

из полученного раствора, платина II осаждается хлористым аммонием (см. § 3). Вес, полученный после прокаливания 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, прокаливают 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, прокаливают 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.

производят два—три раза с целью возможно полного удаления азотной кислоты.

Полученная масса растворяется в небольшом количестве воды и фильтруется в стакан. Осадок промывается слабо подкисленной соляной кислотой водою до прекращения реакции на железо в промывных водах. Нерастворимый остаток (*осмистый иридий*, порода и проч.) высушивается и осторожно прокаливается в фарфоровом тигле, избегая высокой температуры и продолжительного нагревания, и взвешивается.

К фильтрату прибавляется по каплям раствор цианистой ртути для осаждения палладия, избегая избытка реактива. Осадок цианистого палладия промывается подкисленной соляной кислотой водою, высушивается, сильно, продолжительно прокаливается и восстанавливается в струе водорода; затем охлаждается в струе углекислоты и взвешивается. Полученный палладий растворяется в царской водке, раствор выпаривается для удаления HNO_3 , осадок растворяется в воде и палладий снова осаждается цианистой ртутью или диметилглиоксимом, уже свободный от меди и платины. Вес его после прокалывания в водороде и охлаждения в CO_2 указывает содержание *палладия*.

К раствору полученному после осаждения палладия, прибавляется насыщенный раствор или твердый хлористый аммоний до полноты осаждения, после чего прибавляется еще небольшой избыток хлористого аммония. После отстаивания, около 12 часов, раствор сливается через фильтр и осадок декантируется 2 раза насыщенным раствором хлористого аммония, затем переносится на фильтр и промывается холодным крепким раствором хлористого аммония до исчезновения реакции на железо. Фильтр с осадком во влажном состоянии переносится в фарфоровый тигель, где помещается конусом вверх и закрывается еще кусочком влажной фильтровальной бумаги. Закрытый крышкой тигель помещают высоко над горелкой, где сперва окончательно высушивают осадок, а затем очень осторожно прокалывают, постепенно опуская тигель ниже над горелкой. После того как фильтр обуглится и осадок совершенно разложится, тигель сильно прокалывают на паяльном пламени, охлаждают и взвешивают.

Полученную после прокалывания осадка *нечистую иридийную платину I* растворяют в разбавленной водою 1:5 царской водке на водяной бане при температуре около 50° . Раствор

сливают и к остатку приливают новую порцию царской водки, снова нагревают на водяной бане при той же температуре и раствор снова сливают. Подобную операцию повторяют до тех пор, пока царская водка не перестанет окрашиваться. Отстоявшуюся прозрачную жидкость сливают с осадка через фильтр, осадок переводят на фильтр и промывают слабо подкисленной соляной кислотой водою до тех пор, пока промывные воды не станут бесцветными. Фильтр с осадком высушивают, помещают в фарфоровый тигель и прокаливают, осторожно повышая температуру. Затем осадок прокаливают в струе водорода, охлаждают в струе углекислоты и взвешивают *иридий I*.

Раствор, полученный путем извлечения нечистой иридиевой платины разбавленной царской водкой, вместе с промывными водами, выпаривают досуха, сухой остаток пропаривают 2—3 раза с соляной кислотой, растворяют остаток в небольшом количестве воды и обрабатывают избытком хлористого аммония (как указано выше). Осадок хлороплатината отфильтровывают, высушивают, прокаливают и взвешивают *платину I*.

К полученному после осаждения нечистой иридиевой платины раствору прибавляют маточный раствор от осаждения чистой платины I, кладут в них чистый металлический цинк и туда же приливают серной кислоты. После восстановления платиновых металлов и могущей содержаться меди, бесцветный раствор сливают через фильтр и проверяют на полноту восстановления металлическим магнием. Восстановленные металлы быстро отфильтровываются, во избежание окисления, промываются горячей водою, слабо подкисленной соляной кислотой, прокаливаются, обрабатываются разбавленной 1:1 азотной кислотой для извлечения меди и снова отфильтровываются. Фильтр с металлами сжигается в фарфоровом тигле, прокаливается в струе водорода и охлаждается в струе углекислоты.

Полученные таким образом металлы Pt, Jr, Rh, Ru и Au сплавляются в фарфоровом тигле с 10-кратным количеством цинка под слоем шлака¹⁾ или в струе водорода в течение 1—1½ часов. По охлаждении, масса с тиглем помещается

1) Состава две части KCl + одна часть Li Cl.

в чашку и обрабатывается слабой соляной кислотой, несколько раз сливая раствор и повторяя эту операцию до прекращения растворения всего избытка цинка. Остаток сплава, содержащий Pt, Jr, Rh, Ru и Au, обрабатывают разбавленной 1:1 царской водкой, сначала на холоду, потом на водяной бане. Раствор сливают в стакан и вновь приливают разбавленную царскую водку, продолжая эту операцию до тех пор, пока царская водка не перестанет окрашиваться. Полученный раствор разбавляют водою и отфильтровывают от остатка иридия с рутением при чем в раствор переходят Pt, Rh и Au с небольшим количеством иридия. Отфильтрованный от иридия и рутения раствор платины, родия и золота и могущего перейти в небольшом количестве иридия, выпаривается повторно с соляной кислотой для возможного удаления азотной кислоты. Остаток растворяется в воде и из полученного раствора, после окисления его хлором в течение 15 минут, платина осаждается хлористым аммонием (*платина II с иридием*). Полученная после прокаливания нечистая иридиевая платина II присоединяется к полученной ранее нечистой иридиевой платине I или отдельно подвергается одинаковой с нею обработке (см. выше).

Из фильтрата, после осаждения платины II с иридием, *золото* осаждается в кислом растворе избытком щавелевокислого аммония при нагревании на водяной бане.

Фильтрат после выделения золота восстанавливается цинком, при чем выделяется *родий*, который отфильтровывается, прокаливается, в струе водорода, охлаждается в струе углекислоты и взвешивается.

Нерастворимые в царской водке иридий и рутений соединяют с иридием, полученным при обработке разбавленной царской водкой нечистой иридиевой платины I и II (см. выше) сплавляют в платиновом тигле с 10-кратным количеством соды в течение четверти часа при красном калении. Сплав обрабатывается водою с соляной кислотой, нерастворимой окиси иридия дают отстояться в темноте и прозрачную жидкость сливают через фильтр. Оранжевая окраска раствора указывает на присутствие рутения. В этом случае раствор рутената натрия отфильтровывают, осадок окиси иридия промывают подкисленной соляной кислотой водою, сушат, прокаливают в струе водорода, охлаждают в струе углекислоты и взвешивают *чистый иридий I*.

Из окрашенного фильтрата, содержащего рутений, последний восстанавливается цинком до полного обесцвечивания жидкости. Полученный осадок отфильтровывается, промывается подкисленной соляной кислотой водою, прокаливается в струе водорода, охлаждается в струе углекислого газа и взвешивается *рутений*¹⁾. Для большей уверенности в чистоте рутения рекомендуется промыть его в платиновой чашке плавиковой кислотой, снова прокалить в струе водорода, охладить в струе углекислоты и взвесить *чистый рутений*.

IV. Метод анализа шлиховой платины с определением меди и железа²⁾.

Навеска в 5 — 10 гр. обрабатывается царской водкой в закрытой колбе Эрленмейера в продолжении 12 часов при нагревании на песчанной бане до 80°. Раствор вместе с осадком переносится в фарфоровую чашку и выпаривается до густоты сиропа, затем прибавляется 25 куб. см. соляной кислоты и снова выпаривается почти досуха или по крайней мере до состояния полу-вязкой массы. Остаток обрабатывается 50 куб. см. разбавленной соляной кислоты при слабом нагревании до полного растворения хлоридов. Жидкость фильтруется и фильтр промывается подкисленной соляной кислотой водою до прекращения реакции на железо с роданистым калием в промывных водах. Фильтр с его содержимым (осмистый иридий, песок, восстановившееся золото) помещают в фарфоровый тигель и сжигают, при чем по возможности избегают высокой температуры и продолжительности прокаливания, так как многие виды осмистого иридия при этом легко окисляются с выделением осмиевой кислоты. После взвешивания остаток снова обрабатывается царской водкой для отделения золота; раствор, отфильтрованный от остатка, после кипячения с соляной кислотой, обрабатывается железным купоросом, осаждающим *золото I*, которое взвешивается в виде металла.

Остаток, состоящий из осмистого иридия и песка, помещают в маленький тигель из огнеупорной глины, предварительно

1) В случае отсутствия оранжевой окраски фильтрата из-под окиси иридия весь нерастворившийся в царской водке остаток можно считать за иридий.

2) В основу означенного метода положен метод Тюрингера.