

Метод разделения иридия и родия сплавлением с висмутом¹⁾.

Б. Карпов.

В одном из весенних заседаний Аналитической Комиссии Платинового Института в прошлом году²⁾, мною было сообщено об успешном применении сплавов висмута с родием для отделения последнего от иридия. Осенью прошлого года мною было предложено командированному в Платиновый Институт сотруднику Научно-Испытательной Лаборатории Государственного Аффинажного Завода в Свердловске, В. Н. Королеву, применить этот метод при анализе продуктов аффинажа родия, при чем схема анализа была следующая: концентраты, содержавшие иридий, родий, платину и другие металлы, сплавлялись с серебром, серебряные сплавы обрабатывались последовательно азотной кислотой и царской водкой. Нерастворимый остаток взвешивался и подвергался сплавлению с висмутом в восстановительной атмосфере (в угольном тигле) в продолжение 2—3 часов при температуре около 1000°. Висмутовый сплав обрабатывался сначала разбавленной азотной кислотой, затем царской водкой (1:1), и нерастворимый остаток взвешивался как иридий, причем чистота его проверялась плавкой с пиросульфатом калия и повторным сплавлением с висмутом. При малых содержаниях иридия, предпочтительно вторично сплавить с висмутом и обрабатывать азотной кислотой, избегая последующего действия царской водки, которая растворяет небольшие количества иридия³⁾.

В фильтраатах от обработки серебряных сплавов обычными методами определялись платина и палладий. Растворы висмута

1) Доложено Отделению Химии Р.Ф.-Х. О-ва 4 февраля 1926 г.

2) Доложено в заседании Аналитич. Комиссии Плат. И-та 9 марта 1925 г. (протокол № 80).

3) Устное сообщение В. Н. Королева.

вого сплава в азотной кислоте выпаривались для удаления азотной кислоты, остаток растворялся в слабой соляной, и висмут выделялся в виде хлорокиси, после чего делалась проба на присутствие платины и палладия обычными методами. В фильтрате царской водки от иридия также обычными методами определялись: платина, золото, а также те незначительные количества иридия, которые могли перейти, и иногда действительно переходили, в раствор в царской водке. После этого оба раствора, содержащие родий, соединялись вместе, и родий выделялся цинком вместе с остатком висмута. Этот нечистый родий промывался азотной кислотой, сплавлялся с серебром и, по растворении серебра в азотной кислоте, взвешивался.

Мы произвели проверку результатов этого метода сравнением с данными анализов посредством плавки со свинцом, так как этот последний способ уже хорошо изучен, причем образцы были ранее анализированы несколько раз. Ниже привожу некоторые результаты таких параллельных анализов, выполненных в моей лаборатории В. Н. Королевым.

Анализ пробы № 2 — родистого концентрата.

1.	2.
По висмутовому методу.	По свинцовому методу.
Платины . . . 12,0% 11,9%
Палладия . . . 0,6% 0,5%
Иридия . . . 11,2% 11,8%
Родия . . . 59,0% 58,5%
Золота . . . нет нет
<hr/>	
сумма: . . . 82,8% 82,7%
Время выполнения: 21 день	32 дня.

Анализ пробы № 1.

По висмутовому методу.	По свинцовому методу.
Платины . . . 5,9% 6,00%
Палладия . . . 2,6% 1,00%
Иридия . . . 20,4% 21,4 %
Родия . . . 18,4% 19,3 %
Золота . . . 6,4% 6,6 %
<hr/>	
сумма: . . . 53,7% 54,3 %

К анализу губчатого родия метод был применен в следующем виде. Родий сплавлен с 10 ч. висмута, остаток от обработки азотной кислотой и царской водкой взвешен как чистый иридий, раствор в царской водке после надлежащего приготовления осажден нашатырем (иридий и платина). Раствор родия, по удалении висмута в виде хлорокиси, обработан азотисто-натровой солью и содой, т.-е. дальнейший ход анализа идет по известной схеме Гиббса ¹⁾, применявшиеся нами для анализа чистого иридия. Иридий, выделенный как нерастворимый остаток, и иридий, бывший в растворе в царской водке, соединены вместе и вместе подвергнуты плавке с пиросульфатом калия для отделения следов родия. Результаты анализа одного из препаратов следующие: 0,05% кислорода; 0,3% железа; 0,49% иридия, и полное отсутствие других металлов.

Метод плавления с висмутом имеет значительное преимущество перед свинцовым, во-первых, — в экономии времени, которое, чем значительнее, тем богаче родием анализируемый продукт. При содержании иридия и родия в отношении приблизительно 1:1 экономия времени равна, примерно, 30—40%. При очень богатых родием концентратах, плавление со свинцом идет настолько туго, что требуется свыше 10 сплавлений для полного удаления родия, и здесь экономия времени уже гораздо более. Во-вторых, — метод висмутовый дает более уверенности в полноте отделения родия. Неприятная сторона этого метода — выделение висмута в виде основной соли или хлорокиси. Я надеюсь, что осаждение в виде фосфата висмута значительно облегчит и ускорит операцию отделения висмута, так как осадок фосфорно-кислого висмута кристалличен, гораздо меньше окрашен родием и хорошо фильтруется.

Ленинград,
Лаборатория Геологического Комитета.

¹⁾ W. Gibbs. Amer. Journ. of Science [2] 34, 346 (1862). См. также A. Classen. Ausgewählte Methoden d. Anal. Chemie, B. I, S. 272 (1901).