

Новый метод определения палладия.

Герберт Чигнер (Herbert E. Zschiegner)¹).

Перевод сделан в Научно-Испытательной Лаборатории Государственного
Аффинажного завода.

2 грамма испытуемого материала растворяют в царской водке и раствор выпаривают досуха, при чем нужно следить, чтобы ни один металл не восстановился и не выделился, как таковой. Остаток обрабатывают 100 кб. см. воды и нагревают почти до кипения; затем нагревание прекращают и прибавляют 5 гр. азотистокислого натрия, все время мешая, пока хлориды платиновых металлов совершенно не растворятся. Раствор становится через несколько минут совершенно прозрачным, за исключением тех случаев, когда осаждается золото (которое не следует смешивать с нерастворившимися хлоридами или продуктами гидролиза). Далее прибавляется вода до объема 250 кб. см., и затем прибавляют еще 5 гр. азотистокислого натрия при перемешивании. Полное превращение хлоридов в нитриты достигается постепенным нагреванием смеси в продолжение часа до температуры, не превышающей 80°C. После охлаждения раствор нейтрализуется нормальным раствором углекислого натрия и делается щелочным последующей прибавкой 0,2 кб. см. этого раствора. В качестве индикатора употребляется спиртовой раствор фенолфталеина.

Золото, серебро и неблагородные металлы осаждаются. Через 1/2 часа они отфильтровываются, промываются, прокаливаются

¹) Journ. Industr. Engin. Chem., Vol. 17 (1925 г.), 294.

и снова растворяются для определения содержащихся примесей. Затем из фильтрата осаждается палладий 1% спиртовым раствором диметилглиоксима¹⁾ (никкель, единственный элемент, мешающий щелочному осаждению глиоксимом, был удален во время предыдущей операции). Перемешивание ускоряет осаждение палладия и позволяет ему осесть и свернуться в течение 3 часов. Если содержание палладия менее 0,05%, то осаждение можно произвести лишь в течение 12 часов.

Осадок фильтруется на взвешенном Гучевском тигле, промывается сначала холодной и под конец горячей водой и высушивается при 90°C. Осадок взвешивается в виде $(C_8H_{14}N_4O_4)_3Pd$, содержащего 31,68% палладия. Необходимо поддерживать низкую температуру раствора после превращения в нитриты, иначе спирт раствора фенолфталеина и диметилглиоксима может вызвать восстановление платиновых металлов из щелочного раствора.

Исследования платиновых металлов в Бюро Штандартов С. Ш. Сев. Амер.

Э. Вичерс и Л. Жордан (E. Wischers
and L. Jordan²⁾).

Доложено на 43 Общем Собрании Американского Электро-Химического Общества, состоявшемся в Нью-Йорке 3—5 мая 1923 года.

Бюро Штандартов предприняло обширные исследования по платиновым металлам, куда относятся: очистка всех металлов платиновой группы, критическое изучение аналитического разделения платиновых металлов, плавка и механическая обработка металлов и их сплавов, изучение избранных сплавов в отношении их пригодности для платиновой посуды и определение различных физических особенностей таких металлов и сплавов. Первые три фазы этого исследования находятся в стадии энергичной работы, к изучению двух последних будет приступлено в ближайшем будущем.

¹⁾ Wunder u. Thüringer. Z. anal. Chem., 52, 101 (1913); Annal. Chim. anal. 17, 201.

²⁾ Сокращенный перевод, сдел. в Н. И. Лаборат. Гос. Афф. завода.