

VIII. ОПРОБОВАНИЕ НА ПЛАТИНУ, ПАЛАДИЙ, ИРИДИЙ И РОДИЙ
СЛИТКОВ С ВЫСОКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ПЛАТИНЫ ПО СПОСОБУ,
ПРИНЯТОМУ В ЛАБОРАТОРИЯХ ОБЩЕСТВА ПРОБИРЕРОВ JOHNSON & SONS

(С примечаниями Аналитической комиссии Института для изучения платины
 и других благородных металлов)

ВЗЯТИЕ ПРОБЫ

От каждого слитка срезаются верхний и нижний углы, металл сплющивается, свертывается и отжигается. Равные количества от верхней и нижней части образца представляют собой навеску для опробования.

ОПРОБОВАНИЕ

Растворение металла и пр.

§ 1. Отвешивается 7 г (по 3.5 г от каждого углового среза) и растворяется в дарской водке в конической колбе, прикрытой стеклом. Раствор в колбе выпаривается с добавкой соляной кислоты для удаления всей азотной кислоты, затем переносится в чашку, медленно выпаривается досуха и прогревается на горячей плитке при 130°. Прогретые хлориды растворяются затем приблизительно в 50 куб. см воды с прибавкой (если необходимо) минимального количества соляной кислоты. Полученный таким образом раствор осторожно кипятят и разбавляют водою до 200 куб. см.

Золото

§ 2. Через несколько часов раствор фильтруется и остаток золота и серебра (если оно присутствует) промывается небольшими порциями горячей разбавленной соляной кислотой. Остаток осторожно прокаливается и исследуется на золото и серебро обычными методами и полученные продукты взвешиваются.

Примечание. Во время этого выпаривания золото может оказаться не сполна восстановленным и часть его может быть получена как указано ниже вместе с неблагородными металлами. Раствор измеряется и разделяется на две части так, чтобы они отвечали второй и 5 г первоначальной навески.

Неблагородные металлы

§ 3. Раствор (отвечающий 2 г образца) доводится почти до нейтрального состояния насыщенным раствором углекислого натрия и платиновые металлы переводятся в нитриты прибавлением твердого нитрита натрия, оставляя раствор все время на теплой плитке.

Когда будет достаточно полное превращение металлов в нитриты добавляется избыток раствора углекислого натрия, все доводится до

начала кипения и затем оставляется стоять несколько часов на теплой плите. Осадок неблагородных металлов (железо и пр.) и остаток золота, которое могло быть не сполна восстановлено при предшествующем процессе прогревания хлоридов, собирается на маленький фильтр и промывается разбавленным раствором углекислого натрия. Затем этот осадок исследуется на неблагородные металлы и золото обычными методами химического анализа.

Примечание. Если осадок от прибавления углекислого натрия получается слишком большой или если имеется подозрение, что с ним осели какие-либо платиновые металлы, то этот осадок должен быть растворен в HCl и операция осаждения должна быть повторена снова. Хлопьевидный и быстро оседающий осадок неблагородных металлов указывает на удовлетворительное разделение, тогда как илистый, белый, обильный осадок указывает на возможное присутствие большого количества платины среди осадка неблагородных металлов. Фильтрат от осадка неблагородных металлов испытывается специально на медь и никель (если последний присутствует), которые могли избежать осаждения вместе с остальными неблагородными металлами. На медь применяется проба с кровяной солью, а на никель — с диметилглиоксизом.

Платина, палладий, иридий, родий

§ 4. Другая порция раствора, отвечающая 5 г взятой навески (полученной, как описано выше в §§ 1, 2) кипятится около пяти минут с 1 г щавелевой кислоты, чтобы восстановить иридий в более низкую степень окисления.

Потом медленно и осторожно прибавляют полунасыщенный раствор хлористого аммония и раствор оставляют стоять на несколько часов.

Хлороплатинат аммония, осажденный из холодного раствора, собирается на фильтр Гуча и промывается полунасыщенным раствором хлористого аммония, затем осторожно высушивается в фарфоровом тигле, прокаливается при возможно более низкой температуре в водороде и взвешивается. Полученная губка испытывается на чистоту, а также и на иридий согласно описанному ниже методу.

Палладий осаждается из полученного фильтрата кипящим водным раствором диметилглиоксизма, осадок собирается на маленький фильтр Гуча, промывается кипящей водой, высушивается, прокаливается, восстановливается в водороде и взвешивается.

Фильтрат от палладия обрабатывается на холода чистым магнием в форме стружек пока не исчезнет окраска раствора, после чего последний насыщается сероводородом и кипятится.

Если вместе с платиновыми металлами осаждается также и окись магния, то она растворяется снова путем прибавления к раствору нескольких капель соляной кислоты.

Осадок собирается на фильтр, промывается разбавленной соляной кислотой и, наконец, прокаливается, восстанавливается в водороде и

взвешивается. Если этот осадок от магния и сероводорода очень мал, то обычно не представляется необходимым подвергать вторичной обработке полученный уже в виде хлороплатината аммония главный осадок платины, но если осадок от магния и сероводорода велик или если его наружный вид указывает на присутствие большого количества иридия, то тогда полученную из него платиновую губку, содержащую главную массу платины, растворяют в 10% царской водке на теплой плитке и нерастворившийся остаток прибавляется к осадку от магния и сероводорода который обрабатывается одним из следующих методов в зависимости от его величины.

Иридия мало

§ 5. Осадок от магния и сероводорода купелируется с 20-кратным от его веса количеством серебра и соответствующим количеством свинца при высокой температуре; королек разваривается в серной кислоте и затем еще кипятится с этой кислотой. Нерастворимый остаток отмывается от серебра кипящей водой, затем крепким амmonием и, наконец, опять кипящей водой.

Остаток обрабатывается затем 10% царской водкой и остающиеся иридий и родий собираются на маленький фильтр, прокаливаются, взвешиваются и разделяются, если это необходимо.

Иридия много

§ 6. В этом случае осадок от магния и сероводорода (вместе с нерастворимым остатком от платиновой губки, если таковой имеется) сплавляется с 50-кратным от его веса количеством чистейшего свинца в течение одного часа при температуре 1000°. Эта операция производится в маленьком графитовом тигле выложенном чистой свеже обожженной известью, в котором сплав потом оставляется затвердевать.

Королек и известье вытряхиваются из тигля и обрабатываются 10% азотной кислотой до прекращения действия последней; остающиеся при этом платиновые металлы превращаются в очень тонкий порошок. Получающийся при этом азотнокислый раствор не анализируется; но если по какой-либо причине цвет его указывает на следы палладия или других платиновых металлов, то из него осаждается серной кислотой свинец и затем восстанавливаются платиновые металлы.

Нерастворимый в 10% азотной кислоте остаток промывается декантацией с 10% азотной кислотою, затем собирается на фильтр и промывается кипящей водой до удаления свинца; далее он обрабатывается без предварительного прокаливания кипящей 10% царской водкой и, наконец, последовательно кипящей крепкой соляной кислотой и крепкой царской водкой; в получающихся при этом растворах будет содержаться вся остальная платина и весь родий. Для определения этих металлов,

раствор выпаривается с соляной кислотой и платаина осаждается как указано выше хлористым аммонием, а родий осаждается затем из розового фильтрата при помощи магния. Эти осадки тщательно очищаются от всяких следов неблагородных металлов, восстанавливаются в токе водорода и взвешиваются. Остающийся нерастворимый в царской водке остаток представляет собой иридий в форме серых блестящих частиц он очищается нагреванием в платиновой капсюле со смесью плавиковой и азотной кислот, промывается кипящей водой и обрабатывается амиаком.

Затем остающийся остаток собирается на маленький беззольный фильтр, промывается кипящей водой, содержащей немного азотнокислого аммония и, наконец, высушивается, прокаливается и восстанавливается в токе водорода, охлаждается в углекислом газе и взвешивается. Таким образом мы получаем веса:

§ 2. Серебра и золота,

§ 3. Неблагородных металлов (железо, медь, свинец, известье),

§ 4. Палладия,

§ 5 и 6. Иридия и родия.

Разница представляет собою платину, процентное содержание которой контролируется весом платиновой губки вместе с платиной полученной при разделении металлов, осажденных магнием и сероводородом.