

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 водке¹⁾. 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 $\frac{1}{2}$ 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 платины²⁾.

Навеска в 5—10 грамм 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, 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

¹⁾ 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*.

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

прибавляют соляной кислоты и снова выпаривают до густоты сиропа. Такое выпаривание с соляной кислотой повторяют два—три раза для возможно полного удаления азотной кислоты.

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

К нагретому до 30—40° фильтрату прибавляется небольшими порциями от 7½ — до 15 гр. (в зависимости от величины взятой навески) твердого хлористого аммония, что отвечает 1,5 гр. NH_4Cl на 1 гр. взятой платины. Через 12 часов осадок хлороплатината (содержащий примесь Ir и Ru) отфильтровывают, промывая сперва декантацией, а затем на фильтре крепким раствором NH_4Cl до исчезновения в промывных водах реакции на железо. Промытый осадок во влажном состоянии на фильтре переносится в фарфоровый тигель, где фильтр помещается конусом вверх и накрывается еще кусочком влажной фильтровальной бумаги. Закрытый крышечкой тигель помещают высоко над горелкой, где сперва высушивают фильтр с осадком, а затем осторожно прокаливают, постепенно опуская тигель над горелкой. После того, как фильтр обуглится и осадок совершенно разложится, тигель сильно прокаливают на паяльном пламени. Полученную после прокаливания металлическую губку сперва разваривают в разбавленной 1:1 соляной кислоте для извлечения железа, а затем растворяют в разбавленной 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. Остаток отфильтровывается, промывается слабо подкисленной соляной кислотой водкой, прокаливается в струе водорода, охлаждается в струе углекислоты и взвешивается *иридий I*.

Раствор, полученный путем обработки платиновой губки царской водкою, после отфильтровывания нерастворимого иридия (с примесью Ru) и после повторного выпаривания с HCl , обрабатывается избытком NH_4Cl (1,5 гр. соли на 1 гр.

платиновой губки). Полученный осадок хлороплатината промывается и прокаливается, как это указано выше, и, по охлаждении, взвешивается *платина I*.

Фильтрат из-под платины I присоединяется к фильтрату, полученному после первого выделения главной массы платины (с примесью иридия и рутения) и обрабатывается избытком концентриров. азотной кислоты при нагревании на песчаной бане до полного разрушения хлористого аммония, после чего выпаривается досуха. Остаток растворяется в воде, раствор нагревается до 80—100° и к нему очень осторожно, небольшими порциями, прибавляется твердый NaNO_2 до нейтральной реакции, после чего прибавляют соды до ясно щелочной реакции, смесь нагревают до кипения и еще горячей фильтруют. На фильтре остается золото и неблагородные металлы; в фильтрате — Rh, Pd, Ir, Pt и Ru. Осадок на фильтре обрабатывают горячей разбавленной 1:5 соляной кислотой до исчезновения в промывных водах реакции на железо; фильтр высушивают сжигают, прокалывают и взвешивают *золото*.

В фильтрате от золота определяют неблагородные металлы — Fe, Cu, Ni, Pb и др. — обычными методами. Раствор, содержащий нитриты платиновых металлов (Rh, Ir, Ru, Pt и Pd), осторожно разлагают соляной кислотой, доводя под конец смесь до кипения, выпаривают до суха и обрабатывают дымящейся HCl. Выпавший хлористый натрий отфильтровывается через хорошо промытый HCl азбест и промывается на фильтре крепкой соляной кислотой до полного обесцвечивания. Полученный раствор выпаривается почти до суха, обрабатывается конц. HCl и снова выпаривается. Подобную обработку повторяют для полноты удаления HNO_3 два—три раза. Остаток растворяют в воде и к полученному раствору прибавляют 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 углекислого газа и взвешивается *палладий*.

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, через 12 часов, раствор сливается через фильтр и осадок декан-

тируется 2 раза насыщенным раствором хлористого аммония, затем переносится на фильтр и промывается холодным крепким раствором хлористого аммония. Фильтр с осадком осторожно сжигается и остаток прокаливается. Полученная губка растворяется в разбавленной 1:5 царской водке на водяной бане при температуре около 50°, сливая раствор и заменяя его новой порцией царской водки и повторяя эту операцию до тех пор, пока царская водка не перестанет окрашиваться. Остаток содержит иридий с примесью рутения; он отфильтровывается, промывается подкисленной HCl водою, прокаливается в струе водорода, охлаждается в струе CO₂ и взвешивают *иридий II*.

Из раствора, полученного путем обработки металлической губки царской водкой, хлористым аммонием осаждается как обычно *платина II*.

Раствор, полученный после предпоследнего осаждения платины (из фильтра от цианистого палладия), смешивается с фильтратом от платины II и восстанавливается цинком до полного обесцвечивания. По окончании восстановления (не менее, как через 5—6 часов) полученный осадок быстро отфильтровывается и промывается горячей водою до исчезновения реакции на хлор в промывных водах. После высушивания и сжигания фильтра, осадок сильно прокаливается в течение 2 часов, прокаливается в токе водорода, охлаждается в токе CO₂ и сплавляется в фарфоровом тигле с 10-кратным по весу количеством цинка под слоем смеси солей KCl (1 ч.) + LiCl (1 ч.) (или в токе водорода) в течение 1—1½ часов. По окончании сплавления сплав обрабатывается слабой соляной кислотой для удаления избытка цинка, полученный раствор сливается с осадка, последний промывается декантацией горячей водою и растворяется (осторожно) в царской водке¹⁾. Раствор обрабатывают избытком твердого хлористого аммония и, в случае образования черного осадка, ему дают отстояться 12 часов, сливают раствор через фильтр, промывают осадок сперва декантацией, затем на фильтре насыщенным раствором NH₄Cl, прокалывают в токе водорода, охлаждают в токе CO₂ и взвешивают *иридий IV*.

Иридий I, II, III и IV соединяют и сплавляют в платиновом тигле с 10-кратным количеством соды в течение ¼ часа при

¹⁾ Если останется нерастворимый остаток (*иридий III*), его отфильтровывают, прокалывают в токе водорода, охлаждают в токе CO₂ и взвешивают.

красном калении. Сплав обрабатывается подкисленной HCl водою и осадку окиси иридия дают отстояться в темноте. Осадок отфильтровывается, промывается слабо подкисленной HCl водою, сушится, прокаливается в струе водорода, охлаждается в струе углекислоты и взвешивается *иридий*. Оранжевый раствор, содержащий рутений, восстанавливается цинком до полного обесцвечивания и полученный осадок отфильтровывается, промывается подкисленной HCl водою, прокаливается в струе водорода, охлаждается в струе углекислоты и взвешивается *рутений*. Для большей уверенности в чистоте рутения рекомендуется промыть его в платиновой чашке плавиковой кислотой, снова прокалить в струе водорода, охладить в струе углекислого газа и снова взвесить *чистый рутений*.

Фильтрат от иридия III восстанавливают цинком до полного обесцвечивания, промывают осадок горячей водою сперва декантацией, а затем на фильтре до исчезновения в промывных водах реакции на хлор, прокалывают осадок в токе водорода, охлаждают в токе CO₂ и взвешивают *родий*.

VI. Метод анализа «первого нерастворимого остатка», получающегося после растворения штиховой платины в царской водке,

выработанный Аналитической Комиссией при Институте для изучения Платины и др. благородных металлов, в составе С. Ф. Жемчужного, О. Е. Звягинцева, Б. Г. Карпова, В. В. Лебединского и Н. И. Поднопаева.

Взятую навеску в 2 — 3 грамма прежде всего обрабатывают несколько раз кипящим раствором уксуснокислого аммония с целью извлечения сернокислого свинца, который в нем может находиться. Остаток отфильтровывается, промывается водою, подкисленной азотной кислотой и высушивается; осадок снимается с фильтра, фильтр сжигается отдельно; все соединяется вместе, прокаливается при возможно более низкой температуре и взвешивается. Потеря в весе дает содержание *сернокислого свинца*.

После обработки уксуснокислым аммонием и взвешивания, остаток обрабатывается несколько раз горячим аммиаком с целью извлечения хлористого серебра, который может в нем заключаться.

Высушенный и прокаленный остаток вторично взвешивается. Разница в весе указывает содержание *хлористого серебра*.