

Н. К. ПШЕНИЦЫН и С. Е. КРАСИКОВ

К МЕТОДУ ПОЛУЧЕНИЯ ЧЕТЫРЕХХЛОРИСТОГО ПРИДИЯ

Вокелен (1814) описал метод получения четыреххлористого иридия, заключающийся в действии хлора при низкой температуре на хлороиридат аммония. Этот метод в последующие годы был неоднократно применен рядом авторов (Римбах и Кортен, Гутбир, Велер и Штрейхер, Краус и Герлах и др.) с целью получения тетрахлорида, служившего им исходным материалом для получения равнообразных соединений иридия.

Рядом опытов (с различными количествами хлороиридата, лоходившими до 150 г) нам удалось выяснить, что разложение хлороиридата аммония хлором в водном растворе можно вести при обычной комнатной температуре без опасения образования хлористого азота. В целях увеличения скорости разложения хлороиридата аммония хлором, были поставлены опыты получения тетрахлорида при более высоких температурах. Образование хлористого азота, сопровождавшееся взрывами, наблюдалось нами лишь при хлорировании иридата аммония в условиях нагревания реакционной смеси на кипящей водяной бане. Разложение хлороиридата аммония с целью получения тетрахлорида иридия производилось следующим образом: взятый для разложения хлороиридат аммония помещался вместе с 10-кратным количеством (по весу) воды в склянку Дрекселя; при этом значительная часть хлороиридата остается не растворенной. Примененный для разложения хлор тщательно промывался водой с целью поглощения хлорного железа. Чтобы предотвратить возможность попадания в реакционную смесь твердых частичек, образующихся при разрушении хлором каучуковых трубок, употребляющихся для соединения стеклянных частей, непосредственно перед склянкой Дрекселя был припаян стеклянный фильтр. Через раствор, при обычной комнатной температуре пропускался медленный ток хлора, при чем реакционная смесь для перемешивания время от времени взбалтывалась. Конец реакции может быть замечен по исчезновению осадка хлороиридата аммония. Полученный интенсивно окрашенный раствор переливался из склянки Дрекселя в поместительную колбу и прогревался для удаления растворенного хлора, после чего раствор по фильтрованию выпаривался на водяной бане, так как при выпаривании раствора тетрахлорида в вакуум-

эксикаторе получается настолько легко расплывающаяся на воздухе масса, что анализ ее представляется довольно затруднительным. Полученная при выпаривании темнокоричневая масса, образующая при застывании длинные игольчатые кристаллы, высушивалась в эксикаторе над серной кислотой и NaOH. Полученный таким образом продукт все же довольно легко расплывается на воздухе, чрезвычайно хорошо растворяется в воде и в этиловом и метиловом спирте.

При растворении тетрахлорида в этиловом спирте не должно оставаться нерастворимого остатка; присутствие последнего указывает на неполноту разложения взятого для реакции хлороиридата аммония. При хранении тетрахлорида в обычных условиях температуры над серной кислотой он постепенно разлагается с выделением хлора.

Состав тетрахлорида, приготовленного по вышеописанному методу не отвечает точно формуле IrCl_4 , на что указывалось и ранее различными исследователями. Т. Н. Томсон получил четыреххлористый иридий в виде тетраэдров, содержащих 44.26% Ir и 2.62% H_2O .

Делепин на основании своих исследований приписывает тетрахлориду общую формулу $\text{IrCl}_{3.84}(\text{HCl})_{1.66}(\text{H}_2\text{O})_{4.6}$. Это обстоятельство подтверждается также и наблюдениями Велера, указывающего на невозможность получения безводного хлорида IrCl_4 без его разложения.

Анализ двух различных образцов полученного продукта дал следующие результаты:

I Образец		Получено Ir	AgCl
Навеска 1)	0.4680 г	0.1814 г	0.7778 г
" 2)	0.2583	0.1008	0.4290
		1) Ir — 38.8%; Cl — 41.11%	
		2) Ir — 39.03%; Cl — 41.10%	
II Образец		Получено Ir	AgCl
Навеска	0.1325 г	0.0607 г	0.2134 г
		Ir — 45.81%; Cl — 39.84%	

Метод Вокелена при хлорировании иридата аммония в условиях обычной комнатной температуры является чрезвычайно удобным для получения тетрахлорида иридия, представляющего собой весьма ценный исходный материал при получении разнообразных соединений иридия.