

Decía, al finalizar mi nota, que su conclusión reclamaba la prueba plena de un trabajo experimental, en el que fuesen investigadas la composición del cuerpo rojo formado por el cloruro férrico y la del formado por el ácido nítrico y los oxidantes no ferruginosos, al actuar sobre el sulfocianato, y hacía la promesa de realizar dicho trabajo más adelante.

El Sr. Tarugi se adelantó á la realización de mi promesa y, como testimonio de que á la Sociedad Española de Física y Química no la mueve el afán de los éxitos personales de sus socios, sino el de acrecentar su cultura científica, presento muy gustoso, para que sea publicado en la sección *Revista de revistas*, un resumen del precioso trabajo, cuya publicación ha motivado el recuerdo de mi nota.

DETERMINACION CUANTITATIVA DEL ZINC POR ELECTRÓLISIS, *por* **Enrique Hauser.**

La precipitación completa del zinc por electrólisis ha sido puesta en duda por algunos químicos, y nosotros habríamos sido del mismo parecer si hubiésemos seguido empleando en nuestras experiencias electrólitos conteniendo sales amoniacaes, como recomiendan especialmente Riche y Classen, por cuyos procedimientos no hemos tenido nunca seguridad en los resultados; aunque por el método de Parodi y Mascazzini se obtienen algunas veces buenos resultados, las experiencias hechas por D. Julio de la Escosura en la Fábrica Nacional de la Moneda, para precipitar el zinc de sus aleaciones, que es el caso más fácil, nos hizo llegar al convencimiento de que sólo por el empleo de soluciones alcalinas no amoniacaes podría llegarse á una precipitación completa del zinc en estado compacto, punto éste muy importante si se quieren evitar resultados demasiado altos, debidos á la absorción de hidrógeno por el metal durante la electrólisis ó á una oxidación parcial ulterior.

Teniendo en cuenta los trabajos de Beilstein y Javein, Miller y Kiliani, y principalmente los últimos estudios de Hollard, hemos llegado á formular el siguiente procedimiento, en el cual existen, como novedad, una evaporación á sequedad con potasa ó sosa cáusticas para desalojar el amoniaco combinado, además del libre, y un tratamiento del residuo con ácido acético para evitar que quede zinc en el residuo insoluble; pero antes de

pasar más adelante, debo expresar que casi todo el trabajo experimental de este procedimiento, que considero enteramente práctico y exacto, si se practica conforme indico, ha sido ejecutado por el antiguo ayudante de este Laboratorio, D. Bernardo Cobián, á quien se deben la mayor parte de los perfeccionamientos de detalle que hacen eficaz este procedimiento.

La ejecución es como sigue: Del mineral, finamente porfirizado, se toma el peso necesario, según la riqueza presumida, para que el peso del depósito no exceda de 150 miligramos (para una superficie de cátodo de 65 c.², contados sobre una sola cara). El ataque de dicho mineral se hace por medio del ácido nítrico fumante si se trata de una blenda, y de nítrico ordinario si es una calamina, evaporando la masa á sequedad en baño-maría, y añadiendo, después de apartada unas gotas de ácido sulfúrico, para pasarla en seguida á un baño de arena hasta el desprendimiento de humos blancos de ácido sulfúrico. Esta masa, después de fría, se trata por agua destilada, y se calienta nuevamente, filtrando sólo en el caso en que se sospechase haber un ataque incompleto, como ocurre en ciertos minerales silicatados; si así fuese, habría que destacar del filtro seco la mayor parte posible del residuo, incinerar el filtro en crisol de porcelana y fundir todo ello con carbonatos alcalinos, observando las precauciones conocidas, y, después de tratar al residuo de la fusión por los ácidos nítrico y sulfúrico y por agua, sucesivamente, reunir el líquido resultante al del ataque anterior; esto, por supuesto, cuando no conviniese fundir directamente el mineral con carbonatos alcalinos.

El líquido ácido, resultante del ataque del mineral, se trata por amoniaco en exceso, filtrando y lavando con agua amoniacal hasta quitar el precipitado de óxido férrico la mayor parte de las sales zinc-amoniacaes; el precipitado de óxido férrico se disuelve en ácido sulfúrico al décimo y se precipita nuevamente el hierro de igual modo, reuniendo el líquido de esta filtración al de la anterior y evaporándolo casi á sequedad en baño-maría para desalojar el amoniaco libre; hecho esto, se añaden unos dos gramos de potasa ó sosa cáusticas puras ó su equivalente en solución muy concentrada y se calienta nuevamente hasta que no huela á amoniaco; en ese estado se trata por un poco de agua y se neutraliza con ácido acético hasta que quede el líquido ligeramente ácido, con lo cual se consigue poner en disolución al zinc que haya podido carbonatarse durante la eva-

poración; se diluye, entonces, hasta unos 100 cc., observándose generalmente unos pequeños copos de acetatos básicos de hierro y alúmina que no es necesario separar por filtración, y sólo queda ahora, para preparar el electrólito, añadir, según recomienda Hollard, 20 cc. de solución de cianuro potásico al 20 por 100, y 25 cc. de sosa cáustica á 15° Be (ps.=1,116 ó 10 por 100 de Na OH) y la cantidad de agua necesaria para hacer un volumen de 200 á 250 cc.

Para la electrólisis empleamos de preferencia un cátodo cilíndrico de lámina de platino (de 5×14 c.), previamente cobreado ó plateado, y una densidad de corriente de próximamente $D/100=0,80$ amps., ó sea 0,50 amps. para una superficie de cátodo de 63 c., utilizado por una sola cara, como corresponde al electrodo antes indicado, en el que quedan 5 m/m. por cubrir (si está plateado), sobre la superficie del líquido, ó sea una superficie mojada por cada cara de $4,5 \times 14=63$ c. á la temperatura ordinaria; debe quedar terminado un ensayo al cabo de 20 ó 24 horas. Si el electrodo está cobreado, debe sumergirse todo el cilindro en el electrólito para evitar la oxidación de la porción cobreada que quedase fuera.

El electrólito se prueba para ver si ha rendido, primero sumergiendo un poco más el cátodo (si esta plateado) para observar si se forma sobre él nuevo depósito, y después de quitar los electrodos (sustituyendo al vaso que contiene el electrólito, otro con igual cantidad de agua destilada), se puede comprobar añadiendo al electrólito unos centímetros cúbicos de solución de ferrocianuro potásico, que no debe dar precipitado blanco si todo el zinc ha sido depositado en el cátodo.

En el caso en que el mineral de zinc contuviese además plomo, cobre y manganeso, conviene separar bien los dos primeros metales; el plomo quedará aislado casi por completo con el tratamiento con ácido sulfúrico, disolviendo el residuo en agua adicionada con dicho ácido, y la pequeña cantidad que pudiera disolverse, así como la mayor parte del manganeso, quedarían arrastradas por el hierro al precipitarle por el amoniaco: el cobre podría separarse previamente por el hidrógeno sulfurado; pero lo mismo si está solo que acompañado de plomo y manganeso, puede separarse fácilmente del zinc por el procedimiento electrolítico que sigue: El residuo de atacar el mineral y después de desprendimiento de vapores sulfúricos, se disuelve en 100 á 200 cc. de ácido nítrico de 1,20 de densidad diluido

en 10 veces su volumen de agua, y el líquido resultante, después de filtrado y bien lavado el residuo, se somete á la electrólisis por espacio de unas 20 horas á una corriente débil, por ejemplo de $D/100=0,15$ á $0,20$ amps., por cuyo medio se consigue precipitar el cobre en el cátodo con una pequeña cantidad de plomo y el resto del plomo, con la mayor parte del manganeso, sobre el ánodo, en estado de peróxido. Decantando el electrólito sin interrumpir la corriente y lavando, ó lo que es mejor, por sustitución de vasos, se obtiene un líquido en el que sólo hay zinc y hierro, en el que se seguirá la marcha indicada precipitando el hierro por el amoniaco, etc. La precipitación del hierro por la potasa no es recomendable en manera alguna, pues el óxido férrico en su precipitación arrastra mucho zinc, que es imposible quitarle por medio de lavados.

(Laboratorio de la Escuela de Minas.)

INVESTIGACIONES ACERCA DE LA FOSFORESCENCIA DEL SULFURO DE BARIO, *por* José Rodríguez Mourelo.

SEGUNDA PARTE

Á la vista de los resultados obtenidos, que demuestran la facilidad para conseguir á elevada temperatura monosulfuros de bario coloridos de amarillo, verde aceituna y pardo oscuro, podría pensarse en la formación de polisulfuros del mismo cuerpo; pues aisláronse y son compuestos definidos, autorizando semejante conjetura precisamente el no ser fosforescentes, cualidad que sólo poseen los sulfuros alcalinoterrosos de la forma MS, siendo $M=Sr-Ba-Ca$. Fuera de la combinación monosulfurada BaS, conócense y están bien estudiadas las que representan los persulfuros, BaS_3 , susceptible de dar un hidrato inestable; $BaS_4 nH_2O$, que no se obtiene anhidro, y un pentasulfuro no definido. Para demostrar que ninguno de tales cuerpos es susceptible de formarse en mis experimentos, invocaré la inestabilidad de todos ellos, menos del hidrato BaS_4H_2O , rojo anaranjado, que no ha podido constituirse donde no hay agua: el trisulfuro, que es anhidro, amorfo, de color amarillo verdoso, que se obscurece fundiéndolo, y al cambiar de estado, cuando la temperatura llega á 400° se descompone, resulta generado