

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
ESCUELA NACIONAL DE CIENCIAS QUIMICAS

"DETERMINACION DE TRAZAS DE PLOMO
EN
COMPUESTOS DE ZINC"

T E S I S

QUE, PARA SU EXAMEN PROFESIONAL DE
QUIMICO, PRESENTA EL PASANTE

JORGE SANCHEZ MEJORADA CAÑEDO

MEXICO, D. F.
1949

375



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A MI MADRE

*A la memoria de mi
padre*

A mis hermanos

A mi novia.

A mis maestros

*Al Sr. Dr. en Química Federico Hahn
a cuya ayuda se debe la
realización de este
trabajo*

*Al Sr. Ing. Quim.
Carlos Ludlow.*

INDICE

- 1.—IMPORTANCIA DEL PROBLEMA.
- 2.—LOS METODOS CONOCIDOS.
- 3.—DESARROLLO DE METODOS PRACTICOS Y SENSIBLES.
- 4.—RESUMEN Y CONCLUSIONES.
- 5.—BIBLIOGRAFIA.

I.—IMPORTANCIA DEL PROBLEMA

Como es bien sabido (5)*, el zinc se encuentra siempre en la naturaleza en forma de combinaciones entre las cuales las más comunes son el sulfuro o blenda, el carbonato o smithsonita y el silicato o calamita. En estos minerales, de los cuales se parte comunmente para la obtención final del zinc en las diferentes formas en que éste va a ser aplicado a la industria y a la terapéutica, el zinc va siempre acompañado de plomo, arsénico, antimonio, cadmio, estaño y cobre.

En este estudio, nos interesa especialmente la presencia del plomo como impureza en los compuestos finales del zinc, pues no obstante que en la metalurgia del zinc éste es purificado por destilación y el plomo no es volátil, el arrastre mecánico causa que el zinc crudo contenga siempre cierto porcentaje de plomo que se elimina en una purificación posterior; esto último a veces no completamente, por lo cual no es raro encontrar en el mercado, compuestos de zinc que contengan plomo.

La presencia del plomo en el zinc y en sus compuestos, es nociva para los múltiples usos que tienen éstos, tanto en la industria como en la Química Farmacéutica (4).

Las grandes cantidades de óxido de zinc que son usadas como pigmento en la fabricación de pinturas, las cuales están expuestas en muchas ocasiones a la acción del ácido sulfhídrico, ya sea éste producido por algún proceso industrial o de putrefacción, bastan por sí solas para dar una idea de la importancia del problema, ya que en caso de estar dicho pigmento contaminado con plomo, se ennegrecerá debido a la formación del sulfuro de plomo.

Como otro ejemplo de la inconveniencia de la presencia del plomo en los compuestos del zinc, se encuentra

* Los números entre paréntesis corresponden a la bibliografía.

el del latón, ya que aun indicios de plomo originan una disminución notable en la maleabilidad de la aleación. Esto último se nota sobre todo en la fabricación de las vainas de los cartuchos en la industria de guerra pues un latón poco maleable no resiste la presión de los gases producidos por la combustión de la pólvora, ocasionando así el que dicha fuerza se desperdicie al rajarse las vainas lateralmente.

En la Química Farmacéutica es también de vital importancia el que los compuestos de zinc se encuentren exentos de plomo por ser éste tóxico, pues por la índole de su aplicación es fácilmente comprensible la alta pureza que los mismos deben de tener, ya que va de por medio el propio bienestar humano.

Lo anteriormente expuesto hace que la dosificación aun de huellas de plomo en compuestos de zinc sea muy importante.

A pesar de esto, los métodos conocidos hasta la fecha para reconocer esta impureza tan común del zinc (caso de que exista en proporción muy pequeña) y en dado caso determinarla, no son lo suficientemente rápido, cómodo y sensible que fuera de desearse.

A continuación se hace una descripción de los métodos conocidos y de un nuevo método más práctico y sensible.

II.—*LOS METODOS CONOCIDOS.*

Se conocen varios métodos con los que es posible reconocer o determinar cantidades muy pequeñas y hasta ínfimas de plomo, pero estos métodos en su mayoría pueden aplicarse solamente a soluciones que fuera del plomo contengan a lo sumo muy pequeñas cantidades de otros metales pesados; a nuestro problema especial, que es la determinación de pequeñas cantidades de plomo en presencia de una cantidad 100 a 1000 veces mayor de zinc, estas reacciones no pueden aplicarse o, por lo menos, sólo con precauciones muy especiales.

Sirve (6) (7) como ejemplo para sensibilidad extraordinaria de las reacciones microquímicas modernas, el cambio de color que soluciones de difeniltiocarbazona, llamada brevemente "ditizona", en tetracloruro de carbono, sufren con cantidades ínfimas de varios metales pesados como el plomo, que nos interesa, y además plata, cobre, zinc, cadmio, antimonio, etc.

La solución del reactivo tiene originalmente color verde y cantidades menores que un microgramo de los metales mencionados, produce un vire de color hacia el rojo más o menos subido, o café según el metal de que se trata. Parece difícil de creer, a primera vista, que uno de estos metales pueda reconocerse cuando otro se halle presente en cantidades mucho mayores, pero en el caso especial del plomo, éste es el único de los metales mencionados que no forma una sal compleja con un exceso de ión CN^- ; por esta razón es posible eliminar la interferencia de los demás metales, agregando a la muestra por examinar cianuro de potasio y cloruro de amonio; este último para man-

tener la reacción casi neutra o ligeramente ácida que es lo más favorable para su verificación.

La marcha a seguir para el reconocimiento del plomo en compuestos de zinc, según las indicaciones de H. Fisher reproducidas por F. Feigl (3), es la siguiente:

"A una gota de solución (0.05 ml) colocada en un tubito de ensayo y que contiene 0.1 de plomo y 1.175 mg. de zinc, con 6 mg. de cianuro de potasio y dos mg. de cloruro de amonio, se agrega una gota del reactivo (1 a 2 mg. de ditizona en 100 ml. de tetracloruro de carbono) obteniéndose un color rojo ladrillo". La relación entre plomo y zinc corresponde a 1:11750 o sea un 0.0085%.

Si bien es posible mediante este método reconocer la presencia de pequeñas cantidades de plomo en compuestos de zinc, determinarlas resultaría, si no imposible, seguramente muy complicado. Existe además el inconveniente de que la ditizona es un reactivo muy especial usado generalmente para trabajos de investigación y que no ha entrado aún al campo general de los laboratorios de control.

Otro método (6) (7) conocido muy sensible para la determinación del plomo, siempre y cuando éste se encuentre en forma tetravalente, es el de tetrametildiaminodifenilmetano que al ser oxidado da una coloración azul intensa por la formación de un colorante quinoide derivado del difenilmetano. Aunque este método podría aplicarse de una manera general a la determinación del plomo en presencia del zinc, se hace notar desde luego, la serie de dificultades que presenta en su marcha por la necesaria oxidación del plomo a dióxido de plomo y por consiguiente, la total eliminación del agente usado para dicha transformación, pues como es fácil de comprenderse, de no lograrse dicha eliminación, se obtendrán siempre resultados altos.

A los inconvenientes anteriormente expuestos, se suman algunos más como son el tiempo necesario para efectuar la determinación y la inseguridad propia de todo método complicado.

Entre los métodos conocidos para la determinación de huellas de plomo en presencia de grandes cantidades de zinc, el más común es el del cromato, que se basa en la

formación de un precipitado amarillo fácilmente determinable en comparación colorimétrica.

Foster D. Snell (7) da la siguiente marcha a seguir en este método, la cual nos puede servir como un ejemplo general ya que la mayoría de los autores no difieren a este respecto.

“Una vez disuelta la muestra que contiene el plomo y el zinc, evapórese en ausencia de ácido nítrico, filtrese y transfíerese el filtrado a un tubo de comparación. Agítese y añádanse 5 gotas de solución al 5% de cromato de potasio y compárese después de 10 minutos con los tubos standard. Los tubos standard se preparan con la adición de 3 ml. de ácido acético al 10%, 1 ml. de solución de acetato de zinc conteniendo 20 mg. de zinc por ml. y cantidades variadas de una solución de acetato de plomo con una concentración de 0.1 mg. de plomo por ml.”

Es bien sabido que también el zinc, bajo condiciones apropiadas, forma con el cromato de potasio un precipitado de cromato básico de zinc; la formación de éste, puede evitarse acidulando con ácido acético; pero con esto disminuye a la vez, la sensibilidad de la precipitación del cromato de plomo. Debido a esto es muy fácil que se presente cualquiera de los dos casos siguientes: a).—Que no se precipite cromato de plomo o que lo haga en una forma incompleta debido a un exceso de ácido acético. b).—Que se precipite parte del zinc en forma de cromato básico, debido a una falta de ácido acético, aparentando de tal modo la presencia de plomo donde en realidad no existe.

Además de presentarse la dificultad anterior en los métodos directos, se aplica también a los indirectos, como es, en primer término, el de la difenilcarbazona (6) que se basa en la adición de una cantidad conocida y en exceso de dicromato de potasio, determinándose después dicho exceso por la coloración obtenida al agregar el ya mencionado reactivo.

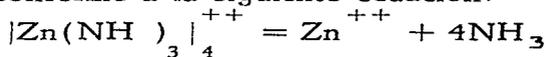
Para la determinación del plomo en el sulfato de zinc, la Farmacopea de los Estados Unidos (2) da un método que se basa en una simple comparación entre dos tubos, uno de los cuales contiene la muestra a analizar y el otro

una cantidad conocida de una solución standard de plomo. Se agrega a ambos una gota de una solución de sulfuro de sodio en presencia de cianuro de sodio y por comparación de colores se determina si la muestra contiene más o menos plomo que el testigo. Este método es usado exclusivamente para saber si la muestra que se analiza contiene más o menos plomo que el límite permitido por la Ley.

**III.—DESARROLLO DE METODOS PRACTICOS
Y SENSIBLES.**

I.—**REACTIVO.**—*Sulfuro de Amonio.*—Para nuestros ensayos nos hemos basado en la formación de sulfuro de plomo que, por su color negro intenso y la facilidad con que se forma, se sugiere para este fin. La dificultad que se opone a la generalización del procedimiento de la Farmacopea Norteamericana, es la inseguridad de la reacción cuando se trata de soluciones ácidas. Por otro lado, se ha observado que dicha reacción es sumamente sensible practicándola en medio fuertemente amoniacal.

Esto último parece contradecir a todos los datos de la literatura correspondiente, ya que es bien sabido que el zinc se precipita como sulfuro en soluciones amoniacales, pareciendo pues, a primera vista, que el llevar a cabo la precipitación del sulfuro de plomo sin que a su vez precipite el zinc, es imposible; sin embargo, este fenómeno es posible tratándose, como ya se ha dicho anteriormente, de soluciones fuertemente amoniacales. En éstas existe un equilibrio conforme a la siguiente ecuación:



por la cual podemos deducir que mientras más grande sea la concentración de amoníaco, mayor será la tendencia de la reacción a desplazarse de derecha a izquierda y por consiguiente menos será la cantidad de iones Zn^{++} libres para combinarse con el ion $S=$, ya que el complejo amoniacal del zinc (ion zincammin) no se encuentra disociado en estas condiciones.

Por otro lado tenemos que el plomo, que no forma ningún complejo amoniacal, se encuentra ionizado, estando pues en condiciones óptimas para reaccionar.

Como se pudo comprobar prácticamente durante la

realización de este trabajo, el éxito en este procedimiento estriba en la adición de muy poco sulfuro de amonio, ya que un exceso grande de éste, origina la inmediata precipitación del sulfuro de zinc aún con la poquísima cantidad de iones libres Zn^{++} existentes en la solución, no sucediendo así al agregarse la cantidad de sulfuro propia para el caso.

PROCEDIMIENTO.—Para todas las experiencias efectuadas en este trabajo, se utilizaron las siguientes soluciones:

Solución de nitrato de plomo.—Se disolvieron 7.985 gramos de $Pb(NO_3)_2$ en 100 ml. de agua y se aforó a 500 ml. obteniéndose así una solución con un contenido de plomo de 10 mg. por ml.

Solución de acetato de zinc.—Se disolvieron 167.5 gramos de $Zn(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ en aproximadamente 300 ml. de agua y se aforó a 500 ml. teniendo así una solución con un contenido de zinc de 100 mg./ml.

Solución de sulfuro de amonio de aproximadamente 2% de concentración.

Solución de sulfuro de amonio al 0.1%.

Solución de acetato de amonio saturada.

Amoniaco concentrado.

Todas las determinaciones colorimétricas se efectuaron en el colorímetro de Klett Summerson, usándose una luz obtenida a través de un filtro verde de 54 $m\mu$ pues no obstante que esto último no es necesario por tratarse de un precipitado negro, se hizo así a fin de establecer condiciones perfectamente definidas para la realización de este procedimiento analítico.

A fin de sentar las bases para el desarrollo subsiguiente de este procedimiento, se buscaron los límites de concentración de plomo determinables colorimétricamente, encontrándose que una proporción de 100 gamas de plomo por ml. es el límite máximo con el que se puede obtener lectura en el colorímetro; del mismo modo se encontró que una concentración de 2.5 gamas de plomo por ml. per-

mite todavía efectuar una lectura precisa. Basándonos en lo anterior, y ya que se trata de trabajar sobre cantidades ínfimas de plomo, se decidió efectuar las experiencias susbucuentes, con concentraciones de plomo que varían desde 50 hasta 2.5 gamas por ml.

Una vez establecidos los límites anteriores, se procedió a la formación de una escala de lecturas con cantidades conocidas de plomo para lo cual se diluyó la solución madre de plomo 100 veces obteniendo así una solución que llamaremos B y de la cual se usaron las proporciones señaladas en el cuadro siguiente:

Tubo No.	1	2	3	4	5	6	7
ml. sol. B	2.5	2	1.5	1	0.5	0.25	0.125
ml. H ₂ O	2.5	3	3.5	4	4.5	4.75	4.875
gamas Pb	250	200	150	100	50	25	12.5
gamas Pb/ml.	50	40	30	20	10	5	2.5

A cada tubo se agregaron tres gotas de la solución de sulfuro de amonio y se efectuaron, en cada caso, lecturas inmediatamente, cinco y diez minutos después con los siguientes resultados:

CUADRO No. 1

Tubo No.	Tot. ml.	gamas Pb	gamas Pb/ml.	Lectura inmed.	Lectura 5 min.	Lectura 10 min.	Lectura promedio
1	5	250	50	368	365	361	365
2	5	200	40	302	298	296	299
3	5	150	30	220	218	215	218
4	5	100	20	153	150	152	152
5	5	50	10	68	65	60	63
6	5	25	5	46	44	43	44
7	5	12.5	2.5	15	14	14	14

De la tabla anterior se deduce que hay una ligera disminución en las lecturas a medida que transcurre el tiempo, debido seguramente a la maduración del precipitado.

Como se sabe, el sulfuro de amonio tiende a oxidarse formándose polisulfuros coloreados y como este fenómeno puede evitarse con la presencia de sulfitos que absorben el azufre del polisulfuro, se efectuaron las lecturas en otra escala igual a la anterior, a la que se agregaron en cada tubo, pequeñas cantidades de sulfito de sodio, a fin de determinar hasta qué punto podría ser una ayuda dicha adición. Los resultados obtenidos se encuentran en el cuadro número 2.

CUADRO No. 2

Tubo No.	Tot. ml.	gammas Pb	gammas Pb/ml.	Lectura inmed.	Lectura 5 min.	Lectura 10 min.	Lectura promedio
1	5	250	50	370	374	355	366
2	5	200	40	294	293	290	292
3	5	150	30	216	214	210	213
4	5	100	20	148	145	143	145
5	5	50	10	60	58	61	59
6	5	25	5	31	40	40	37
7	5	12.5	2.5	12	13	10	12

Del estudio de este cuadro se concluye que la adición de sulfito de sodio no representa ninguna notable mejoría.

El sulfuro de plomo, es un coloide y no una materia soluble coloreada. Es conocido que tales substancias se encuentran formadas por pequeñas partículas en dispersión, las cuales se encuentran animadas por el movimiento llamado Browniano. Chocando entre sí las partículas pueden agregarse, dando lugar con ésto al fenómeno de la "maduración" del coloide. Se entiende que con esto varía la absorción de la luz que pasa a través de la suspensión.

A este respecto se efectuaron lecturas con escalas a

las cuales se les añadió respectivamente un coloide protector y un exceso mayor de sulfuro de amonio, a fin de determinar el valor de la ayuda que la adición de dichas sustancias podría prestar como estabilizadores de la suspensión.

En el caso del coloide protector, se usó una solución de goma arábica en agua con una concentración del 1% de la cual se agregó a cada tubo de la escala una gota.

Los resultados así obtenidos se encuentran representados en el Cuadro No. 3, mientras que los correspondientes a la adición de un exceso mayor de sulfuro de amonio, se encuentran a su vez representados en el Cuadro No. 4.

CUADRO No. 3

Tubo No.	Tot. ml.	gamas Pb	gamas Pb/ml.	Lectura inmed.	Lectura 5 min.	Lectura 10 min.	Lectura promedio
1	5	250	50	310	305	302	306
2	5	200	40	232	230	220	227
3	5	150	30	190	178	178	182
4	5	100	20	121	120	115	118
5	5	50	10	68	52	50	56
6	5	25	5	46	39	40	41
7	5	12.5	2.5	10	8	8	9

CUADRO No. 4

Tubo No.	Tot. ml.	gamas Pb	gamas Pb/ml.	Lectura inmed.	Lectura 5 min.	Lectura 10 min.	Lectura promedio
1	5	250	50	360	357	356	358
2	5	200	40	310	308	315	311
3	5	150	30	213	210	208	210
4	5	100	20	155	150	140	148
5	5	50	10	64	62	60	62
6	5	25	5	50	48	48	49
7	5	12.5	2.5	9	7	7	8

No encontrándose tampoco en ninguna de las experiencias anteriores mejoría alguna digna de mención, y después de un estudio detenido de todas las lecturas efectuadas hasta ahora, se concluye que:

a).—A fin de lograr la mayor uniformidad en las lecturas, éstas deben efectuarse entre cinco y diez minutos después de formado el sulfuro de plomo.

b).—No hay necesidad de agregar ninguna de las substancias anteriormente probadas, por haberse demostrado que no representan ninguna mejoría para el objeto que se persigue.

Una vez determinada la curva colorimétrica representada en la gráfica adjunta y que nos sirve como base de comparación se procedió a la determinación del plomo en presencia del zinc, para lo cual se siguió el siguiente procedimiento.

Se pusieron en cada uno de los diferentes tubos componentes de la escala, dos milímetros de una solución de acetato de zinc con un contenido de zinc, de 0.1 gramos por cada ml. y se les agregó 2 ml. de amoníaco concentrado, a fin de formar el complejo amoniacal del zinc. Se agregó después a cada tubo, una cantidad diferente y conocida de una solución de nitrato de plomo, con un contenido en este metal de 0.5 mg./ml. y se completó el volumen total a 5 ml. con agua destilada (cuadro No. 5). Se procedió después a la formación del sulfuro de plomo, para lo cual se agregaron dos gotas de una solución de sulfuro de amonio al 0.1% primeramente y tres gotas de dicha solución después.

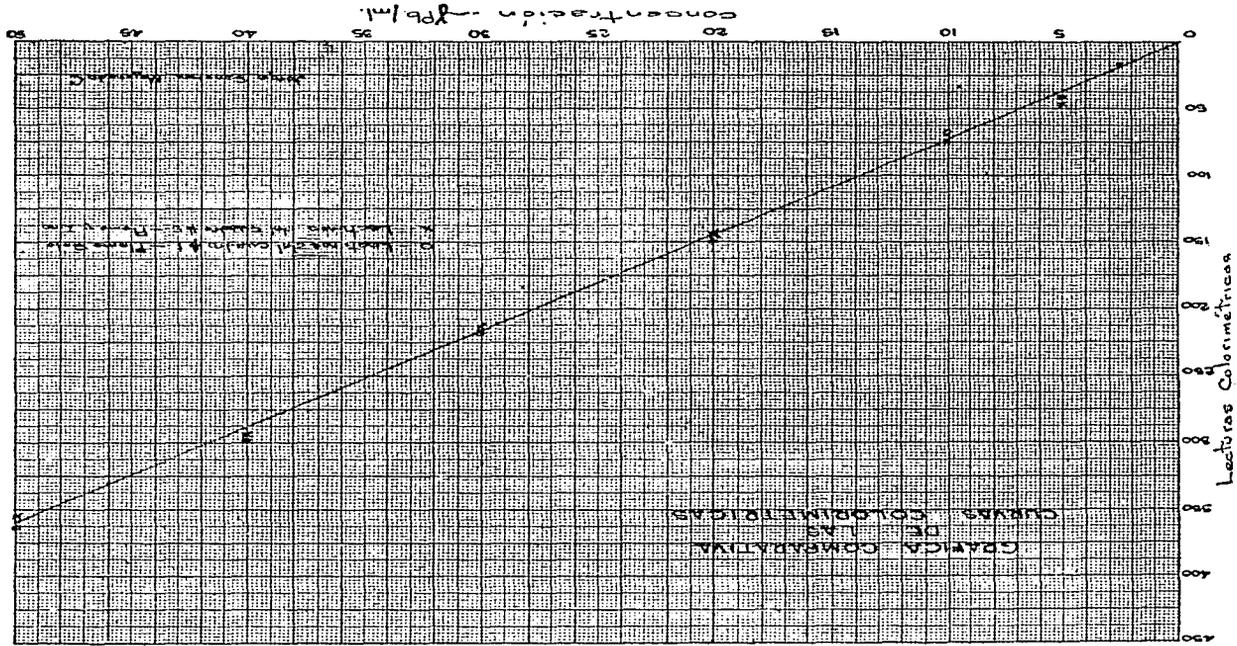
No habiendo encontrado entre estas lecturas ninguna diferencia apreciable, excepto en los tubos de más bajo contenido en plomo, en los cuales la adición de tres gotas de la solución de sulfuro de amonio parece ser ligeramente excesiva, lo cual se notó en un ligero incremento de las lecturas, provocado seguramente por una ligerísima precipitación de sulfuro de zinc, se concluye que basta con la adición de dos gotas de sulfuro de amonio al 0.1% para la completa precipitación del plomo; esto último es confirmado por los siguientes cálculos:

Cantidad máxima de plomo presente en la escala	250 gamas
1 micromol de plomo equivale a	207 „
Máximo de micromoles presentes en la escala	1.2
1 micromol de sulfuro de amonio equivale a .	68 „
Cantidad de solución de sulfuro de amonio usada	0.1 ml.
Concentración de la solución	0.1 %
Total de sulfuro de amonio presente en cada tubo	100 gamas
Micromoles de sulfuro de amonio	1.5

Las lecturas efectuadas con la escala formada según la descripción anterior, se repitieron tres veces, encontrándose una similaridad en los resultados altamente satisfactoria como se puede observar en el siguiente cuadro:

CUADRO No. 5.

Tubo No.	Total ml.	gamas Pb	grs. Zn	gamas Pb/ml.	% Pb/Zn	Lectura inmed.	Lectura 5 min.	Lectura 10 min.	Lectura promedio
1	5	250	0.2	50	0.125	255	352	349	352
2	5	200	0.2	40	0.1	292	292	289	291
3	5	150	0.2	30	0.075	216	213	214	214
4	5	100	0.2	20	0.05	145	140	141	142
5	5	50	0.2	10	0.025	75	75	75	75
6	5	25	0.2	5	0.0125	50	52	52	51
7	5	12.5	0.2	2.5	0.00625	15	13	15	14



La curva formada por las lecturas así obtenidas, y que a su vez se encuentra representada en la gráfica siguiente, permite, por comparación con la curva previamente determinada, afirmar el éxito del trabajo aquí efectuado.

II.—**REACTIVO.**— *Cromato de potasio. (Método Turbidimétrico).*— Como un complemento a nuestros ensayos, se efectuaron pruebas para la determinación de pequeñas cantidades de plomo en los compuestos del zinc por el método de cromato, con la diferencia del usual, de que en lugar de efectuarse en medio acético, también en este caso se usó un medio fuertemente amoniacal.

Como era de suponer, las dificultades que generalmente se presentan para la precipitación del plomo como cromato en presencia de grandes cantidades de zinc, en medio acético, desaparecen al efectuarse la determinación por este procedimiento, debido a que no existe la posibilidad de la precipitación del cromato básico de zinc.

A fin de determinar la sensibilidad de este método y al mismo tiempo la concentración óptima del cromato de potasio que debe usarse, se efectuaron las siguientes pruebas:

Se prepararon varias escalas con un contenido en cada tubo de 250, 200, 150, 100, 50, 25 y 12.5 gamas de plomo, con 5 ml. de volumen total y en una solución fuertemente amoniacal, en presencia de fuertes cantidades de zinc (Cuadro No. 6). Dichas escalas se trataron a su vez con 1 y 2 gotas de soluciones de 10%, 7.5%, 5%, 2.5% y 1% respectivamente de cromato de potasio, encontrándose que la concentración del 10%, es adecuada para esta determinación usándose en cantidades de 1 gota y como máximo 2 ya que de este modo se tiene el cromato en exceso para precipitar el plomo y al mismo tiempo no produce una coloración demasiado fuerte que impidiera la distinción de un ligero precipitado. El cuadro siguiente representa la escala tratada con 2 gotas de la solución de K_2CrO_4 al 10% y en él se anotan los resultados obtenidos.

CUADRO No. 6

Tubo No.	Tot. ml.	gamas Pb	grs. zinc	gamas Pb/ml.	%Pb/Zn	Observaciones
1	5	250	0.2	50	0.125	Precipitado abundante
2	5	200	0.2	40	0.1	Precipit. menos abund.
3	5	150	0.2	30	0.075	" " "
4	5	100	0.2	20	0.05	Poco precipitado
5	5	50	0.2	10	0.025	Muy poco precipitado
6	5	25	0.2	5	0.0125	Precipitado dudoso
7	5	12.5	0.2	2.5	0.00625	No hay precipitado

NOTA:—Todas las lecturas anotadas en los cuadros anteriores, representan el promedio de las lecturas obtenidas en las diferentes pruebas que en cada caso se efectuaron.

IV.—RESUMEN.

El contenido de plomo presente en el óxido u otros compuestos del zinc, es perjudicial tanto al uso industrial (pinturas) como al farmacéutico de dichos productos. Por esta razón es importante para los trabajos de muchos laboratorios, disponer de una prueba sencilla y sensible, que permita encontrar pequeñas cantidades de plomo contenidas en preparaciones de zinc y en dado caso determinarlas.

Las reacciones que se conocen y que pueden utilizarse para este fin, son hasta cierto grado complicadas, necesitan reactivos especiales (ditizona) o no conducen a resultados seguros (pruebas con ácido sulfhídrico o con dicromato de potasio en soluciones ácidas).

Basándose en el fenómeno de que el zinc con un gran exceso de amoníaco forma un ión complejo bastante estable, el cual no reacciona con el sulfuro de amonio en caso de que este reactivo se agregue solamente en cantidad pequeña, ni tampoco con cromatos solubles por elevada que sea la concentración de éstos, mientras que el plomo en las mismas condiciones reacciona con cualquiera de estos reactivos, ha sido posible elaborar pruebas que comprueban lo siguiente:

A).—Que la reacción que se practica con el sulfuro de amonio permite cuantear, con precisión satisfactoria, contenidos entre 0.25 y 0.00625% de plomo en compuestos de zinc.

B).—Que el método del cromato permite cuantear contenidos hasta de 0.0125% de plomo en zinc.

Aplicado a la determinación de plomo en el óxido de zinc, se puede recomendar el procedimiento siguiente:

Colocar en un tubo colorimétrico 125 mg. de óxido de zinc (igual a 100 mg. de zinc). Agregar 1 ml. de HCl (1:1). Agitar hasta la disolución completa del óxido, la cual se consigue rápidamente, enfriar y agregar amoniaco concentrado cuidadosamente y enfriando repetidas veces, completando el volumen a 5 ml.

Agregar 3 gotas de sulfuro de amonio y después de cinco minutos de espera, medir el color producido en caso de que se desee una determinación cuantitativa.

BIBLIOGRAFIA.

- 1.—Bray J. L. "Non Ferrous Production Metallurgy" John Wiley & Sons Inc.—New York, N. Y. 1941.
- 2.—The Pharmacopoeia of the United States of America. Mack Printing Co.—Easton, Pa. 1942.
- 3.—Feigl F. "Qualitative Analysis by Spot Tests." Elsevier Publishing Co., Inc.—New York, N. Y., Amsterdam, 1946.
- 4.—Jacobs M. B. "The Analytical Chemistry of Industrial Poisons". Interscience Publishers Inc. New York, N. Y. 1944.
- 5.—Riesefeld E. H. "Tratado de Química Inorgánica". Manuel Marin, Editor, Barcelona, España. 1942.
- 6.—Sandell E. B. "Colorimetric Determination of Traces of Metals". Interscience Publishers, Inc. III, New York, N. Y. 1944.
- 7.—Snell F. D. y C. T. "Colorimetric Methods of Analysis". D. Van Nostrand Co., Inc. I-New York, N. Y. 1943.