

ТРУДЫ АНАЛИТИЧЕСКОЙ КОМИССИИ ИНСТИТУТА ПО  
ИЗУЧЕНИЮ ПЛАТИНЫ И ДРУГИХ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

Под председательством Б. Г. Карпова; в составе: А. Т. Григорьева, С. Ф. Жемчужного, О. Е. Звягинцева, Б. Г. Карпова, Н. С. Курнакова, В. В. Лебединского, Н. И. Подкопаева и И. И. Чертуева

1. МЕТОД БЫСТРОГО АНАЛИЗА ПЛИХОВОЙ ПЛАТИНЫ

(Вновь пересмотренный и дополненный)

1) Берется навеска в 2 г. Навеска растворяется в царской водке (1 ч.  $\text{HNO}_3$ , уд. в. 1.40 + 3 ч.  $\text{HCl}$ , уд. в. 1.19). Растворение ведется в фарфоровом стакане или в колбе Эрленмейера (емк. 250 куб. см), прикрытых часовым стеклом, на песчаной бане, сперва при слабом подогревании, под конец доводя до кипения. Царскую водку лучше использовать постепенно, приливая ее порциями по 50 куб. см, сливая раствор, когда растворение прекращается, и заменяя его новой порцией царской водки до прекращения окрашивания ее. Полученный раствор сливают в меньшую фарфоровую чашку, в которой выпаривают его на водяной бане до консистенции сиропа. К остатку прибавляют соляной кислоты и снова выпаривают до густоты сиропа. Полученная масса растворяется в небольшом количестве воды и фильтруется в стакан. Осадок промывается подкисленной соляной кислотой водой (до прекращения реакции на железо в промывных водах). Количество раствора не должно превышать 200—250 куб. см. Нерастворимый остаток взвешивается в фарфоровом тигле.

2) К раствору прибавляется по каплям раствор цианистой ртути для осаждения палладия, избегая избытка реактива. Осадок цианистого палладия отфильтровывается, промывается подкисленной соляной кислотой водой, высушивается, прокаливается для разложения и восстанавливается в токе водорода; охлаждается в токе углекислого газа и взвешивается.

3) К полученному от осаждения палладия раствору, прибавляется около 30 г чистого цинка и столько серной кислоты, чтобы ее хватило для полного растворения цинка. Через 10—12 часов почти бесцветный

раствор сливают через фильтр с черного осадка; этот последний переносят на фильтр, промывают подкисленной соляной кислотой водой, прокаливают в фарфоровом тигле и восстанавливают водородом (на всякий случай не мешает его взвесить после охлаждения). Фильтрат пробуют на полноту осаждения, добавляя еще цинка и серной кислоты.

4) Смесь металлов, состоящая из платины, родия, золота и меди сплавляют с 20-кратным количеством чистого пробирного свинца в угольном тигле при температуре 1000—1200°, выдерживая в расплавленном виде около 2 часов.

5) Королек, очищенный от приставших частиц угля, разваривают в разведенной азотной кислоте (1:3), удаляющей свинец, медь и часть родия. Фильтруют; азотнокислый раствор отставляют временно в стороне.

6) После удаления свинца и меди, осадок металлов слабо нагревают с разведенной (1:3) царской водкой, при чем в раствор переходит платина и родий; нерастворенным остается иридий, который отфильтровывается, промывается подкисленной соляной кислотой горячей водой, прокаливается и взвешивается после восстановления водородом.

7) Фильтрат, содержащий платину, золото и часть родия выпаривается до густоты сиропа с прибавлением нескольких капель серной кислоты, служащей для осаждения незначительных количеств свинца, переходящих в раствор вместе с платиной и родием. После отфильтровывания сернокислого свинца через маленький (5 см) фильтр, раствор снова выпаривается с прибавкой хлорной воды для перевода в четырехвалентную форму всей платины, так как при выпаривании с некоторым избытком серной кислоты часть четырехвалентной платины могла перейти в двухвалентную форму. К раствору доведенному примерно до объема 100—150 куб. см приливают равный объем насыщенного раствора нашатыря.

8) Осадок хлороплатината аммония промывается полунасыщенным раствором хлористого аммония. Влажный фильтр переносят во взвешенный тигель, края тигля загибают на влажный осадок и тигель осторожно подогревают сначала на сетке, затем на малом огне горелки, постепенно пододвигая его к тиглю. После обугливания фильтра крышку тигля снимают и прокаливают при доступе воздуха до полного исчезновения черных частиц угля.

9) Фильтрат, содержащий золото и родий кипятят продолжительное время с щавелевой кислотой, выделяющей золото, которое отфильтровывается и взвешивается.

10) Азотнокислый раствор, полученный в п. 5 выпаривают с избытком серной кислоты, удаляют свинец, после чего к фильтрату от свинца присоединяют фильтрат от золота, содержащий родий и следы платины и соединенные фильтраты обрабатывают сероводородом при нагревании. Осадки сернистых металлов, высушенные и обожженные нагревают продолжительное время с слабой (1:3) азотной кислотой, растирая время от

времени смесь окисей стеклянной палочкой. Окись меди и следы окиси свинца при этом переходят в раствор; окись родия и металлическая платина взвешивается после прокаливания в водороде.

11) Смесь платины и родия, полученная в п. 10 нагревается со слабой царской водкой (1:3), отделяющей платину; оставшийся нерастворенным родий снова взвешивается после восстановления; а вес платины, получающийся из разности, прибавляется к весу главной массы ее, полученной в п. 8.

12) Осадок иридия, полученный в п. 6, следует испытать на присутствие рутения сплавлением с содой в платиновом тигле и извлечением водкою сплава. Рутений дает рутенат натрия, растворяющийся с оранжевой окраской.

## II. МЕТОД АНАЛИЗА ПЛИХОВОЙ ПЛАТИНЫ С ОПРЕДЕЛЕНИЕМ ОДНИХ БЛАГОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

(Вновь пересмотренный и дополненный)

1) Навеска в 5—10 г растворяется в царской водке (1 ч.  $\text{HNO}_3$ , уд. в. 1.40 + 3 ч.  $\text{HCl}$ , уд. в. 1.19). Растворение ведется в фарфоровом стакане и колбе Эрленмейера, прикрытых часовым стеклом, на песчаной бане, сперва при слабом нагревании, под конец при кипячении; царскую водку надо 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 к нему прибавляют соляной кислоты и, снова выпаривают до густоты сиропа. Подобное выпаривание с соляной кислотой производят 2—3 раза с целью возможно полного удаления азотной и азотистой кислот.

2) Полученная масса растворяется в небольшом количестве воды и фильтруется в стакан. Осадок промывается слабо подкисленной соляной кислотой водой до прекращения реакции на железо в промывных водах. Нерастворимый остаток (осмистый иридий, порода и пр.) высушивается и осторожно прокаливается в фарфоровом тигле, избегая высокой температуры и продолжительного нагревания и взвешивается.

3) К фильтрату прибавляется по каплям раствор цианистой ртути для осаждения палладия, избегая избытка реактива. Раствор подогревается на водяной бане в продолжении часа или двух, после чего аморфный осадок цианистого палладия, осевший на дно стакана, отфильтровывается и промывается слабо подкисленной соляной кислотой водкою. Высушенный осадок сильно и долго прокаливается в открытом тигле (разрушение цианистого палладия идет туго). Выделенный в виде цианистого соединения палладий не вполне чист после первого осаждения: он содержит