

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. HNO_3 , уд. в. 1.40 + 3 ч. 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 подогрывается 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

примеси меди и платины, а потому полученную после первого выделения окись палладия следует растворить в царской водке, раствор выпарить, хлористый палладий растворить в малом объеме воды (50 куб. см) и снова осадить цианистой ртутью. После вторичного осаждения цианистый палладий разлагается, как указано выше, окись прокаливается в струе водорода, охлаждается в атмосфере угольной кислоты и взвешивается. Фильтрат же от вторичного осаждения присоединяется к первому фильтрату.

4) К раствору, полученному после осаждения палладия, прибавляется насыщенный раствор хлористого аммония до полного осаждения платины, после чего прибавляется еще небольшой избыток хлористого аммония. После отстаивания около 12 часов, раствор сливают через фильтр и осадок декантируют 2 раза полунасыщенным раствором хлористого аммония, затем переносят на фильтр и промывают раствором хлористого аммония до исчезновения реакции на железо в промывных водах. Фильтр с осадком во влажном состоянии переносят в фарфоровый тигель, где помещается конусом вверх и закрывается еще кусочком влажной фильтровальной бумаги. Закрытый крышечкой тигель помещают высоко над горелкой, где сперва высушивают осадок, а затем очень осторожно прокаливают, постепенно опуская тигель ниже над горелкой. После того, как фильтр обуглится и осадок совершенно разложится, тигель сильно прокаливают на паяльном столе, охлаждают и взвешивают.

5) Полученную после прокаливания осадка нечистую иридную платину I растворяют в разбавленной водой (1:5) царской водке на бане при температуре около 50°. Раствор сливают и к остатку приливают новую порцию царской водки, снова нагревают при той же температуре и раствор снова сливают. Операцию повторяют до тех пор, пока царская водка не перестанет окрашиваться. Отстоявшуюся прозрачную жидкость сливают с осадка через фильтр, осадок переводят на фильтр и промывают слабо подкисленной соляной кислотой водой до тех пор, пока промывные воды не станут бесцветными. Фильтр с осадком высушивают, прокаливают и по восстановлению взвешивают иридий I.¹

6) Раствор, полученный путем извлечения нечистой иридной платины разбавленной царской водкой, вместе с промывными водами выпаривают досуха и сухой остаток выпаривают 2—3 раза с соляной кислотой, растворяют остаток в небольшом количестве воды и осаждают платину хлористым аммонием (как указано выше). Остаток хлороплатината отфильтровывают, высушивают, прокаливают и взвешивают платину I.

7) К полученному после осаждения нечистой иридной платины раствору прибавляют маточный раствор от осаждения чистой платины I, кладут в них чистый металлический цинк и туда же приливают серной

¹ Отделение иридия от платины рекомендуется также производить по методу Б. Г. Карпова (см. стр. 110 этого выпуска) до прокаливания хлороплатината содержащего иридий.

кислоты. После восстановления платиновых металлов и меди, бесцветный раствор сливают через фильтр и проверяют на полноту восстановления металлическим магнием. Восстановленные металлы быстро отфильтровывают, во избежание окисления, промывают горячей водой, слабо подкисленной соляной кислотой, прокаливают, обрабатывают сначала разбавленной азотной кислотой (1:1) для извлечения меди, а затем слабой (1:3) царской водкой для извлечения небольших количеств платины и золота.

8) Оставшиеся нерастворимыми в слабой царской водке иридий, родий и в редких случаях, рутений взвешивают после прокаливания и восстановления в фарфоровом тигле. После взвешивания в тигель всыпают 1—2 г мелко растолченного висмута, перемешивают с металлами и пересыпают в маленький угольный тигель; фарфоровый тигель, в котором велось прокаливание, ополаскивают порошком висмута и также всыпают в угольный поверх смеси. Угольный тигель закрывают плотно крышкой, вставляют его в более объемистый глиняный, промежуток между стенками тиглей засыпают коксом и закрывают крышкой глиняный тигель, после чего накаливают в горне при температуре в 1000° в течение 2 часов.

9) Раствор в царской водке, содержащий платину и золото (7), выпаривают в маленькой фарфоровой чашке почти досуха, повторяют выпаривание с соляной кислотой для удаления окислов азота, растворяют в воде чуть подкисленной (1—2 капли) соляной кислотой, и золото осаждают продолжительным кипячением с щавелевой кислотой. Отфильтровав золото, фильтрат выпаривают с муравьинокислым аммонием, прибавив предварительно соды. Платина выделяется в виде металла — платина II, ее промывают подкисленной соляной кислотой водой, прокаливают и взвешивают, вес причитают к весу чистой платины I.

10) По охлаждении тигля, снаряженного по п. 8, висмутовый королек очищают от частиц угля и разваривают в разбавленной азотной кислоте (1:3). При этом родий переходит в раствор, иридий (рутений) остается; его нагревают со слабой царской водкой (1:3) и затем со смесью кислот соляной и плавиковой, после чего фильтруют через эбонитовую и платиновую воронку, прокаливают в атмосфере водорода и взвешивают иридий II. Вес родия может быть определен из разности.

11) Полученный здесь иридий соединяют с иридием I и сплавляют в платиновом тигле с 10-кратным количеством соды в течение четверти часа при краснокальном жаре. Сплав обрабатывают водою с соляной кислотой, нерастворимой окиси иридия дают отстояться в темноте и прозрачную жидкость сливают через фильтр. Оранжевая окраска раствора указывает на присутствие рутения. В этом случае раствор рутената натрия отфильтровывают, осадок окиси иридия промывают подкисленной соляной кислотой водою, сушат, прокаливают в струе водорода, охлаждают в струе углекислоты и взвешивают.