

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*<sup>1)</sup>. 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 железа<sup>2)</sup>.

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 окис иридия весь нерастворившийся в царской водке остаток можно считать за иридий.

2) В основу означенного метода положен метод Тюрингера.

глазурованный расплавленной бурой и смешивают его с 5—6 гр. мелкого серебра; затем тигель наполняют до трех четвертей обезвоженной бурой и нагревают до сплавления серебра. Через  $\frac{1}{2}$  часа прекращают сплавление, охлаждают тигель, разбивают его, отделяют серебряный королек от шлака и очищают его 10%-ой серной кислотой. Затем королек растворяют в азотной кислоте; нерастворившийся *осмистый иридий* отфильтровывается, осторожно прокаливается и взвешивается. Разница между этими двумя взвешиваниями дает количество *песку*, которое было применено к осмистому иридию.

Фильтрат от осмистого иридия, соединенный с промывными водами, выпаривается до вязкой массы в высоком стаканчике, затем повторно выпаривается с крепкой соляной кислотой для полного удаления азотной кислоты и полученный остаток растворяется в горячей воде. Раствор доводится водою до объема в 30 куб. см. и в теплую ( $40^\circ$ ) жидкость на воздушной бане пропускается струя хлора в продолжении  $\frac{1}{2}$  часа. На воздушной же бане раствор снова выпаривается до густоты сиропа при температуре  $38—42^\circ$ , переходить которую ни в коем случае не допустимо<sup>1)</sup>. Остаток растворяется в воде, и к раствору, нагретому до  $30^\circ$ , прибавляется небольшими порциями 28—30 гр. хлористого аммония. Через 2 дня жидкость с осадка сливается через фильтр и осадок промывается декантацией насыщенным на холоду раствором хлористого аммония и затем переносится на фильтр, где промывается тем же раствором до исчезновения в промывных водах реакции на железо с роданистым калием. Затем осадок промывается небольшим количеством крепкого алкоголя, алкогольный фильтрат выпаривается досуха, сухой остаток растворяется в воде и раствор присоединяется к первому фильтрату. Фильтр с осадком весьма осторожно прокаливается в фарфоровом тигле. Полученная губка подвергается обработке слабой соляной кислотой при нагревании на водяной бане для извлечения из нее следов железа, затем снова отфильтровывается, промывается и в том же тигле прокаливается в токе водорода, охлаждается в токе углекислоты и

<sup>1)</sup> Такой способ обработки раствора имеет целью с одной стороны получить весь иридий в виде  $\text{IrCl}_4$  и избежать восстановления золота, а с другой стороны, — воспрепятствовать образованию некоторых основных солей.

взвешивается. Взвешенная губка далее обрабатывается слабой царской водкой (1:5) в фарфоровой чашке при температуре не выше 50°, при чем чашка должна быть закрыта стеклом во избежании сгущения кислоты. Окрашенная жидкость сливается, приливается свежая порция царской водки и снова нагревается не выше 50°. Такое извлечение повторяется до тех пор, пока последняя порция царской водки после 12 часов действия не останется совершенно бесцветною. Остающийся нерастворимый осадок отфильтровывается, промывается 1%-ным раствором соляной кислоты, прокаливается в струе водорода и, по охлаждении в атмосфере углекислого газа, взвешивается (*иридий I*). Из полученного раствора в слабой царской водке, платина осаждается хлористым аммонием, как указано выше, осторожно прокаливается и взвешивается (*платина I*)<sup>1</sup>.

Фильтрат после осаждения окисленных хлором платины и иридия, содержащий все элементы, кроме иридия и платины, нагревают на водяной бане и приливают к нему 0,7—1 гр. диметилглиоксима, растворенного в кипящей воде. Нагревание продолжают до образования осадка желтого или буро-желтого цвета в зависимости от отсутствия или присутствия в нем золота (а иногда и следов платины). Фильтруют, промывают осадок слегка подкисленной HCl волоку, сушат и сжигают его во взвешенном фарфоровом тигле. Прокаливает в токе водорода, охлаждают в токе углекислоты и взвешивают *палладий и золото*<sup>2</sup>). Губка, полученная таким образом, растворяется в нескольких каплях царской водки, выпаривается несколько раз с крепкой соляной кислотой, остаток растворяется в воде,

---

1) Полезно вторично ее растворить в слабой царской водке, чтобы убедиться в полноте отделения иридия и палладия (*платина I-a, иридий I-a*).

2) Если содержание палладия велико, то выделенный палладий необходимо растворить в разбавленной 1:1 царской водке с прибавкой нескольких капель перекиси водорода, выпарить досуха с соляной кислотой, извлечь остаток каплей соляной кислоты и небольшим количеством воды и снова осадить *палладий II* раствором диметилглиоксима. Некоторое количество платины, которое могло быть увлечено при первом осаждении, теперь будет находиться в фильтрате и может быть выделено из него обычным путем выпаривания с прибавлением HNO<sub>3</sub>, прокаливания, растворения в царской водке и осаждения хлористым аммонием (*платина II*).

к раствору прибавляется 1—2 гр. щавелевокислого аммония и нагревается до 60° на воздушной бане. Через 4—6 часов выделившееся *золото II* фильтруется, промывается сначала водой, подкисленной серной, а затем соляной кислотой, высушивается, прокаливается и взвешивается в виде металла<sup>1)</sup>.

К фильтрату от осаждения палладия (и золота) диметилглиоксимом, к которому присоединены фильтраты: 1) от осаждения платины I и 2) от осаждения золота II, прибавляется 50 гр. чистого цинка и 50 куб. см. крепкой соляной кислоты и сосуд тщательно закрывается стеклом. По окончании восстановления (не менее, как через 5—6 часов), полученный осадок быстро отфильтровывается от совершенно бесцветного раствора и промывается до исчезновения реакции на хлор в промывных водах. После высушивания и сжигания фильтра, осадок прокаливается около 3 часов во взвешенном фарфоровом тигле. Прокаленный черный металлический порошок растирается в стеклянной ступке и нагревается в фарфоровой чашке с 50% азотной кислотой и, после 2-часовой обработки, остаток отфильтровывается и промывается. Азотнокислый раствор, содержащий медь (и иногда следы родия), выпаривается досуха и сухой остаток выпаривается с крепкой соляной кислотой. Сухой остаток растворяется в воде и, по прибавлении избытка раствора серной кислоты, *медь* осаждается в виде  $\text{Cu}(\text{CNS})_2$ , которая фильтруется через тигель Гуча и, после высушивания при 110°, прокаливается. Фильтрат от роданистой меди выпаривается досуха и остаток осторожно обрабатывается сначала азотной, а затем соляной кислотой, чтобы разрушить роданистую соль; затем остаток растворяется в воде и восстанавливается цинком и соляной кислотой. Если при этом выделяется осадок восстановленного родия, то он отфильтровывается, прокаливается и присоединяется к остатку, нерастворимому в азотной кислоте. Остаток, нерастворимый в азотной кислоте, после прокалывания в токе водорода, сплавляется с 10-кратным по весу количеством чистого цинка. Сплавление ведется в фарфоровом тигле под слоем смеси солей  $\text{KCl}$  (1 ч.) и  $\text{LiCl}$  (1 ч.)<sup>2)</sup>, в течение 1—1½ часа. По окон-

<sup>1)</sup> Вес его прибавляют к полученному ранее *золоту I*.

<sup>2)</sup> Настоящая смесь солей может быть заменена смесью  $\text{BaCl}_2 + \text{KCl} + \text{NaCl}$  (в равных по весу количествах) или смесью 2 ч.  $\text{NaCl}$  и 1 ч.  $\text{CaCl}_2$  (безводный, плавленный).

чании сплавления сплав обрабатывается разбавленной (1:1) соляной кислотой для удаления избытка цинка, полученный раствор сливается с осадка, последний промывается декантационной горячей водою и растворяется в царской водке<sup>1)</sup>. Полученный раствор насыщается хлористым аммонием (30 гр. соли на 100 куб. см. раствора) и спустя 12 часов фильтруется. Если на фильтре получится осадок хлороиридата (*иридий III*), его промывают раствором хлористого аммония, высушивают, прокаливают и присоединяют к ранее полученному иридию.

Из фильтрата после выделения иридия III, восстановлением цинком в кислом растворе выделяется *родий*, который промывается, высушивается, прокаливается в токе водорода (в течение  $1\frac{1}{2}$  часа), охлаждается в токе углекислоты и взвешивается.

Определение железа производится в фильтрате, полученном после восстановления цинком родия, меди и иридия, для чего этот фильтрат доводят до известного определенного объема, берут от него известную часть, окисляют ее кипячением с азотной кислотой, усредняют избыток кислоты содой и дважды осаждают железо уксуснокислым натрием, как обыкновенно. Осадок основной уксуснокислой соли промывают, снова растворяют в соляной кислоте и вновь осаждают железо аммиаком. Взвешивание *железа* производится в виде окиси.

#### V. Метод полного анализа шпиховой платины<sup>2)</sup>.

Навеска в 5—10 грамм растворяется в царской водке (1 ч.  $\text{HNO}_3$  уд. в. 1,40—3 ч.  $\text{HCl}$  уд. в. 1,19). Растворение ведется в фарфоровом стакане или колбе Эрленмейера, закрытых 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

<sup>1)</sup> Если останется нерастворимый остаток (*иридий II*), его отфильтровывают, прокаливают в токе водорода, охлаждают в токе углекислоты, взвешивают и вес его присоединяют к весу полученного ранее *иридия I*.

<sup>2)</sup> Настоящий метод является комбинированным методом Лейдье-Кеннессена и аналитической комиссии Платинового Института. Пригоден для определения всех металлов, составляющих шпиховую платину.