

12) Нерастворенные в слабой царской водке иридий и родий восстанавливают и взвешивают, после чего их смешивают с порошком висмута и пересыпают в маленький угольный тигелек, который вставляют в глиняный большего размера; промежуток между стенками тиглей засыпают углем; закрывают крышками оба тигля и накаливают в горне при температуре 800—900° в продолжении 2 часов. Королек висмута тщательно очищают, разваривают в азотной кислоте (1:3), растворяющей родий и висмут; кристаллический порошок иридия, если он не осел вполне при первом осаждении, пробуют на чистоту нагреванием с слабой (1:3) царской водкой, затем промывают в платиновой чашечке смесью кислот соляной и плавиковой, после чего фильтруют, прокаливают в струе водорода и взвешивают по охлаждении в атмосфере угольной кислоты. Родий может быть определен из разности, если же хотят выполнить его прямое определение, то удаляют висмут повторным гидролизом и родий или осаждают сероводородом или выделяют в виде гидрата окиси нагреванием с окисью ртути.

13) Определение железа производится в фильтрате, полученном после восстановления цинком родия, меди и иридия, для чего этот фильтрат доводят до известного определенного объема, берут от него известную часть, окисляют ее кипячением с азотной кислотой, усредняют избыток кислоты содой и дважды осаждают железо уксусно-кислым аммонием. Осадок основной уксусной соли промывают, снова растворяют в соляной кислоте и вновь осаждают железо аммиаком. Взвешивание железа производится в виде окиси.

#### IV. МЕТОД ПОЛНОГО АНАЛИЗА ШЛИХОВОЙ ПЛАТИНЫ<sup>1</sup> (Вновь пересмотренный и дополненный)

1) Навеска в 5—10 г обрабатывается царской водкой в закрытой колбе Эрленмейера в продолжение 12 часов при нагревании на песчаной бане до 80°. Раствор вместе с осадком переносится в фарфоровую чашку и выпаривается до густоты сиропа, затем прибавляется 25 куб. см соляной кислоты и снова выпаривается почти досуха или, по крайней мере, до состояния полувязкой массы. Остаток обрабатывается 50 куб. см разбавленной соляной кислоты при слабом нагревании до полного растворения хлоридов. Однако, если золото не было тщательно отобрано от зерен платиновой руды, то вместе с нерастворимым остатком осмистого иридия и других минералов, не разлагаемых царской водкой, после выпаривания с соляной кислотой может выделиться хлористое серебро, бывшее в сплаве с золотом, примешанным к шлиховой платине. Чтобы его обнаружить надо промыть нерастворимый остаток теплым аммиаком до его прокали-

<sup>1</sup> Настоящий метод является комбинацией первой половины метода Лейдье-Кеннесена с методом, принятым Аналитической комиссией Платинового института.

вания. Аммиачный раствор, по удалении аммиака кипячением, подки-  
сяют соляной кислотой, выделяющей хлористое серебро, которое высу-  
шивают и взвешивают.

2) По отделении серебра, нерастворимый остаток взвешивают, осто-  
рожно сжигая фильтр и избегая длительного прокаливания, могущего  
разложить часть осмистого иридия, если он богат осмием. После взвеши-  
вания осадок снова обрабатывают слабой (1:3) царской водкой при нагре-  
вании в течение  $1-1\frac{1}{2}$  часов для переведения в раствор незначительных  
количество золота, обычно выделяющегося при выпаривании его растворов.  
По извлечении золота, нерастворимый остаток вторично взвешивают и все  
золото определяют по разности.

3) Песок, т. е. примесь посторонних минералов нерастворимого  
остатка определяют сплавлением нерастворимого остатка с порошком  
чистого серебра в 10-кратном количестве под слоем буры. Привес  
серебра отделенного и очищенного от плака дает вес осмистого иридия.

4) К нагретому до  $30-40^\circ$  фильтрату от нерастворимого остатка  
прибавляют небольшими порциями от 7.5 до 15 г (в зависимости от вели-  
чины взятой навески) твердого хлористого аммония, что отвечает 1.5 г  
его на 1 г взятой платины. Через 12 часов осадок хлороплатината содер-  
жащий примесь иридия и рутения отфильтровывают, промывая сперва  
декантацией, а затем на фильтре крепким раствором хлористого аммония  
до исчезновения реакции на железо. Фильтр с влажным осадком пере-  
носят во взвешенный фарфоровый тигель, в котором прокаливается с пре-  
досторожностями указанными в предшествующих статьях.

5) Прокаленную губку растворяют в слабой (1:5) царской водке,  
отфильтровывают нерастворившийся иридий, который восстанавливают  
прокаливанием в водороде, охлаждают в струе углекислого газа и взве-  
шивают иридий I.

6) Раствор, содержащий платину и иридий со следами железа,  
родия и палладия выпаривают и вторично осаждают хлористым аммонием.

7) Этот осадок хлороплатината обычно содержит еще незначительное  
количество иридия, которые могут быть определены или по методу И. И.  
Чернаева,<sup>1</sup> или выделены после осаждения платины каломелем (метод  
Б. Карпова и А. Федоровой).<sup>2</sup> Иридий II.

8) Фильтраты из п. 3 и 5 соединяют в объемистой фарфоровой чашке,  
выпаривают до начала выделения хлористого аммония на водяной бане  
и накрыв стеклом чашку приливают мало-по-малу крепкой азотной кислоты  
для разложения хлористого аммония. Когда прекратится заметное выде-  
ление пузырьков газа из раствора, стекло обмывают водой над чашкой  
и продолжают выпаривание почти досуха. Остаток смачивают несколькими  
каплями соляной кислоты и растворяют в воде.

<sup>1</sup> Изв. Инст. по изуч. плат. и др. благор. мет., вып. 8, стр. 167.

<sup>2</sup> Изв. Инст. по изуч. плат. и др. благор. мет., вып. 9, стр. 110.

9) Раствор нагревают до 80—100° и к нему осторожно, закрывая стакан стеклом, маленькими порциями прибавляют твердой азотистонатровой соли до средней реакции, после чего также весьма осторожно (возможно бурное вскипание) добавляют некоторое количество соды, нагревают до кипения, и после отстаивания объемистого осадка гидроокиси железа, горячий раствор сливают через фильтр, промывают осадок окисей неблагородных металлов несколько раз горячей водой, после чего осадок растворяют на фильтре слабо нагретой соляной кислотой<sup>1</sup> и снова осаждают так же, как описано выше. Вторичное осаждение имеет целью избегнуть примешивания гидроокисей родия и иридия к окисям неблагородных металлов и золота, которое восстанавливается азотистой кислотой.

10) Вторично осажденный осадок растворяют в горячей разбавленной соляной кислоте, при чем в раствор переходят железо, медь, которые определяют общепринятыми методами.

11) Раствор, содержащий нитриты платиновых металлов (родий, иридий, платину и палладий) осторожно разлагают соляной кислотой, доводя под конец смесь до кипения, выпаривают досуха и обрабатывают дымящейся соляной кислотой. Выпавший хлористый натрий отфильтровывают через хорошо промытый соляной кислотой asbestosовый фильтр и промывают крепкой соляной кислотой досуха, чтобы удалить вполне окислы азота.

12) Остаток растворяют в воде и к полученному нагретому раствору прибавляют по каплям раствора цианистой ртути, избегая избытка реактива. Осадок цианистого палладия промывается подкисленной соляной кислотой водой, высушивается и после продолжительного прокаливания на пламени паяльной горелки, восстанавливается водородом, охлаждается в токе угольной кислоты и взвешивается палладий.

13) К фильтрату от цианистого палладия прибавляют хлористого аммония до насыщения и оставляют стоять до следующего дня. Хлороплатинат с примесью хлоририда отфильтровывают, смывают с фильтра в стаканчик горячей водою и кипятят с каломелем, выделяющим платину (платина II), фильтрат от платины выпаривают, прокаливают, восстанавливают металл в токе водорода и взвешивают иридий III.

14) Выделенную платину отфильтровывают, промывают и прокаливают в фарфоровом тигле, а к фильтрату прибавляют соляной кислоты и цинка и оставляют на несколько часов до полного выделения родия, иридия и следов платины.

15) Слабой (1:5) царской водкой при нагревании отделяют следы платины, фильтруют от родия и иридия, фильтрат выпаривают в маленькой фарфоровой чашечке, после чего ее восстанавливают выпариванием

<sup>1</sup> В случае, если остается нерастворимый остаток, его отфильтровывают, высушивают, прокаливают и взвешивают золото.

досуха с муравьинокислым аммонием и содой, профильтровывают через маленький фильтр и взвешивают платину III.

16) Остаток родия и иридия восстанавливают, взвешивают и сплавляют с висмутом<sup>1</sup> или свинцом, во втором случае сплавление повторяют несколько раз. Королек разваривают в азотной кислоте (1:3), при сплавлении со свинцом кроме азотной кислоты сплав обрабатывают еще слабой царской водкой, после чего нерастворившийся остаток (иридий) промывают в платиновой чашечке смесью соляной и плавиковой кислот, после чего его восстанавливают и взвешивают иридий IV. Родий определяют или по разности, или удалив висмут в виде хлорокиси или фосфорной соли, свинец в виде сернокислой соли, выделяют родий кипчением с окисью ртути (гидролиз).

V. МЕТОД АНАЛИЗА „ПЕРВОГО НЕРАСТВОРИМОГО ОСТАТКА“, ПОЛУЧАЮЩЕГОСЯ ПОСЛЕ РАСТВОРЕНИЯ ШЛИХОВОЙ ПЛАТИНЫ В ЦАРСКОЙ ВОДКЕ

(Вновь пересмотренный и дополненный)

Взятую навеску в 2—3 г прежде всего обрабатывают несколько раз кипящим раствором уксуснокислого аммония с целью извлечения сернокислого свинца и большей части хлористого серебра, которые в нем могут находиться. Остаток отфильтровывается, промывается горячим аммиаком для удаления оставшегося хлористого серебра, затем промывается водой, подкисленной азотной кислотой и высушивается; осадок снимается с фильтра, фильтр сжигается отдельно; все соединяется вместе, прокаливается при возможно более низкой температуре, взвешивается. Потеря в весе дает содержание сернокислого свинца и хлористого серебра, которые в фильтрате могут, если нужно, быть разделены и определены каждый отдельно.

Обработанный уксуснокислым аммонием и аммиаком остаток смешивается с 5—6 г порошковатого серебра (осажденного из раствора медью) и 2—3 г прокаленной буры. Смесь помещается в маленький гессенский шамотовый или графитовый тигель, засыпается сверху еще некоторым количеством буры и плавится на паяльной горелке. Если при плавлении образуется слишком густой шлак, то прибавляют небольшое количество соды, вследствие чего шлак становится более жидким. По окончании плавления тигель разбивается и полученный королек куется на наковальне для очищения от шлака, очищается щеточкой и моется слабой серной кислотой. Прибыль в весе королька приблизительно указывает содержание осмистого иридия в испытуемом нерастворимом остатке.

Серебряный королек, после взвешивания, растворяется в крепкой серной кислоте при нагревании, прибавляют необходимое для растворе-

<sup>1</sup> См стр. 103 этого выпуска.