

Н. К. ПШЕНИЦЫН и С. Е. КРАСИКОВ

К ВОПРОСУ О ПОЛУЧЕНИИ ЧИСТОГО ГИДРАТА ДВУОКСИ ИРИДИЯ

Удобным исходным материалом для получения гидрата двуокиси иридия могут служить как щелочные хлороиридаты и иридиты, так и раствор хлорного иридия. Однако, получение чистого гидрата двуокиси иридия является затруднительным, вследствие того обстоятельства, что выпадающий при действии щелочи на водные растворы этих соединений осадок легко адсорбирует некоторое количество как едкой щелочи, так и щелочного хлорида, являющегося продуктом реакции. Получение химически чистого гидрата двуокиси иридия из тетрахлорида иридия, точно отвечающего по своему составу формуле $\text{Ir}(\text{OH})_4$, было произведено впервые Краусом и Герляхом.¹ Эти исследователи поступали следующим образом. Раствор четыреххлористого иридия повторно выпаривался с водой для удаления большей части соляной кислоты и по разбавлении водой к нагретой до кипения жидкости осторожно прибавлялся раствор едкого калия. Раствор вместе с осадком поддерживался некоторое время при температуре кипения для окисления образовавшихся низших окислов иридия. Полученный осадок $\text{Ir}(\text{OH})_4$ промывался водой, затем спиртом и высушивался в вакуум-эксикаторе.

Произведенные нами опыты по получению гидрата двуокиси иридия вышеописанным способом показывают, что получаемое таким образом соединение является действительно свободным от щелочи и хлора и точно отвечает формуле $\text{Ir}(\text{OH})_4$. Нами были поставлены опыты по выяснению возможности получения чистого гидрата двуокиси иридия из других материалов. Как показывает выполненное с этой целью исследование наиболее пригодным для этого материалом, вследствие его большой доступности, является хлороиридат калия. При осторожном действии едкого калия на раствор этого соединения получается чистый гидрат двуокиси иридия. Для его получения применялась следующая методика: к навеске хлороиридата калия, помещенной в объемистый сосуд приливалось 10-крат-

¹ Zeitschr. f. anorg. Chem., 143, 1925, 125. См. также 2-й отдел настоящего сборника.

ное по весу количество дистиллированной воды, раствор с осадком нагревался на водяной бане и к нему постепенно прибавлялся 10% раствор едкого калия, в количестве несколько превышающем вычисленное по теории. При этом хлороиридат калия постепенно растворяется, окраска раствора в начале темнокраснокоричневая постепенно переходит в оливковозеленую, вследствие восстановления иридия до трехвалентного состояния, при дальнейшем прибавлении щелочи цвет раствора становится темносиним, благодаря образованию гидрата двуокиси иридия. По прибавлении всей щелочи раствор вместе с осадком нагревается в течение некоторого времени на водяной бане для окисления образовавшихся низших окислов иридия и коагуляции осадка гидрата двуокиси иридия. Освобождение осадка гидрата двуокиси иридия от адсорбированных щелочей выполнялось многократным промыванием путем декантации, после чего осадок переносился на фильтр, где промывался водой, водным спиртом и, наконец, чистым спиртом.

При промывании осадка на фильтре последний, переходя частично в коллоидное состояние проходит через фильтр, с чем не следует считаться при получении чистого препарата, так как прошедший сквозь фильтр осадок окиси может быть собран отдельно от главной массы. Промытый спиртом и высушенный на воздухе препарат теряет при сушении в вакуум-эксикаторе 5.12% H_2O . Полученный воздушно-сухой гидрат двуокиси иридия почти не растворяется в крепкой серной и азотной кислоте и несколько переходит в раствор при действии концентрированной соляной кислоты. При нагревании с концентрированной соляной кислотой дает синий раствор и при действии царской водки при нагревании образует коричневый раствор тетрахлорида иридия.

При нагревании, осажденного из горячего раствора и высушенного на воздухе, осадка гидрата двуокиси иридия в токе CO_2 или на воздухе наблюдается явление рекалесценции, что стоит в некотором противоречии с наблюдениями Розе и других исследователей, наблюдавших это явление для окислов других металлов, только в том случае если они были выделены на холоду.

Определение иридия в препарате высушенном в вакууме-эксикаторе дали следующие результаты:

Навеска $Ir(OH)_4$	Получено Ir	%Ir
0.3050 г	0.2253 г	73.87%
0.1943	0.1434	73.80
0.2073	0.1535	74.05

Теоретическое содержание Ir в $Ir(OH)_4 = 73.95\%$.