

как некоторые окислы иридия относительно летучи. Иногда во время плавки появляется дым, что указывает на присутствие рутения, который был плохо отделен. Расплавленный иридий выливают в воду и получают его в виде отдельных капель (гранулируют).

### Аналитическое отделение меди от платиновых металлов<sup>1)</sup>.

Wm. H. Swanger и E. Wichers.

Реферировал С. З. Макаров.

В Лаборатории Американского Бюро Штандартов Н. Swanger'ом и E. Wichers'ом было установлено, что прокаленные сульфиды, полученные при анализе сырой платины и платиновых сплавов осаждением, содержащих медь благородных металлов, сероводородом, после выщелачивания их азотной кислотой, содержат еще Cu вместе с нерастворимыми в  $\text{HNO}_3$  Pt, Ir, Rh. Поставленные опыты имели целью выяснение величины ошибок, возникающих вследствие неполноты извлечения меди, разведенной 1 : 1 азотной кислотой из прокаленных сульфидов.

Результаты наблюдений сведены в следующей таблице, в которой все данные относятся к постоянной примеси меди (0,050 г) к раствору благородных металлов.

№№ опытов	Раствор. благород. металл.	Вес благородных металлов г	Вес остатка г	Привес за счет меди
1	Au	0,0500	0,0512	0,0012
2	Au	0,0500	0,0519	0,0019
3	Pt	0,0500	0,0524	0,0024
4	Pt	0,0500	0,0519	0,0019
5	Ir	0,0496	0,0496	—
6	Ir	0,0496	0,0498	—
7	Rh	0,0532	0,0785	0,0253
8	Rh	0,0532	0,0781	0,0249
9	Rh	0,0266	0,0422	0,0156
10	Rh	0,0266	0,0429	0,0163

<sup>1)</sup> Journ. Am. Chem. Soc. 46 (1924), 1814—1818. Реферат по переводу, сделанному Научно-Испыт. Лаб. Гос. Аффинажного Завода.

Было замечено также частичное растворение в  $\text{HNO}_3$  металлов Pt и Rh. Таким образом обработка платиновых металлов и меди азотной кислотой для количественного определения Cu оказалась неприменимой.

Попытки извлечения Cu из прокаленных сульфидов металлов 3%-ной  $\text{H}_2\text{O}_2$  — также дали отрицательные результаты. Осажденную в присутствии платиновых металлов сероводородом медь 3%-ной перекисью водорода не удавалось полностью извлечь и из непрокаленных сульфидов: раствор содержал Ir с небольшим количеством других Pt-металлов. Тем не менее этот способ лучше, чем обработка непрокаленных сульфидов азотной кислотой и бромной водой.

Сравнительно хорошие результаты дает метод осаждения Cu роданистым аммонием из раствора, предварительно насыщенного  $\text{SO}_2$ . Медь, в этом случае, выпадает в виде  $\text{CuCNS}$ , но осадок сильно загрязнен платиновыми металлами и для получения вполне чистого  $\text{CuCNS}$  — осаждение необходимо повторять.

Указанный метод был предложен Rivat<sup>1)</sup> и исследовался Parr<sup>2)</sup>, Van Name<sup>3)</sup> и Demorest<sup>4)</sup>.

По испытании указанных выше методов выделения Cu выработан следующий прием выделения Cu из раствора, содержащего несколько грамм платиновых металлов и не более 0,1 г меди на каждые 150—250 см<sup>3</sup>: исследуемый раствор обрабатывается, до появления запаха сернистого газа, при получасовом нагревании на водяной бане порциями по 20 см<sup>3</sup> насыщенным раствором  $\text{SO}_2$ . Избыток его нейтрализуется концентрированной  $\text{HCl}$  и, затем, по каплям в охлажденном растворе Cu осаждается 2% раствором  $\text{NH}_4\text{CNS}$  (насыщенн.  $\text{SO}_2$ ), в количестве до 10 см<sup>3</sup> на 0,05 г Cu. Полученная таким образом  $\text{CuCNS}$ , загрязненная платиновыми металлами, оставляется в покое на 4—12 часов, фильтруется, промывается холодным, слабым раствором  $\text{NaCl}$  и вместе с фильтром обрабатывается на водяной бане, разведенной 1 : 3  $\text{HNO}_3$  до растворения. Волокна бумаги отфильтровываются и Cu осаждается вторично. Содержащие платиновые металлы фильтраты соединяются вместе.

1) Rivat, Comp. Rend. **38**, 868 (1854).

2) Parr, Journ. Am. Chem. Soc. **22**, 685 (1900).

3) Van Name, Zeit. f. An. Ch., **26**, 230 (1901).

4) Demorest, Journ. Ind. Eng. Chem., **5**, 215 (1913).

Промывание белого  $\text{CuCNS}$  производится слабым раствором  $\text{NH}_4\text{Cl}$  или  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ . Фильтр с осадком  $\text{CuCNS}$  сжигается в фарфоровом тигле в атмосфере водорода, накаливается в воздухе, восстанавливается водородом и  $\text{Cu}$  по охлаждении в эксикаторе, взвешивается. Результаты определений  $\text{Cu}$  в виде  $\text{CuCNS}$  приведены на следующей таблице:

№№ опытов	В исходном растворе г	Выделено $\text{Cu}$ г
1	Rh — 0,0266	1 . . . 0,0496
	Cu — 0,0500	2 . . . 0,0496
		3 . . . 0,0495
		4 . . . 0,0495
		Среднее 0,0495
2	Rh — 0,0500	1 . . . 0,0493
	Ir — 0,0250	2 . . . 0,0491
	Pd — 0,0250	3 . . . 0,0502
	Pt — 0,0250	4 . . . 0,0505
	Cu — 0,0500	5 . . . 0,0503
	Среднее 0,0499	