullión

El bullión puede ser muestreado o bien en su estado fundido, o bien en su estado sólido. Cuando el sistema de muestreo es usado en el estado fundido, debe tenerse mucho cuidado que la muestra no esté sometida a una oxidación rápida, porque en este caso se cometería un error en el peso original de la muestra. Este sistema de muestreo no es a menudo conveniente por muchos factores, ya que para el ensaye de un lote grande de barras, sería necesario hacer fundición de cada una de éstas, y el trabajo sería demasiado dispendioso.

El muestreo del bullión sólido por medio de perforaciones, limaduras, virutas, etc., efectuado en determinadas condiciones, puede dar muchas veces mejores resultados. El bullión de plomo, es generalmente muestreado perforando una barra en varios puntos y fundiendo todos estos residuos. El bullión de cobre, se muestrea generalmente fundiendo las barras y vaciándolas en moldes en forma de ánodos, y sacando de estos ánodos muestras fraccionadas, por medio de taladros.

Muestreo de Bullión fundido

El método más satisfactorio de muestrear bullión, es el de la fundición, para el cual basta fundir la barra en un crisol de arcilla o de grafito y agitar la masa fundida con una varilla de grafito o con una varilla de hierro, para obtener una mezcla completa; naturalmente, que antes del vaciado, se vierte una pequeña cantidad del metal fundido, dentro de una vasija que contenga agua, quedando así el metal en forma granulada. Si esta operación es correctamente efectuada, hay seguridad de que no se ha producido segregación y de que cada grano del metal tiene un valor representativo del todo. Si no se desea una muestra granulada, una fracción del metal fundido puede ser vaciada en un molde de poca altura y enfriado instantáneamente; de esta barra de poco espesor, se hace el muestreo perforando con taladro y recogiendo las virutas. Este método de muestreo es aconsejable para un bullión que no sea susceptible a la oxidación, porque en caso contrario, la oxidación daría resultados erróneos.

Muestreo de bullión sólido

La principal dificultad que se presenta en el muestreo de bulliones, en forma de barras o lingotes, es debida a la distribución irregular de los valores, causada por la segregación de los metales durante

el enfriamiento. Si fuera posible al vaciar una aleación en un molde, enfriarlo instantáneamente, se evitaría la segregación y así una muestra tomada, en cualquier parte de la barra, sería una muestra representativa. Como este enfriamiento instantáneo es imposible, el muestreo de barras de dimensiones ordinarias, es un problema bastante difícil.

Ocasionalmente una barra de bullión puede ser completamente homogénea, pero estos casos son demasiados raros y desafortunadamente, no hay ninguna característica especial que nos indique si una barra es o no homogénea. Por regla general, se debe establecer que toda barra o lingote es heterogénea, debido a la presencia en el bullión, de metales que contienen diferentes temperaturas de solidificación. Aquellos metales que tienen una temperatura de solidificación alta, es natural que pasen a su estado sólido primero, que aquellos que tienen una temperatura más baja y se van a solidificar en las paredes del molde; aquellos que tienen una temperatura muy baja, no se cristalizan contra las paredes del molde, sino que lo hacen en su parte interior. La solidificación progresa desde las paredes del molde y la superficie del metal hacia el centro, en el cual se encuentra la aleación de más bajo punto de solidificación. Esto naturalmente, da como resultado la migración de los diferentes constituyentes, a las varias superficies de enfriamiento. De acuerdo entonces con la naturaleza y cantidad de los constituyentes de la aleación, el oro y la plata pueden concentrarse más hacia el centro de barra.

La figura N° 19 muestra la distribución del oro y la plata en un bloque de cobre. Esta figura representa una barra de cobre partida en dos, la mitad de su sección fué dividida en cuadrados y en

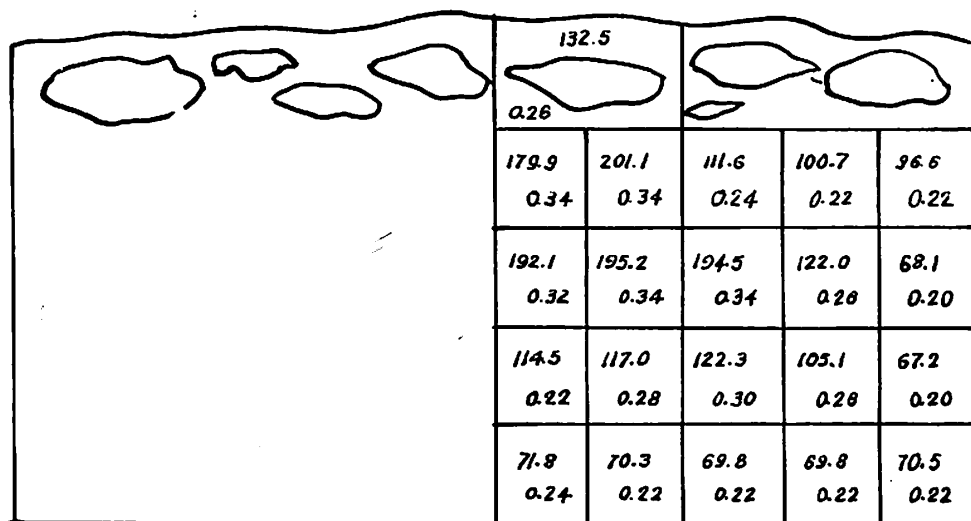
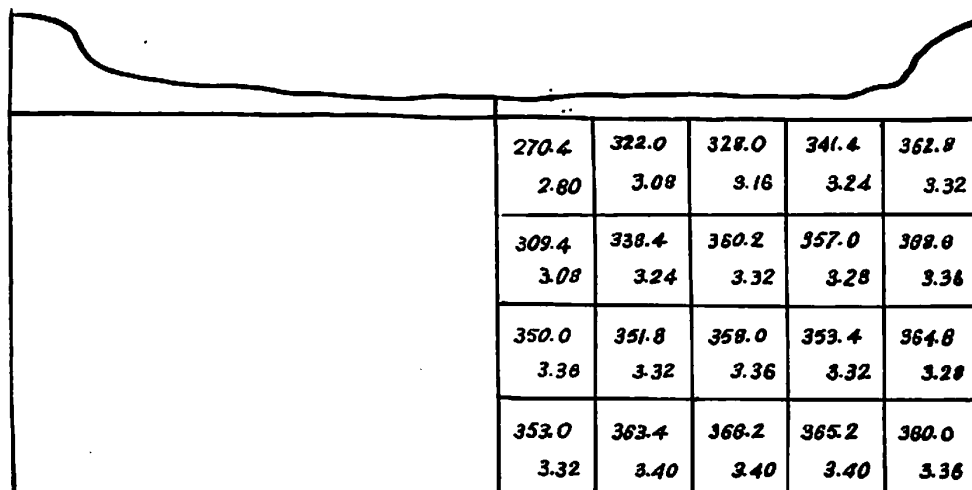


Fig. 19

cada centro de estos fué perforado con taladro, un agujero; en cada cuadrado se han marcado las onzas de plata por tonelada, en la parte alta, y en la parte baja, las onzas de oro por tonelada. En este caso los metales preciosos especialmente la plata, se han concentrado del exterior hacia el centro de solidificación, el cual está representado por el centro geométrico del sólido. De esta figura se puede concluir, que es imposible que una cualquiera de las perforaciones, lleve el valor representativo del todo.

La figura N° 20 muestra otro ejemplo de distribución de los metales preciosos en un bullión de cobre; en este caso puede observarse que la concentración se efectuó en una dirección opuesta, es decir que la concentración tuvo lugar del centro hacia las paredes del molde.



	270.4 2.80	322.0 3.08	328.0 3.16	341.4 3.24	362.8 3.32
	309.4 3.08	338.4 3.24	360.2 3.32	357.0 3.28	388.8 3.36
	350.0 3.36	351.8 3.32	358.0 3.36	353.4 3.32	364.8 3.28
	353.0 3.32	363.4 3.40	368.2 3.40	365.2 3.40	380.0 3.36

Fig 20

Los mismos ejemplos nos servirán para deducir la concentración de metales preciosos en un bullión de plomo.

La cantidad de la segregación depende de muchos factores, pero los más importantes son: la composición de la aleación y la rata de enfriamiento. El espesor, lo mismo que el área del moldé y la temperatura a la cual éste es calentado para recibir la aleación fundida, son también factores que no deben despreciarse.

Para eliminar las dificultades del muestreo de una barra, es recomendable fundir el metal en un molde de baja profundidad: esta práctica ha sido universalmente adoptada para el muestreo de barras de cobre. El molde usualmente empleado, tiene un área de 30 a 40 pulgadas cuadradas y solamente una pulgada de espesor. En estas condiciones se puede presentar también una pequeña segregación, pero en esta área tan grande, el enfriamiento es más uniforme y por tanto, se pueden definir más claramente las zonas de segregación. La

figura N° 21 muestra la sección ideal de una barra vaciada, en un molde, como el anotado anteriormente.

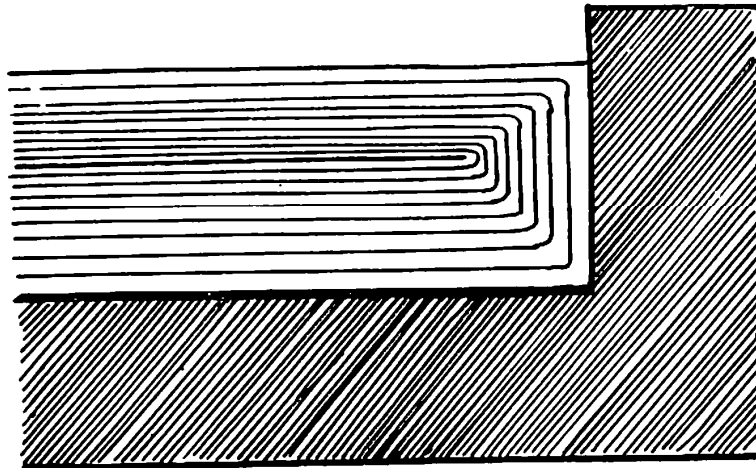


Fig. 21

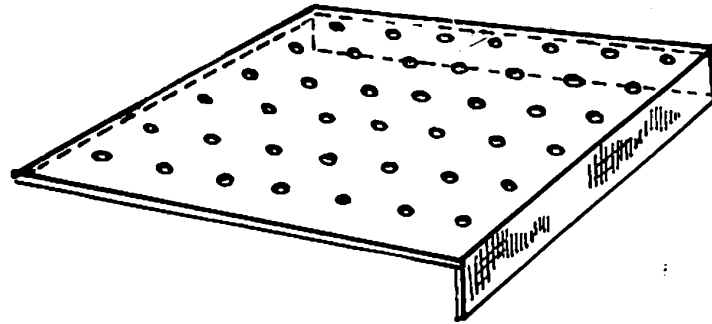
En ella vemos que la segregación progresa de una manera uniforme de los lados hacia el centro geométrico de la barra; esta segregación tiene la misma intensidad en todas las caras de la barra y a una misma profundidad. Se ve que la concentración se encuentra en una línea centro en la barra, y que se extiende en toda su longitud. Si se toma una muestra en la superficie hasta el centro, ésta tendrá el mismo valor que otra cualquiera tomada en el mismo sentido, es decir que el muestreo de esta barra con perforaciones en sus distintas caras, nos dará un valor representativo del todo.

Muestreo de bullión de plomo

El bullión de plomo se muestrea, o bien por el método de fusión, o bien en el estado sólido. En algunos casos es costumbre llevar el plomo desde los hornos de viento en donde se está haciendo la extracción, a hornos de reverbero o a calderos que tienen una capacidad de 20 á 30 toneladas. En estos, el plomo es ablandado por una inyección de aire, en virtud de la cual, los metales básicos son transformados en óxidos, y el plomo remanente conserva los metales preciosos como impureza. En estas condiciones el plomo está listo para muestrear en su estado líquido, o para vaciar en moldes de 100 libras.

Al hacer el vaciado a los moldes del metal líquido, se van tomando pequeñas porciones de plomo y a intervalos regulares, del caldero en el cual se ha hecho la oxidación de los metales básicos. Estas muestras individuales, son cuidadosamente fundidas a unos 500 grados de temperatura, en un crisol de grafito y vertidas en un molde de hierro fundido de paredes sólidas y que tiene: 10 pulgadas de

largo, 5 pulgadas de lado y 1/2 pulgada de alto. Esto se enfría cuidadosamente impidiendo la segregación. La muestra final para el ensaye se toma de esta muestra, perforando la barra en varios lugares por medio de un taladro, hasta completar una muestra de 15 á 30 gramos.



Plato Molde perforado

Fig. 22

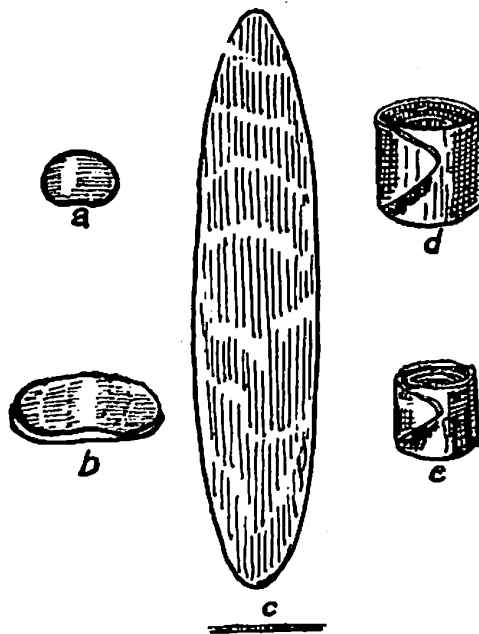


Fig 23

Otro método más moderno para muestrear el plomo fundido, consiste en vaciar el plomo en un molde plancho que contenga una serie de cavidades cónicas en el fondo; al vaciar el plomo en este molde y dejarlo enfriar rápidamente, se obtendrá en las concididades inferiores, una serie de muestras de plomo de unos 20 á 30 gramos, que se recortan del molde y se copelan individualmente. Los botones resultantes de estas copelaciones se promedian y después de hacer la separación se calculan los valores de oro y plata.

Las barras sólidas son muestreadas por medio de taladros perforados, las cuales toman una muestra cilíndrica de 2 pulgadas de longitud y $1/8$ de pulgada de diámetro. Cada barra es perforada en distintos puntos, en dirección de las diagonales y en varias caras. Hay un sistema muy común, que consiste en colocar dos o más barras, una sobre la otra, de un alto determinado, y perforándolas todas de arriba a abajo en las mismas direcciones; luego se colocan en la misma forma, tomando caras distintas y se hacen perforaciones en la misma forma. Por este procedimiento se pueden muestrear lotes hasta de una tonelada. Los residuos de las perforaciones, pueden tener un peso que varía de 8 á 15 libras; este metal es fundido en un crisol de grafito y vertido en un molde como el anterior. De esta nueva barra se saca la muestra final como se describió.

Muestreo del bullión de cobre

El muestreo del cobre puede hacerse en dos formas: muestreo de la fundición y muestreo de refinación. El bullión de cobre es universalmente fundido y vaciado en moldes, en forma de ánodos, y así es despachado a las refinerías. La refinería muestrea este bullión en la forma sólida, utilizando el sistema de perforaciones con taladro. La fundición muestrea el bullión en el estado fundido, ya que en este estado es menos costoso y más fácil de efectuar la operación.

El método de muestreo, en el estado fundido, que da mejores resultados, es el llamado *granulación*, que consiste en vaciar dentro del agua, pequeñas porciones de metal fundido, mientras se está haciendo el vaciado a los moldes de refinería. Estas operación es repetida a intervalos uniformes, y las porciones recogidas son juntadas para sacar la muestra final del lote. Los gránulos después de secar y limpiar, se pasan por una malla 10 y una 4, y lo que queda sobre la 4 y pasa por la 10 se vuelve al horno de fundición, y la parte que es retenida por la malla 10, se toma como muestra del ensayo. Este método, si se efectúa con cuidado, da resultados tan exactos como el sistema de perforaciones en los electrodos.

Otro método usado para muestrear metal fundido, es el llamado método del *cucharón*, que consiste en sacar, periódicamente del horno de fundición, cucharadas que se vacian en un tanque con fondo de madera y lleno de agua. Las cucharadas deben ser tomadas en distintos puntos del crisol del horno. El material resultante, se clasifica en la misma forma que en el caso anterior. Este sistema da resultados bastante satisfactorios, aun cuando no tan exactos como el anterior, ya que se puede presentar en las cucharadas una sensible segregación.

El sistema de muestreo en las refinerías, se efectúa de la siguiente manera: el cobre en forma de ánodos de 90 cmt. de largo, 70 cmts. de ancho y 5 cmts. de espesor, es cuidadosamente lijado, para limpiar y remover cualquier partícula distinta del metal; luego se perfora con un taladro 0.5 pulgadas de diámetro, atravesando completamente el ánodo. Para las perforaciones se utiliza una placa de hierro perforada, que sirve como modelo, para localizar el lugar de las perforaciones; estas perforaciones están separadas 8 cmts. de centro a centro. La placa tiene aproximadamente 90 huecos. Para ánodos muy ricos en metales preciosos, algunas refinerías utilizan placas perforadas, patrones, hasta con 240 huecos.

La placa modelo debe usarse en tal forma, que las perforaciones vayan en continuo orden, de tal modo que en cada ánodo se haga un solo hueco, y éste no coincida con ninguno otro. Hay que tener en cuenta que a cada ánodo no se le hace más que una perforación. Generalmente, de un lote de ánodos de treinta toneladas, se saca un peso de virutas entre 6 y 8 libras de metal. Estas virutas se llevan a un molino con placas de acero al manganeso y luego se cuartea para reducir la muestra a 2 libras. Esta nueva muestra, se pasa de nuevo por el molino, hasta que esta pase por la malla 16, y en este estado se cuartea para sacar dos muestras de 100 a 200 grs.

Muestreo de bullión doré

El bullión doré, se muestrea de la misma manera que el cobre en su estado de fusión; y en el estado sólido, por método de perforaciones con taladro.

El metal después de fundido se vacía en moldes de 45 cmts. de largo, 18 cmts. de ancho y 1 cmt. de espesor. Se perfora con taladro de 9/32 de pulgada de diámetro. Se utiliza una placa patrón para localizar las perforaciones. Las virutas se llevan a 30 mallas y luego se cuartea, para sacar la muestra que ha de ensayarse.

Muestreo de bullión de oro

Este muestreo se acostumbra para las barras de oro, para desperdicios o limaduras de joyería, o para precipitados de cianuración. Lo primero que debe hacerse, es fundir el metal en crisoles de grafito en presencia de bórax, si son desperdicios; si son precipitados de cianuración, deben fundirse con flujo apropiado. El metal fundido se vacía en hormas o moldes de hierro fundido, que tienen en su superficie horizontal 30 cmts. de largo por 12 cmts. de ancho. En el caso de que el bullión sea demasiado impuro, se acostumbra sacar una muestra de metal fundido y granularlo, en la misma forma que

se hizo con el cobre. La escoria es vaciada junto con el metal, y después de fría, se retira de la superficie y el metal se limpia, teniendo mucho cuidado con las pérdidas.

Luégo que la barra está completamente limpia y seca, se perfora en las cuatro esquinas de la cara superior y estas limaduras que deben tener un peso entre 2 y 4 gramos, se compactan con el martillo y luégo se laminan, formando con la lámina una especie de tubo. Esta misma operación se repite en la cara opuesta. Las muestras de ambas caras, se ensayan por separado, y los resultados se promedian, obteniéndose así el valor de la barra.

Ensaye de bullión de plomo

Este ensaye se ha estudiado ya detenidamente en el capítulo correspondiente a la copelación. En la fundición o ensaye de las barras de plomo, que contienen oro y plata, usualmente se toman 2 ó 3 muestras para ser copeladas simultáneamente, es decir, un análisis por duplicado o por triplicado. Si el bullión contiene suficiente cobre, arsénico, antimonio, estaño u otros metales básicos, éstos influyen en el resultado de la copelación y por consiguiente es conveniente hacer el ensaye de varias porciones. La muestra de plomo tomada para estos ensayes, oscila entre 15 y 30 gramos y deben ser sometidos a escorificación, con adición de plomo, hasta que estas impurezas sean totalmente eliminadas y entonces, el botón se lleva a la copelación.

Corrección para pérdidas en la copela

En ocasiones hay necesidad de ensayar las escorias y las copelas, para recuperar el oro y la plata que se han perdido por ese concepto, sumando los valores a los resultados obtenidos en la copelación de los botones.

Ensaye del bullión de cobre

El bullión de cobre puede ser ensayado por el método de escorificación o por el método de fundición en el crisol; también se puede hacer el ensaye de cobre, combinando cualquiera de los dos anteriores con el método húmedo. Este método, llamado combinado, tiene por objeto disolver en ácido nítrico o en ácido sulfúrico, el cobre y parte de la plata contenidos en la barra, y fundiendo o escorificando el residuo que queda insoluble, y que contiene el oro y parte de la plata.

La muestra del bullión que ha sido preparada como se anotó anteriormente, se pesa y este peso puede variar desde 5 grs. hasta 30

grs., en los cuales se debe incluir una proporción de material fino, más o menos igual al material grueso. La muestra debe ser tratada cuidadosamente, porque el metal precioso contenido en la porción fina, no debe diferir mucho de el contenido en la porción gruesa. La masa, antes de tomar el peso requerido para el ensaye, se debe extender sobre una lona, mezclar bien y cuartear, hasta obtener la cantidad que debe pesarse.

En la práctica, se tiene como una buena cantidad para el ensaye por el sistema de escorificación, 8 grs., los cuales se mezclan con 50 grs. de plomo y se colocan sobre una escorificadora cubriendo el cobre con 40 grs. de plomo granulado y un gramo de sílice. Llévase la escorificadora al horno y efectúese la primera escorificación; después de que se ha terminado la operación, váciase en la pallonera y recójase el botón de plomo; colóquese de nuevo en la escorificadora; agréguese 40 grs. de plomo granular y un gr. de sílice, repitiendo la operación de escorificación. Recójase el botón de esta segunda escorificación; llévase de nuevo a la escorificadora; agréguese 60 grms. más de plomo y 1 gr. más de sílice; escorifíquese por tercera vez, hasta que el botón de plomo tenga un peso más o menos de 30 grms.

Júntense dos botones, de dos pruebas distintas, en una sola escorificadora; agréguese plomo hasta completar 85 grms. y agregue un grm. de sílice; llévase esta escorificación hasta un botón de 30 grms.; váciase a la pallonera; límpiase el botón; copélese y hágase la incuartación.

Los pesos obtenidos de los 2 botones finales resultantes, deben chequear, con una diferencia más o menos de 1.5 grms. por tonelada. Si el contenido de plata en el bullión es bajo, agréguese plata pura antes de la primera escorificación, haciendo el total de plata en la mezcla, igual a 8 veces la cantidad de oro.

El método de escorificación para el ensaye del bullión de cobre, ha sido recientemente aceptado y estandarizado para oro, ya que ha demostrado que los mejores métodos para la determinación del oro, son los métodos al fuego. Este método no está bien aceptado para el análisis de la plata, porque presenta gran cantidad de pérdidas, no solamente por concepto de las escorias y las copelas, sino también por la volatilización. Las pérdidas pueden alcanzar de 5 á 10%. No obstante, si se determina la cantidad de plata absorbida por las copelas y la escoria, este método puede dar resultados bastante satisfactorios para la plata, pues en este caso las pérdidas se pueden reducir hasta un 1%. La única desventaja, que tiene algún valor, es que este método de ensaye es costoso y toma mucho tiempo en su operación,

Método del Crisol

El método del crisol, para el ensaye de bullión de cobre que contiene oro, no tiene otras ventajas sobre el método de escorificación, que el menor tiempo gastado en la operación; el menor costo de los materiales empleados y el aumento en la capacidad del horno. Este método no consume sino $1/3$ de los materiales consumidos por la escorificación, lo mismo que $1/3$ del tiempo y $1/3$ en la capacidad del horno; pero por otra parte, da botones suficientemente libres de cobre, que pueden ser copelados directamente.

De la muestra de bullión finamente triturada, se toman 5 grs., se colocan en un crisol de capacidad suficiente, mezclándole 1 y medio gramos de azufre en polvo. Se cubre esta mezcla con 15 grs. de carbonato de sodio, 250 grms. de litargirio y 8 grms. de sílice; se debe tener en cuenta no mezclar el azufre y el cobre con los demás componentes, procurando que aquellos, permanezcan en el fondo del crisol. Cúbrase toda la carga con sal o con una mezcla de flujos, y colóquese el crisol dentro de la mufla de fundición durante unos 8 minutos. La fusión debe ser tranquila, y debe estar lista para vaciarse en 25 ó 30 minutos.

Si la cubierta es de cloruro de sodio, el botón de plomo debe pesar alrededor de 32 grms.; si la cubierta es de flujos, éste puede ser más pequeño. Si la fundición se ha efectuado correctamente, este botón puede ser copelado directamente. Si el ensayador prefiere, este botón puede ser escorificado, agregando 30 grms. más de plomo granulado y 1 gr. de sílice. Con esta operación, hay la seguridad de que todo el cobre ha desaparecido. Después de que la copelación se ha efectuado de una manera corriente, varios botones procedentes del mismo análisis, pueden ser pesados juntos, laminados y llevados a la incuación.

Nota: Tan pronto como el azufre fundido se combina con el cobre, forman un matte. Este matte es entonces descompuesto y la mayoría del cobre es oxidado y escoriado por la acción del litargirio en la carga. Si la fusión se efectúa a una baja temperatura sin ebullición y con corto período de fusión, no hay peligro de que los crisoles sean atacados. La temperatura final necesaria, no es demasiado alta, basta con un color rojo brillante a amarillo. La escoria es pesada, pero muy fluída y no debe contener gránulos de plomo.

Este método da resultados para oro, iguales al método de escorificación; pero como en ambos se utiliza un exceso de litargirio, los resultados en plata son generalmente bajos.

Método combinado del ácido nítrico

Se pesan 2 porciones de las limaduras contenidas por la muestra, de 30 grms. cada una, siguiendo el ensaye por separado, para cada porción.

Se coloca la cantidad pesada en un beaker, de una capacidad apropiada; se le agregan 100 cmts³ de agua destilada y 90 cmts³ de ácido nítrico concentrado; este último se agrega en porciones de a 30 cmts³ en intervalos de tiempo de una hora. Cuando la aleación está disuelta, se agrega una pequeña cantidad de solución de cloruro de sodio, con el fin de formar cloruro de plata insoluble, que actúa como colector del oro; se filtra esta solución sobre un papel de filtro, se lava y se retira la solución que contiene el cobre.

A la solución que contiene el cobre, se le agrega un exceso de solución de cloruro de sodio, para precipitar totalmente la plata en forma de cloruro; luego se filtra el precipitado de cloruro de plata, a través del primer filtro usado y se lava el precipitado hasta que las aguas del lavado no muestren indicios de cobre.

El residuo sobre el filtro se seca con bastante cuidado, para no perder parte del precipitado, se incinera el papel, colocándolo sobre un escorificador, o dentro de un crisol de fundición; se agregan a este precipitado 30 grms. de plomo, 1 gr. de sílice, y se escorifica de la manera corriente. Es conveniente agregar a la escorificación una pequeña cantidad de vidrio de bórax y llevar el botón hasta un peso de 12 grms. Somete el botón de plomo a la copelación y hágase la incuarcación. Los valores en oro de los dos ensayos, que se han efectuado en paralelo, no debe dar una diferencia mayor de 1 gr. por tonelada, y 1% en los valores de plata. Este método tiene la ventaja de que todo el cobre se ha disuelto en el ácido nítrico, y por consiguiente, éste puede ser determinado por el análisis químico corriente.

El método combinado con ácido nítrico, ha sido por mucho tiempo el método estandar para la determinación de plata en el bullión de cobre. Para la determinación de oro no ha sido estandarizado, porque da resultados sensiblemente bajos en oro; esto se debe probablemente a la presencia de ácido clorhídrico en el ácido nítrico, y cuando esto ocurre, las pérdidas en oro pueden ser considerables. Las pérdidas en oro por este concepto, se reducen, empleando una solución más diluída en ácido nítrico y efectuándose una disolución lenta.

Método del mercurio y del ácido sulfúrico

La muestra del bullión de cobre, la cual ha pasado por malla 16, es separada primero en dos porciones, por medio de una malla 40

y pesada cada porción. Como los metales preciosos contenidos en la parte fina, difieren en algo de los contenidos en la parte gruesa, es importante tomar una porción de cada una y hacer ensaye por separado. Se pesan 15 grms. de la muestra y se llevan a un beaker de 800 cmts³, agréguese 30 cmts³ de agua, 10 cmts³ de nitrato de mercurio al 3.2%. Agite este beaker hasta que todo el cobre esté completamente amalgamado; se agregan entonces 100 cmts³ de ácido sulfúrico, cubriendo el beaker con un vidrio de reloj y colocándolo sobre una plancha caliente, hasta que todo el cobre esté completamente disuelto. Esta operación puede tomar de 2 a 3 horas, de acuerdo con la temperatura y el estado de división de la muestra. La aparente ebullición del líquido durante este tiempo, es solamente debido al desprendimiento del gas sulfuroso.

Una vez que ha terminado la operación, la solución toma un color verde oscuro, y finalmente, un color gris azulado brillante, lo cual indica que la disolución ha terminado.

Remuévase el beaker de la plancha caliente y permita que se enfríe lentamente. El contenido debe ser de un aspecto semi-pastoso, después de frío; agréguese 100 cmts³ de agua fría y mézclase completamente; luego agréguese 400 cmts³ más de agua caliente y agítase hasta que todo el sulfato de cobre se haya disuelto.

Agréguese ahora, un exceso de solución de cloruro de sodio, para que todo el mercurio y la plata queden precipitados en forma de cloruros.

Hiérvase la solución con el precipitado hasta que toda la plata esté coagulada, en este momento se debe agregar 600 cmts³ de agua y dejar decantar el precipitado. Filtrese a través de un doble filtro, lávese el precipitado con agua caliente hasta que no de indicios de cobre. Llévase el precipitado a la estufa y una vez deshidratado, colóquese sobre una escorificadora e incinérese el papel de filtro a una temperatura de 175°C. Cuando el papel esté consumido, agréguese 30 grms. de plomo y escorifíquese, hasta que el botón de plomo tenga un peso aproximado de 12 grms.; cópese, incuártese del modo corriente.

El objeto de utilizar en la disolución del cobre, nitrato de mercurio, es justamente facilitar la solución de este metal en el ácido sulfúrico, puesto que es sabido que el cobre amalgamado disuelve más rápida y totalmente en ácido sulfúrico, que el cobre puro. Cuando se hace la solución sin utilizar mercurio, hay una pequeña cantidad de cobre que es retenido por el oro como insoluble, generalmente en forma de sulfuro de cobre; en cambio, cuando se usa el mercurio, se puede asegurar que el cobre ha sido totalmente disuelto. Cuando el bullión es bajo en metales preciosos, menos de 50 onzas por tonelada,

la plata no se disuelve en el ácido sulfúrico; el oro no se disuelve, cualquiera que sea la cantidad presente. Cuando el bullión es muy rico en plata, una pequeña cantidad de ésta, puede ser disuelta en el ácido sulfúrico.

La cantidad de nitrato de mercurio utilizado en el ensaye, puede ser aumentado o disminuído, de acuerdo con la mayor o menor cantidad de cobre contenido en el bullión.

Este ensaye, como se dijo al principio, debe hacerse por duplicado o triplicado y promediar los resultados. La diferencia en los valores de plata, no debe exceder de 6 grs. por tonelada; el resultado del oro, generalmente es exacto.

El método del mercurio sulfúrico combinado, da resultados para la plata, iguales al método combinado con ácido nítrico y superiores al método de escorificación y fundición en crisol; en cuanto al oro, cualquiera de los métodos da resultados bastante exactos.

Este método ha sido hoy aceptado y estandarizado, para la determinación de oro, en bulliones de cobre.

Ensaye de bullión doré

Este es un método generalmente adoptado por todos los países, no solamente para el ensaye del bullión doré, sino también para el bullión de plata, la plata tiene un método mejor de determinación en el bullión, y es el método analítico, titulando una solución de nitrato de plata, con una solución de cloruro de sodio de factor conocido. Este método no lo detallo en estas notas, puesto que es un método completamente conocido por el estudiante, en el curso de química analítica.

Análisis de chequeo

Con el objeto de corregir las inevitables pérdidas que tienen lugar durante la copelación, lo mismo que para errores provenientes en el ensaye, plata, bullión doré y bullión de oro, es conveniente efectuar siempre un ensaye de chequeo paralelo a los ensayos problema. Este chequeo o análisis central, es efectuado con una muestra sintética preparada con pesos conocidos de oro, plata o cobre, en cantidades lo más aproximadas que sean posibles, a la composición del bullión que se va a ensayar. Este ensaye central es copelado al mismo tiempo y bajo las mismas condiciones, que el ensaye regular; las pérdidas obtenidas en este ensaye central, deben ser agregadas a los valores del ensaye, como una corrección. Para obtener los datos requeridos en la muestra sintética, es necesario efectuar un análisis preliminar del bullión que se va a ensayar.

Ensaye preliminar

Se toma una muestra de 500 miligramos del bullión que ha de ensayarse; esta muestra se envuelve en 6 ú 8 grs. de lámina de plomo y se copela hasta cristales amarillos de litargirio. La copela se debe calentar dentro de la mufla durante 5 ó 10 minutos, hasta estar seguro de que la humedad de los gases ha salido totalmente. Después de que la copelación se ha efectuado y que el juego de colores ha terminado, la copela es retirada hacia la puerta de la mufla y cubierta con otra copela caliente para prevenir el floreo del botón. Luego se remueve la copela lentamente de la mufla y se deja enfriar el botón, el cual después de limpiar y remover las partículas adheridas de copela, se pesa y luégo se incuarta. El oro después de lavado, deshidratado y calcinado, se pesa. Así quedarán determinados los valores de oro y plata, lo mismo que la cantidad del metal base.

Si la copelación ha sido conducida de una manera correcta, se puede asumir una pérdida de 1% para la plata, y determinar su valor aproximado. El valor de oro encontrado en este ensaye preliminar, se puede tomar como correcto.

La suma de los pesos de oro y plata, restados del peso de bulliones tomados, nos dará la cantidad del metal base. Este es generalmente cobre, pero el ensayador debe determinarlo de una manera más efectiva, o bien, por la apariencia y fenómenos durante la copelación, o bien por el análisis químico.

Ensaye definitivo

Este ensaye debe hacerse por triplicado y para esto, se deben tomar tres porciones de la muestra, envolverlas en plomo en una cantidad igual. Generalmente el peso aconsejado para estos ensayes, es de 500 miligramos y el plomo varía de 5 á 15 grs.

Con estos tres ensayes y simultáneamente, se deben efectuar dos ensayes con una muestra sintética, que lleve aproximadamente igual cantidad de oro, plata y base, a la encontrada en el ensaye preliminar. Estas dos muestras son envueltas en una cantidad de plomo igual al utilizado en los ensayes del bullión. El bullión y el metal de la muestra sintética, son llevados a las correspondientes copelas, que deben ser previamente calentadas en la mufla, estos botones deben ser agregados a la copela con mucho cuidado, para evitar pérdidas. Deben ser copelados a una temperatura baja, para obtener cristales de litargirio alrededor de los botones, pero ya al final de la copelación, la temperatura se debe aumentar, para asegurarse de el total desprendimiento del plomo.

Los botones son limpiados, pesados y separados y el oro resultante en la separación, es pesado. El porcentaje de pérdidas de oro y plata, es determinado y se debe hacer la correspondiente corrección, según los datos obtenidos con las dos muestras de chequeo. El oro debe chequear con 0.1 parte, y la plata debe chequear con 0.5 partes.

Notas:

1. - Cuando el bullión doré contiene antimonio, las muestras son pesadas y escorificadas con 30 grs. de plomo. Estas pruebas deben hacerse de acuerdo con el ensaye preliminar. Todas deben ser escorificadas en la misma mufla y en el mismo tiempo. Los botones de plomo obtenidos en estas pruebas, deben ser todos del mismo peso, y si hay una pequeña diferencia, se pueden igualar los pesos con lámina de plomo, antes de la copelación. El ensaye debe efectuarse en la misma forma que se efectúan los que no tienen antimonio como impureza.

2. - Cuando el bullión doré contiene bismuto, selenio o telurio, se deben pesar tres porciones de 500 miligramos cada una y colocarse en una escorificadora con 15 grs. de plomo. Se somete esta carga a una escorificación corriente y el botón de copelación es laminado y llevado a un tamaño más o menos de 3 pulgadas cuadradas. Estos ejes de plomo se disuelven en 200 cmts³ de ácido nítrico diluido (1 á 3); la solución debe hervirse hasta expeler todos los vapores rojos. Llévase esta solución hasta completar 400 cmts³, fíltrese luégo a través de un filtro de papel y lávese completamente el precipitado. Al filtrado se le agrega suficiente cantidad de cloruro de sodio, hasta precipitar totalmente toda la plata. La solución es calentada de nuevo hasta la ebullición y luégo se deja en reposo toda la noche. El cloruro de plata se filtra y se lava por varias veces. Los dos papeles de filtro, es decir el primero y el segundo que se utilizaron, se colocan sobre una escorificadora, se deshidratan y se queman en una estufa, luégo se mezclan con 30 grs. de plomo; esta escorificadora se lleva a la mufla y se efectúa la segunda escorificación. Cuando la escorificación ha entrado a su parte final, la puerta de la mufla es cerrada y la temperatura es elevada. Una vez que la escorificación ha terminado, se vacía y el botón de plomo se trata exactamente como en el ensaye común.

3. - Si la relación de plata a oro en el bullión no es mayor que 3 a 1, otra prueba, también por triplicado, debe correrse, adicionando a la muestra la cantidad de plata suficiente para tener esta proporción.

Sistema empleado en EE. UU. para bullión de oro

El bullión de oro, es la barra más común en las aleaciones de oro y plata, puesto que es universalmente conseguida en la extracción de estos metales, cualquiera que haya sido el sistema de beneficio empleado. Este sistema es el que emplean en todas las casas de moneda, para determinar la pureza de barras de oro. Se acostumbra tomar de estas barras, un peso que oscila entre 500 y 1.000 miligramos; este peso se envuelve en 5 grs. de lámina de plomo. El peso del botón obtenido después de la copelación, se resta al peso del bullión tomado, determinando así la cantidad de metal base.

El botón, después de la copelación, contiene únicamente oro y plata y debe incuarse, agregando plata pura, en una cantidad tal, que quede aproximadamente en la proporción de 3 á 1, para poder efectuar la separación. Con esta operación se ha determinado la composición del bullión, de una manera bastante aproximada.

También puede determinarse, de una manera igualmente aproximada, la composición de la barra, usando para ello, la "*pedra de toque*". Esta consiste en una lámina de jaspe negro, de unos 10 x 5 cmts. de área y un espesor de 1 cmt. Sobre ella, se raya con la muestra del bullión y con una aleación de oro y plata, de pureza conocida, y luego se agrega a la piedra unas gotas de ácido nítrico, con el cual desaparece la raya que corresponde a la que contiene más plata. Si desaparece el patrón, entonces se raya con otra aleación más pura y conocida. Cuando las dos rayas desaparezcan con el mismo ácido, es porque son iguales, es decir que el bullión tiene la misma relación de oro y plata, que la aleación patrón.

Ensaye final

El ensaye final, lo hacen dos ensayadores por separado, utilizando cada uno, un peso tomado de la misma muestra. En caso de una barra pequeña, cada uno hace un solo ensaye, pero cuando la barra es grande, deben hacer 2 ó 3 ensayes. La balanza usada en estos ensayes, debe ser de una gran sensibilidad.

El peso tomado para cada ensaye, debe ser de 500 miligramos; a esto se agrega una cantidad de plata suficiente, para que la relación de plata á oro, sea de 3 á 1 y luego se agregan 5 ó 6 grs. de plomo, en forma de lámina. Si el bullión no contiene cobre, debe agregarse unos 30 miligramos. Estos metales se envuelven en el plomo, teniendo así la aleación lista para la copelación.

Luego se prepara el ensaye patrón, tomando un peso de oro y plata puros, en la proporción indicada por el ensaye preliminar,

agregando plata si es necesario, para que la relación sea de 3 de plata, por una de oro. A estos metales se agregan unos 30 miligramos de cobre puro. El peso de los metales preciosos, debe ser también de 500 miligramos. Estos metales se envuelven en 6 grs. de plomo laminado.

Los ensayos se llevan a la mufla, en donde debe haber un número suficiente de copelas, calentadas ya, a una temperatura de unos 600°C, y sobre las cuales se colocan con todo cuidado las aleaciones ensayas. Los ensayos patrones deben correrse simultáneamente. Con la relación de 3 á 1, para plata y oro, y estando el cobre presente, no hay peligro de floreo, en la etapa final.

Los botones, se remueven de las copelas, se limpian cuidadosamente y luego se achatan, con un martillo limpio y sobre una superficie de hierro, también limpia. Luégo se pasan por un laminador de rodillos, dándole 2 ó 3 vueltas y reconociendo después la lámina, calentándola a unos 500°C, para evitar desgarramientos laterales o grietas. Esta operación se repite, hasta tener una lámina de un espesor, como el de una tarjeta de visita. El ideal de la laminación, es conseguir una lámina de unos 6 cmts. de largo por 1 cmt. de ancho. Esta lámina se enrolla de tal manera, que los espacios entre las caras de la espiral, sean uniformes y no muy estrechos, para favorecer el ataque uniforme del ácido.

Los rollos metálicos se suspenden, por medio de un alambre de platino, sobre un beaker que contiene ácido nítrico hirviendo, de densidad 1.28 (50%). Este se hierve durante unos 10 minutos y luego los rollos se colocan sobre otro beaker que contiene también ácido hirviendo y nuevo, prolongando el contacto por unos 10 ó 15 minutos más. Los rollos son lavados, sumergiéndolos en un beaker que contiene agua destilada, de arriba a abajo, hasta que las aguas de lavado no muestren trazas de nitrato de plata.

La figura N° 22 muestra los pasos que deben seguirse con el botón copelado.

Luégo se secan los rollos, se calientan hasta que tomen el color amarillo del oro y se pesan exactamente. Los ensayos patrones, se pesan y se deduce el valor de la corrección, que es necesario hacer a los valores del bullión.

El cobre que se agrega a los ensayos, tiene por objeto impedir la pulverización de los rollos, en la separación con el ácido nítrico.