

II. Метод быстрого анализа шлиховой платины

предлагаемый аналитической комиссией при Институте (в составе С. Ф. Жемчужного, О. Е. Звягинцева, Б. Г. Карпова, В. В. Лебединского и Н. И. Подкопаева).

1. Берется навеска в 2 грамма.

Навеска растворяется в царской водке (1 ч. HNO_3 , уд. в. 1,40 + + 3 ч. HCl , уд. в. 1,19). Растворение ведется в фарфоровом стакане или в колбе Эрленмейера (емкостью 250 куб. см.), прикрытых часовым стеклом, на песчаной бане, сперва при слабом нагревании, под конец доводя до кипения. Царскую водку предпочтительно прибавлять небольшими порциями (по 50 куб. см.), сливая раствор, когда растворение прекращается и заменяя его новой порцией царской водки, до прекращения окрашивания царской водки.

Полученный раствор сливают в небольшую фарфоровую чашку, в которой выпаривают его на водяной бане до консистенции сиропа. К остатку прибавляют соляной кислоты и снова выпаривают до густоты сиропа. Выпаривание до сиропа с соляной кислотой производят 2—3 раза.

Полученная масса растворяется в небольшом количестве воды и фильтруется в стакан. Осадок промывается подкисленной соляной кислотой водою (до прекращения реакции на Fe в промывных водах). Количество раствора не должно превышать 200—250 куб. см.

Нерастворимый в царской водке остаток высушивают на фильтре, снимают с фильтра, фильтр сжигают и затем соединяют с осадком. Взвешивают.

2. К раствору прибавляется по каплям раствор цианистой ртути для осаждения палладия, избегая избытка реактива.

Осадок цианистого палладия отфильтровывается, промывается подкисленной соляной кислотой водою, высушивается, прокаливается для разложения и восстанавливается в токе водорода; охлаждается в токе углекислоты и взвешивается. Полученный вес указывает содержание палладия.

3. К раствору, полученному от осаждения палладия, прибавляется абсолютно чистый твердый хлористый аммоний до получения насыщенного раствора, после чего прибавляется еще очень небольшой избыток твердой соли.

Через 12 часов раствор сливается через фильтр и осадок декантируется 2 раза с 75 куб. см. холодного насыщенного раствора хлористого аммония. Фильтруют без отсасывания.

Осадок на фильтре промывают холодным насыщенным раствором хлористого аммония до исчезновения реакции на железо с роданистым калием (обычно приходится промывать 5—6 раз).

Осадок вместе с фильтром на воронке подсушивается в сушильном шкафу и фильтр во влажном состоянии, после загибания краев его внутрь, переносится в фарфоровый тигель, где помещается конусом вверх, и накрывается еще кусочком влажной фильтровальной бумаги. Закрытый крышечкой тигель помещают высоко над горелкой, где его окончательно высушивают и очень осторожно прокаливают, постепенно опуская тигель все ниже и ниже над горелкой. (Такая операция прокаливания требует не менее двух часов).

После того как фильтр обуглится и хлороплатинат совершенно разложится, тигель сильно прокаливают на паяльном пламени, охлаждают и взвешивают.

4. Полученную после прокаливания осадка нечистую, иридную платину растворяют в разбавленной 1:5 царской водке (1 ч. HNO_3 , уд. в. 1,40—3 ч. HCl , уд. в. 1,19) на водяной бане при температуре около 50° . Через 1 час раствор сливают и к осадку приливают новую порцию царской водки, снова нагревают на водяной бане при температуре около 50° после чего раствор снова сливают. Подобную операцию повторяют до тех пор, пока царская водка не перестанет окрашиваться.

Отстоявшуюся прозрачную жидкость сливают через фильтр с осадка, осадок переносят на фильтр и промывают подкисленной соляной кислотой водою до тех пор, пока промывные воды не станут бесцветными. Фильтр с осадком высушивают в сушильном шкафу, осадок снимают с фильтра, фильтр сжигают отдельно и присоединяют к главной массе осадка. Все прокаливают в токе водорода, охлаждают в токе углекислого газа и взвешивают полученный *иридий I*.

5. Раствор, содержащий чистую платину, вместе с промывными водами (см. § 4) выпаривают досуха, сухой остаток пропаривают 2—3 раза с соляной кислотой, растворяют в небольшом количестве воды и обрабатывают избытком хлористого аммония (см. § 3).

Полученный осадок отфильтровывают, высушивают, прокаливают и взвешивают, получая таким образом вес чистой *платины* I (см. § 3).

6. К полученному после осаждения иридийской платины (см. § 3) раствору прибавляют маточный раствор после осаждения платины I и в них бросают 30 гр. совершенно чистого металлического цинка и туда же приливают серной кислоты в количестве, необходимом для растворения взятого цинка. Через 10—12 часов почти бесцветный раствор сливается через фильтр с образовавшегося осадка. (Проверить на полноту осаждения металлическим магнием). Восстановленные металлы отфильтровываются и промываются горячей водой, слабо подкисленной соляной кислотой. Фильтр с металлами сжигается в фарфоровом тигле и прокаливается в токе водорода и охлаждается в токе углекислоты.

7. Полученные металлы Pt, Ir, Rh, Ru и Au сплавляются в фарфоровом тигле с кислым сернокислым калием при темно-красном калении в течение 5 часов, избегая разложения кислого сернокислого калия (выделение паров SO_3).

По охлаждении, масса растворяется в подкисленной соляной кислотой воде. Остаток, содержащий Pt, Ir, Ru и Au отфильтровывается, высушивается, прокаливается и снова сплавляется с кислым сернокислым калием. Операция сплавления повторяется несколько раз, до тех пор, пока сплавленный $KHSO_4$, после 5-часового сплавления, не перестанет окрашиваться в желтый цвет.

Полученный раствор сульфата родия восстанавливается чистым цинком (см. § 6). Восстановленный *родий* отфильтровывается, фильтр хорошо промывается горячей водой, высушивается, сжигается, прокаливается в токе водорода, охлаждается в токе углекислоты и взвешивается.

8. Осадок Pt, Ir, Ru и Au (см. § 7) обрабатывается в разбавленной двумя частями воды царской водке (1 ч. HNO_3 , уд. в. 1,40 + 3 ч. HCl , уд. в. 1,19) на водяной бане при температуре около $50^\circ C$. Раствор сливают и приливают новую порцию царской водки. Подобную операцию повторяют до тех пор, пока царская водка не перестанет окрашиваться.

Отфильтрованный от иридия и рутения раствор платины и золота выпаривается повторно с соляной кислотой для полного удаления азотной кислоты. Остаток растворяется в воде и,

из полученного раствора, платина II осаждается хлористым аммонием (см. § 3). Вес, полученный после прокаливании хлороплатината чистой *платины II*, присоединяется к весу чистой платины I, полученной после первого осаждения.

9. Из фильтрата после осаждения платины II, золото осаждается избытком щавелевой кислоты при нагревании на водяной бане.

10. Нерастворимые в царской водке иридий и рутений (см. § 8) сплавляются в золотом или серебряном тигле с одной весовой частью едкого кали и двумя весовыми частями калиевой селитры в течение 1 часа при красном калении. Сплав выщелачивают водою и дают окиси иридия отстояться в темноте в течение 12 часов. Прозрачную жидкость сливают через фильтр и, подкислив ее соляной кислотой, восстанавливают цинком *рутений*, который далее отфильтровывают, прокалывают в струе водорода, охлаждают в струе углекислоты и взвешивают.

11. Оставшийся на фильтре осадок окиси иридия промывают сперва водою с хлористым аммонием, затем водою с азотной кислотой, сушат, прокалывают в струе водорода, охлаждают в токе углекислоты и взвешивают. Вес полученного *иридия II* присоединяют к весу иридия I, выделенного из иридийской платины (см. § 4).

III. Метод анализа шлиховой платины

предлагаемый аналитической комиссией Института АН в составе А. Т. Григорьева, С. Ф. Жемчужного, О. Е. Звягинцева, Б. Г. Карпова, (председатель) Н. С. Курбанова, В. В. Лебедиского и И. И. Подкопаева¹⁾.

Навеска в 5—10 гр. растворяется в царской водке (1 ч. HNO_3 уд. в. 1,40—3 ч. HCl уд. в. 1,19). Растворение ведется в фарфоровом стакане или колбе Эрленмейера, прикрытых часовым стеклом, на песчаной бане, сперва при слабом нагревании, под конец при кипячении. Царскую водку предпочтительно прибавлять небольшими порциями, сливая раствор и заменяя его новыми порциями царской водки до прекращения окрашивания ее. Полученный раствор выпаривают на водяной бане в фарфоровой чашке до консистенции сиропа, после чего к нему прибавляют соляной кислоты и снова выпаривают до густоты сиропа. Подобное вываривание с соляной кислотой

¹⁾ Этот метод дает содержание только благородных металлов.