

Об анализах иридия.

О. Е. Звягинцева.

В аналитической практике иридий довольно редкий металл и методов анализа его различной степени чистоты в литературе почти нет. В прошлом, 1925 году, Платиновому Институту пришлось анализировать иридий, полученный Н. К. Пшеницыным и С. Е. Красиковым по выработанному ими способу, а также делались анализы иридия, выпускаемого Государственным Аффинажным заводом в Свердловске.

Мною был проделан ряд анализов иридия, причем порядок анализа был принят, как описано ниже. Он скомбинирован из реакций и операций, рекомендованных Гиббсом ¹⁾, СенКлер-Девилем ²⁾, Джилкристом ³⁾ и др. Кроме того делались предварительные испытания путем сплавления с серебром, как это обычно принято в аналитической практике и сплавлением с содой, насколько мне известно, еще не описанным в литературе.

Предварительное испытание на присутствие палладия, платины и неблагородных примесей производится сплавлением навески иридия (1—2 грамма) с десятикратным количеством серебра под слоем буры и растворением сплава в азотной кислоте. Раствор, в случае присутствия в нем платины или палладия — желтый; его разбавляют 10 ч. воды, постепенно помешивая прибавляют соляной кислоты для осаждения серебра и осадок отфильтровывают. Фильтрат вместе с промывными водами выпаривают в воде и определяют платину и палладий обычным путем. Операцию сплавления с серебром и растворения в азотной кислоте необходимо повторить 1—2 раза. Нерастворившийся в азотной кислоте осадок высушивают, прокалывают в водороде и взвешивают. Вес показывает содержание иридия, с возможной примесью родия.

Содержание неблагородных примесей можно определить из разности весов иридия, платины и палладия и взятой навеской.

Содержание платины всегда получается несколько ниже истинного.

1) W. Gibbs. Amer. Journ. of Science [2], 34, 346. 1862.

2) Procés-verbaux du Comité intern. d. Poids et mesures, s. d. 1817, p. 162.

3) Journ. Amer. Ch. Soc. 45. 1923.

Предварительное испытание на *железо* и *рутений* производится так: навеска иридия 2—3 гр. сплавляется с чистой содой, сплав выщелачивается водой. В водном растворе находится рутений; его осаждают слабым подкислением раствора азотной кислотой. Остаток после выщелачивания водой обрабатывается разбавленной соляной кислотой при нагревании; в солянокислом растворе железо определяют обычным путем. Полученный результат несколько ниже истинного, даваемого полным анализом.

Предварительное испытание на присутствие железа, а так-же родия, можно производить путем продолжительного сплавления с KHSO_4 , но отрицательный результат испытания не дает гарантии отсутствия родия.

Анализ производился следующим путем: навеска 7—10 (при более чистом продукте больше) прокаливалась в тигле Розе в струе водорода, охлаждалась в струе углекислоты и взвешивалась: разница в весах показывала содержание *кислорода* и др. летучих веществ (вода, NH_4Cl).

Иридий тщательно перемешивался с 3-кратным количеством перекиси бария, помещался в никкелевый тигель и прокаливался при температуре темно красного каления часа $1\frac{1}{2}$ —2. Затем спекшаяся масса обрабатывалась горячей водой, растворялась в царской водке. Нерастворившаяся часть снова сплавлялась с перекисью бария и т. д. до полного растворения иридия. Нерастворившийся остаток *кремнезема* взвешивался ¹⁾. Раствор иридия выпаривался для удаления азотной кислоты, растворялся в большом (до 1 литра) количестве воды и прибавлялась серная кислота, понемногу при сильном помешивании, для осаждения бария; при этом не должно быть введено избытка H_2SO_4 . Сернокислый барий отфильтровывался и к раствору прибавляли азотистокислого натра, NaNO_2 , порциями при нагревании и помешивании до тех пор пока раствор становился желтым или оранжевым. Этот раствор нейтрализовался двууглекислой содой (при этом полезно прибавить небольшой избыток соды) и кипятился. После стояния из раствора выпадает осадок гидрата окиси железа ²⁾, др. неблагор. металлов и золота. Он

¹⁾ Определение кремнезема имеет смысл только тогда, когда перекись бария свободна от нее; обычно этого не бывает.

²⁾ Железо может также содержать Ni (из тигля), который нужно отделить от железа.

отфильтровывался и, далее, анализировался обычными путями. К фильтрату, после нейтрализации соляной кислотой, нагретому до кипения, прибавлялось при помешивании несколько кристалликов сернистого натра и он кипятился в течение нескольких минут, затем его оставляли стоять до полного остывания. Осадок сернистых металлов содержал платину, родий, палладий, рутений и проч., а также небольшое количество иридия. Следует избегать класть сернистый натр в холодный раствор и потом медленно нагревать, так как при этом количество выпавшего иридия будет более значительно. Осадок отфильтровывался, нитрит в растворе разрушался выпариванием с соляной кислотой и иридий осаждался в виде K_2IrCl_6 или NH_4IrCl_6 , а невысадившийся доосаждался из раствора магнием.

Сернистый осадок высушивался и далее анализировался по одному из способов, применяемых к сырой платине или „осажденным металлам“¹⁾. Разделение иридия и родия я вел путем сплавления со свинцом²⁾.

Такой способ анализа позволял определять сотые доли % примесей к иридию. Железо определялось легко и довольно точно, если реагенты и никкелевый тигель от него свободны.

Результаты анализов:

1. Иридий, получ. сотр. Платинового Института Н. К. Пшеницыным и С. Е. Красиковым по предположенному ими способу — технический

Pt	0,19%
Pd	0,12
Fe	0,2
Cu	следы.

2. Иридий, получ. ими же тем-же способом — химически чистый (анализировал Б. Г. Карпов)

Rh	следы,
--------------	--------

других примесей не обнаружено.

1) См. Труды Платинового Ин-та по анализу в вып. IV этих Известий, стр. 340—354 (1926).

2) Можно пользоваться также сплавлением с цинком или с висмутом.

3. Иридий Государственного Аффинажного Завода в Свердловске.

Fe	0,40%
Rh	0,02
Pt	нет.
Ru	нет.

Потери при прокаливании в водороде — 0,93%.

4. То же. От другой партии:

Fe	0,39%
Ru	следы
Rh, Pt	нет.

Потеря при прокалив. в водороде — 0,85%.

Потери при прокаливании в водороде, разумеется, должны приниматься во внимание при оценке продукта, но сами по себе они не являются вредными. Чтобы выделить и подчеркнуть *высокие качества русского иридия* привожу для сравнения анализ продажного иридия германской фирмы Гереус:

5.

Fe	0,33%
Ru	0,36
Cu и Ni	следы
Pt и Rh	не обнаружено.

Потери при прокаливании в водороде — 0,09%.

Кроме иридия этот метод был применен к некоторым полупродуктам, богатым иридием.

6. Хлороиридат аммония неочищенный:

Fe	0,01%	Pd	нет
BaSO ₄	1,68	Ru	нет
Rh	0,08	Ir	43,23%
Pt	0,70		